



UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS
FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE PIRACICABA

Paolo Tulio di Nizo

Resistência Adesiva e Característica da Infiltração de Marcadores na União
cimento resinoso-dentina sob pressão pulpar simulada

Piracicaba

2020

Paolo Tulio di Nizo

Resistência Adesiva e Característica da Infiltração de Marcadores na União
cimento resinoso-dentina sob pressão pulpar simulada

Orientador: Prof. Dr. Mario Fernando De Goes

Este exemplar corresponde à versão final da
tese defendida pelo aluno Paolo Tulio di Nizo
e orientada pelo Prof. Dr. Mario Fernando De
Goes

Tese apresentada à Faculdade de Odontologia
de Piracicaba da Universidade Estadual de
Campinas como parte dos requisitos exigidos
para a obtenção do título de Doutor em
Materiais Dentários.

Piracicaba

2020

Ficha catalográfica
Universidade Estadual de Campinas
Biblioteca da Faculdade de Odontologia de Piracicaba
Marilene Girello - CRB 8/6159

N658r Nizo, Paulo Tulio di, 1991-
Resistência adesiva e característica da infiltração de marcadores na união cimento resinoso-dentina sob pressão pulpar simulada / Paulo Tulio di Nizo. – Piracicaba, SP : [s.n.], 2020.

Orientador: Mario Fernando de Goes.
Tese (doutorado) – Universidade Estadual de Campinas, Faculdade de Odontologia de Piracicaba.

1. Cimentos de resina. 2. Resistência à tração. 3. Infiltração dentária. I. Goes, Mario Fernando de, 1954-. II. Universidade Estadual de Campinas. Faculdade de Odontologia de Piracicaba. III. Título.

Informações para Biblioteca Digital

Título em outro idioma: Adhesive Strength and Characteristics of Markers Infiltration in the Union resin-dentin cement under simulated pulpal pressure

Palavras-chave em inglês:

Resin cements

Tensile strength

Dental leakage

Área de concentração: Materiais Dentários

Titulação: Doutor em Materiais Dentários

Banca examinadora:

Mario Fernando de Goes [Orientador]

Paulo Afonso Silveira Francisconi

César Rogério Pucci

Paulo Henrique dos Santos

Luciana Andrea Salvio

Data de defesa: 20-02-2020

Programa de Pós-Graduação: Materiais Dentários

Identificação e informações acadêmicas do(a) aluno(a)

- ORCID do autor: <https://orcid.org/0000-0003-2267-3735>

- Currículo Lattes do autor: <http://lattes.cnpq.br/2073767676472196>



UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS
Faculdade de Odontologia de Piracicaba

A Comissão Julgadora dos trabalhos de Defesa de Tese de Doutorado, em sessão pública realizada em 20 de fevereiro de 2020, considerou o candidato PAOLO TULLIO DI NIZO aprovado.

PROF. DR. MARIO FERNANDO DE GOES

PROF. DR. PAULO AFONSO SILVEIRA FRANCISCONI

PROF. DR. CÉSAR ROGÉRIO PUCCI

PROF. DR. PAULO HENRIQUE DOS SANTOS

PROF^a. DR^a. LUCIANA ANDREA SALVIO

A Ata da defesa, assinada pelos membros da Comissão Examinadora, consta no SIGA/Sistema de Fluxo de Dissertação/Tese e na Secretaria do Programa da Unidade.

DEDICATÓRIA

Dedico este trabalho aos meus pais, **Luis Paulo Tarla di Nizo e Ivania Regina Merli di Nizo** durante todos esses anos assegurando a possibilidade do estudo.

AGRADECIMENTOS

Ao **Prof. Dr. Mario Fernando De Goes** por aceitar ser meu orientador.

Por todo o conhecimento transmitido nesses anos, as histórias e conselhos compartilhados, pela paciência, e por acreditar em mim. Além de orientador tornou-se um amigo.
Meus agradecimentos.

Ao Biólogo **Adriano Luis Martins**, supervisor do Centro de Microscopia e Imagens, da Faculdade de Odontologia de Piracicaba (FOP) da Unicamp. Sempre sendo solícito, não poupando esforços em me ajudar na busca por imagens.

À Faculdade de Odontologia de Piracicaba - UNICAMP, nas pessoas dos docentes **Prof. Dr. Francisco Haiter Neto e Prof. Dr. Flávio Henrique Baggio Aguiar**, respectivamente Diretor e Diretor Associado.

À **Profa. Dra. Karina Gonzales Silvério Ruiz**, Coordenadora dos Programas de Pós Graduação da Faculdade de Odontologia de Piracicaba - UNICAMP, pela oportunidade e pelo respaldo na Pós Graduação.

Aos docentes do Programa de Pós Graduação em Materiais, **Prof. Dr. Simonides Consani, Prof. Dr. Lourenço Correr Sobrinho; Prof. Dr. Mário Alexandre Coelho Sinhoreti; Prof. Dr. Américo Bortolazzo Correr; Profa. Dra. Regina Maria Puppini Rontani; Prof. Dr. Luis Roberto Marcondes Martins; Prof. Dr. Marcelo Giannini; Prof. Dr. Rafael Leonardo Xediek Consani; Profa. Dra. Fernanda Miori Pascon; Prof. Dr. Alan Roger dos Santos Silva e Profa. Dra. Ana Rosa Costa Correr**, por todo o conteúdo didático e humano, pelos ensinamentos inesquecíveis que me passaram ajudando muito minha formação e ainda vão contemplar os futuros alunos que tiverem a mesma sorte minha de ingressar no melhor programa em pós-graduação em Materiais Dentários do Brasil.

Aos amigos da turma de doutorado **Aline Fedoce Silva, Christian Madrid Troconsis, Gabriel Nima Bermejo, Isaac Jordão de Souza Araújo, Júlia Puppim Rontani, Marcus Vinícius Loureiro Bertolo, Mateus Garcia Rocha, Maurício Guarda e Paulo Vitor Campos Ferreira**, por compartilharem todas as aulas do Programa de Doutorado muito além de conhecimento, com momentos bons e ruins durante essa experiência única para todos nós.

A todos os demais amigos que fiz durante a pós-graduação em Materiais Dentários, **Marina Barreto Pereira Moreno, Pedro Paulo Albuquerque, Renally Wanderley, Bruna Marin Fronza, Gabriel Flores Abuna, Jamille Favarão, Maurício Matté Zanini**, pelo apoio, companheirismo e amizade sempre.

Aos demais amigos ainda presentes do Programa de Pós Graduação em Materiais Dentários, por compartilharem experiência e sabedoria comigo.

Aos funcionários responsáveis pelo Laboratório de Materiais Dentários, **Engenheiro Marcos Blanco Cangiani e Sra. Selma Aparecida Barbosa Segalla**, por tornarem os dias de laboratório mais tranquilos e pelo apoio.

A minha namorada **Gabriela Martin Bonilha** pelo apoio e dedicação para esta conquista.

O presente trabalho foi realizado com apoio da Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior – Brasil (CAPES) - Código de Financiamento 001.

Aos demais docentes e funcionários da FOP-UNICAMP, que por diversas maneiras contribuíram para minha formação.

Resumo

Este estudo avaliou o efeito da pressão pulpar no desempenho mecânico de cimentos resinosos aplicados de diferentes formas à superfície da dentina, bem como a infiltração de prata na região da união, após 24h e 12 meses de armazenamento em água. A oclusal de 160 molares humanos foi removida horizontalmente para expor uma superfície plana de dentina. Os cimentos convencionais Rely X ARC e Panavia V5 e o autoadesivo Rely X U200, além da associação do adesivo Single Bond Universal com o cimento Rely X U200 foram usados para cimentação de restaurações indiretas sobre a dentina. Foram usados 8 dentes para cada condição de pressão e tipo de cimento, totalizando 128 dentes (n=8) para microtração e 32 dentes (n=2) para nanoinfiltração de prata. Após a cimentação, o conjunto dente-restauração foi submetido à simulação da pressão pulpar (20 cm de coluna d'água), por 24h e 12 meses. Os dentes que não foram submetidos a simulação da pressão pulpar ficaram armazenados em placas de acrílico contendo 24 poços. Decorrido cada tempo, os conjuntos dente-restauração foram seccionados na forma de palitos com área de secção de $0,8\text{mm}^2$ ($\pm 0,2\text{mm}^2$) e submetidos ao ensaio de tração sob velocidade de 1 mm/minuto. O modo de fratura foi determinado usando microscopia eletrônica de varredura (MEV). Os dados foram submetidos a análise de variância com três fatores e ao teste de Tukey ($p \leq 0,05$). Os fatores analisados foram significativos. A simulação de pressão pulpar reduziu significativamente os valores da resistência de união para Rely ARC e Panavia V5, no período de 12 meses de armazenagem e não apresentou efeito negativo na resistência de união na avaliação de 24 horas. O cimento autoadesivo Rely X U 200 apresentou resistência de união significativamente inferior aos demais cimentos resinosos, nos períodos de 24 horas. Em 12 meses de armazenamento, o cimento U 200 não diferiu estatisticamente do Relay X ARC e U200 + SBU, independente da pressão pulpar. O Tempo de armazenamento influenciou negativamente a resistência de união dos cimentos RelyX ARC e U 200 + SBU e não afetou o cimento Panavia V5 e U200. Na avaliação geral dos grupos, os padrões de fratura prevalentes foram coesivos no cimento, coesivos entre cimento-dentina e coesivos entre cimento e adesivo. A morfologia da união formada pelos cimentos resinosos – dentina apresentou deposição de grãos de prata com diferentes intensidades que variaram com a aplicação da pressão pulpar e armazenamento em água. O cimento Panavia V5 apresentou o melhor desempenho mecânico e a morfologia da união cimento - dentina apresentou menos zonas eletrodensas pela infiltração de prata. A pressão pulpar influenciou na resistência da união cimento-dentina, mas foi dependente do material.

Palavras-chave: Cimentos de Resina; Resistência à Tração; Infiltração Dentária.

Abstract

This study evaluated the effect of pulpal pressure on the mechanical performance of resin cements applied in different ways to the dentin surface, as well as the infiltration of silver in the union region, after 24h and 12 months of storage in water. The occlusal of 160 human molars was removed horizontally to expose a flat dentin surface. Conventional Rely X ARC and Panavia V5 cements and the self-adhesive Rely X U200, in addition to the association of the Single Bond Universal adhesive with Rely X U200 cement were used to cement indirect restorations on dentin. Eight teeth were used for each pressure condition and type of cement, totaling 128 teeth (n = 8) for microtensile and 32 teeth (n = 2) for silver nanoinfiltration. After cementation, the tooth-restoration set was subjected to pulp pressure simulation (20 cm of water column) for 24 hours and 12 months. The teeth that were not submitted to pulpal pressure simulation were stored in acrylic plates containing 24 wells. After each time, the tooth-restoration sets were sectioned in the form of toothpicks with a section area of 0.8 mm² (± 0.2 mm²) and subjected to the tensile test at a speed of 1 mm/minute. The fracture mode was determined using scanning electron microscopy (SEM). The data were submitted to analysis of variance with three factors and the Tukey test ($p \leq 0.05$). The factors analyzed were significant. The pulp pressure simulation significantly reduced the bond strength values for Rely X ARC and Panavia V5, during the 12-month storage period and had no negative effect on the bond strength in the 24-hour evaluation. The self-adhesive cement U 200 showed bond strength significantly lower than the other resin cements, within 24 hours. In 12 months of storage, cement U 200 did not differ statistically from Relay X ARC and U200 + SBU, regardless of pulpal pressure. The storage time negatively influenced the bond strength of RelyX ARC and U 200 + SBU cements and did not affect Panavia V5 and U200 cement. In the general assessment of the groups, the prevalent fracture patterns were cohesive in cement, cohesive between cement-dentin and cohesive between cement and adhesive. The morphology of the union formed by the resin cement - dentin showed deposition of silver grains with different intensities that varied with the application of pulpal pressure and storage in water. Panavia V5 cement presented the best mechanical performance and the morphology of the cement - dentin union showed less electrodense zones due to the silver infiltration. Pulpal pressure influenced the strength of the cement-dentin joint, but was dependent on the material.

Keywords: Resin Cements; Tensile strength; Dental infiltration.

Sumário

1. Introdução	11
2. Revisão da Literatura	14
3. Proposição	29
4. Material e métodos	30
5. Resultados	43
6. Discussão.....	57
7. Conclusão.....	62
Referências.....	63
Anexos.....	74
Anexo 1- Comitê de ética em Pesquisa.....	74
Anexo 2 – Relatório estatístico	76
Anexo 3- Verificação de originalidade e prevenção de plágio.....	98

1.Introdução

O advento da “odontologia adesiva” criou novas perspectivas nos procedimentos restauradores estéticos. A indústria odontológica seguiu a tendência de desenvolver e disponibilizar materiais adesivos versáteis e tecnicamente simples na utilização. Com isso, os procedimentos restauradores diretos e indiretos tornaram-se clinicamente menos complexos, mantendo as características para efetivar a união adesiva aos tecidos dentais e materiais restauradores.

Nessa tendência, diversos adesivos dentais incluíram a molécula do 10-ácido fosfórico metacriloiloxidecametileno (MDP) e o adequaram às concentrações dos demais monômeros em sua composição para assim serem denominados “adesivos universais”, devido a sua múltipla utilidade nos procedimentos adesivos em diferentes substratos. Da mesma forma, nas resinas compostas foram feitas modificações para que fossem aplicadas como agentes de cimentação de próteses, seja na forma de um cimento resinoso convencional que contém apenas monômeros à base de metacrilato ou cimentos denominados autoadesivos contendo também monômeros com grupos funcionais fosfatado (FERRACANE, 2011; FERRACANE; STANSBURY; BURKE, 2011a; ILIE; HICKEL, 2011). Nos dois casos a forma de ativação dupla (*dual*) tem sido a opção dos clínicos, em função da possibilidade de autopolimerização do cimento sob restaurações indiretas, principalmente quando a passagem da luz proveniente da unidade fotoativadora é atenuada (BRAGA et al., 2002).

No entanto, o sucesso clínico das restaurações indiretas depende da efetividade, estabilidade e longevidade promovida pela interação química/mecânica entre o tecido dental - adesivo – cimento resinoso - material restaurador. Os procedimentos adesivos nos tecidos dentais, durante a cimentação de uma peça protética, seguem duas estratégias de adesão usadas para restaurações diretas como: Técnica úmida (*etch-and-rinse*) e técnica autocondicionante (*self-etch*) e uma já utilizada na técnica indireta conhecida como autoadesiva (*self-adhesive cement*) (MASARWA et al., 2016; PEGORARO et al., 2007; SASKALAUSKAITE et al., 2008; YAMAUCHI et al., 2019).

A principal diferença entre essas técnicas de adesão está no uso do ácido fosfórico como condicionador do esmalte e dentina durante o procedimento usando a técnica úmida

(LIU et al., 2011; MARCHESI et al., 2014). No caso da técnica autocondicionante, o próprio adesivo contendo o monômero MDP produz leve desmineralização da dentina com subsequente difusão do adesivo e ligação química do grupo fosfato com o cálcio da estrutura dental (NAKAYAMA; OKAZAKI; SHINTANI, 2015; VAN LANDUYT; YOSHIDA; AL., 2008; VAN MEERBEEK et al., 2011a). Nas duas técnicas, o uso de um agente de cimentação resinoso convencional complementa o processo de cimentação da prótese. No entanto, para simplificar o procedimento de cimentação protética e o próprio material se unir a dentina, foram desenvolvidos os cimentos autoadesivos pela combinação da tecnologia dos adesivos autocondicionantes e resina composta. O resultado foi um cimento com características autoadesivas devido aos monômeros à base de metacrilato contendo radicais derivados do ácido carboxílico, fosfórico ou seus ésteres que não necessita tratamento prévio para ser aplicado sobre a dentina (CARVALHO et al., 2004a; PEGORARO et al., 2007; TAY et al., 2001; VAZ et al., 2012).

Alguns estudos relataram que a interação dos cimentos autoadesivos à dentina é mais suave quando comparados com os adesivos autocondicionantes, devido a sua capacidade de molhamento menor que a apresentada pelos adesivos autocondicionantes (DEMUNCK et al., 2004; FERRACANE et al., 2011b; GERTH et al., 2006; MANSO et al., 2017; RADOVIC et al., 2008). Mesmo assim, o uso de adesivo autocondicionante na superfície da dentina, previamente ao uso do cimento autoadesivo não promoveu aumento significativo na resistência de união quando comparado com o próprio cimento autoadesivo (PISANI-PROENÇA et al., 2011). Entretanto, quando o cimento autoadesivo foi comparado com o uso da técnica úmida, os valores de resistência de união foram significativamente inferiores (ARRAIS e RUEGGEBERG, 2009; DE MUNCK et al., 2004; VAZ et al., 2012).

Para ajustar a situação do estudo *in vitro* e reproduzir melhor a condição clínica em que a região de união tecido dental-adesivo é submetida, tensões mecânicas e ciclagem térmicas foram empregadas como formas de avaliar o processo de degradação hidrolítica e durabilidade da união (HITZ et al., 2012). Nesse sentido, ao comparar a técnica úmida com a técnica autoadesiva, os valores de resistência de união não foram dependentes das técnicas e dos materiais, mesmo após dois anos de armazenamento e submissão à ciclagem térmica (AGUIAR et al., 2014; HITZ et al., 2012). Além disso, é de conhecimento geral que o movimento do fluido pulpar na região de união dentina – adesivo – cimento resinoso induz a degradação do polímero e a formação de gotículas de água que comprometem a

resistência de união (FERRACANE, 2006; GÖPFERICH, 1996; SANTERRE et al., 2001). Assim, para complementação desses diferentes resultados tem sido indicado a pressão pulpar, por meio de uma coluna de 20cm de água, para simular a perfusão do fluido dentinário (BACCHI et al., 2015a; BAKRY et al., 2009; HOSAKA et al., 2007b; SAURO et al., 2007).

Dessa forma, usando a pressão pulpar simulada, foi avaliado o procedimento de cimentação usando a técnica úmida, técnica autocondicionante e autoadesiva. O resultado mostrou que nas superfícies dentinárias onde foram usados o adesivo (técnica úmida) e o *primer* autocondicionante, a pressão pulpar simulada influenciou na permeabilidade e na resistência de união. No entanto, não produziu efeito no cimento autoadesivo, na avaliação feita no período de 24h de armazenamento, apesar do valor ter sido inferior estatisticamente em relação às das duas outras técnicas de cimentação (HIRAISHI et al., 2009). Entretanto, dois estudos (BACCHI et al., 2015b, 2015a) mostraram que não foi apenas o cimento autoadesivo que não foi afetado pela pressão pulpar simulada, mas que o cimento autocondicionante associado ao cimento convencional também não se alterou, embora a avaliação tenha sido feita após tensão mecânica e dentro de uma semana e três meses. Por outro lado, o estudo de (DE ALEXANDRE et al., 2014) relatou que a aplicação da pressão pulpar simulada influenciou o desempenho mecânico do cimento usado na técnica úmida e técnica autocondicionante, mas que também não gerou efeito na união do cimento autoadesivo, quando avaliado no período de 1 ano após armazenamento em água.

Frequentemente nos estudos são empregadas diferentes formas de envelhecimento ou simulação da pressão pulpar que são conduzidos separadamente e a avaliação da resistência de união realizada em curto espaço de tempo, como 24 horas, três meses e apenas um estudo considerou o período de um ano para determinados cimentos resinosos (HILL, 2007; NAKAJIMA et al., 2006; SANTANA et al., 2016; DE ALEXANDRE et al., 2014). Assim, como perante a fisiologia dental o fluido pulpar extravasa pela abertura dos túbulos dentinários (ABU NAWAREG et al., 2015; PASHLEY et al., 2011) e diante das controvérsias científicas e escassez de informações em relação ao tipo de cimento e sua forma de união à dentina, verificamos a necessidade de avaliar o comportamento de diferentes cimentos resinosos associados às respectivas técnicas de união e adicionar o adesivo universal combinado ao cimento autoadesivo aplicado sobre a dentina, em longo prazo.

2. Revisão da Literatura

2.1. Dentina

O dente humano apresenta três tecidos mineralizados esmalte, dentina e cimento sendo que a dentina constitui a maior parcela desta constituição. A porção coronária é coberta por esmalte e na região radicular coberta por cimento. Durante a odontogênese, a dentina se desenvolve anteriormente aos outros tecidos, sendo responsável pela forma dos dentes delimitando as características da coroa inclusive das cúspides e número de raízes (GOLDBERG et al., 2011). A dentina protege o tecido pulpar dos estímulos microbianos e agentes nocivos.

O dente em sua região central contém a polpa dental, que geralmente não é mineralizada. Esse tecido conjuntivo frouxo também contém inervações e uma rede vascular conectada aos tecidos circundantes, ao ligamento periodontal e à cavidade óssea. A dentina é formada por células altamente especializadas, células diferenciadas como os odontoblastos que são quase exclusivamente responsáveis pela constituição da dentina fisiologicamente e anatomicamente, tornado a dentina é uma estrutura complexa. (TJÄDERHANE et al., 2009).

A sua composição geral é cerca de 70% em peso de componentes inorgânicos, 20% de matriz orgânica e 10% em água. Com base no peso, a dentina é menos mineralizada que o esmalte (96% em peso), no entanto a dentina é mais mineralizada que ossos ou cimento (cerca de 65% em peso) (GOLDBERG et al., 2011; GUTIÉRREZ-SALAZAR; REYES-GASGA, 2003; GWINNETT, 1992).

A matriz orgânica presente na dentina é formada por uma rede fibrilas colágenas imersas em substância amorfa que são secretadas pelos odontoblastos, células que estão na periferia da polpa dental, junto à dentina. Estas células depositam a matriz orgânica apenas sobre a superfície dentinária. Cada célula possui ramificações apicais que penetram em toda a dentina (BUTLER, 1992).

Aproximadamente 90% de toda a dentina é constituída de colágeno do tipo I enquanto que o restante da parte orgânica é composta por lipídeos e proteínas não-colagenosas. A estrutura tubular e a matriz orgânica, proporcionam à dentina a capacidade de absorção de tensões e deformações, diferentemente do esmalte que apresenta

característica de friabilidade com o alto módulo de elasticidade e resistência à tração que são característicos pela sua composição. A dentina age na dissipação de forças durante ação fisiológica da mastigação. A sua resiliência confere de forma natural a proteção ao esmalte friável uma forma de resistir aos esforços mastigatórios (TEN CATE, 1994).

Os túbulos ramificam-se intensamente próximo da junção entre dentina e esmalte. Os prolongamentos odontoblásticos possuem um diâmetro de 3-4 μ m próximo do corpo celular, tornando-se cada vez mais delgados em sua porção distal próxima do esmalte ou cimento (GOLDBERG et al., 2011). A alta concentração de túbulos próximo a polpa favorece a permeabilidade da água nas diversas regiões da dentina. Essa relativa umidade é a responsável em parte, pela dificuldade de adesão a esse substrato. A água presente compete com os monômeros resinosos que seriam aderidos às superfícies das fibrilas colágenas. A quantidade de água presente pode ser disfarçada pela obliteração dos túbulos dentinários com lama dentinária. Foi calculado que a presença de esfregaços e a camada de esfregação ocupam 78,5% da área que normalmente seria ocupada pela água (PASHLEY, 1984). Isso significa que essas estruturas diminuem o teor de água dessas superfícies em 78,5%. A presença de detritos de trituração nos orifícios dos túbulos e na superfície da dentina também diminui a permeabilidade da dentina (MICHELICH et al., 1978; PASHLEY et al. 1978).

A estrutura tubular da dentina fornece através dos canais a permeação de solutos e solventes pela dentina. O número de túbulos dentinários por mm² varia de 15.000 na dentina a 65.000 próximo à polpa. Como a densidade e o diâmetro dos túbulos aumentam com a profundidade da dentina a partir do junção dentina esmalte, a permeabilidade da dentina é mais baixa na junção dentina esmalte e mais alta próxima a polpa (DOURDA; MOULE; YOUNG, 1994; GARBEROGLIO; BRÄNNSTRÖM, 1976; PASHLEY D.H, 1996)

2.2.1 Pressão Pulpar

Estudos *in vitro* sugerem que a presença de fluido dentro dos túbulos dentinários com ou sem pressão hidrostática podem reduzir a resistência da união em relação aos testes realizados sem a presença dessa pressão pulpar. Esses estudos concluíram que a

pressão pulpar pode desempenhar um papel importante na redução da adesão de sistemas adesivos que requerem remoção da camada de esfregaço (PRATI; PASHLEY; MONTANARI, 1991). *In vivo*, a dentina pode ser mais úmida do que é usada em testes laboratoriais *in vitro*, e normalmente contém um fluido extracelular rico em proteínas plasmáticas. O fluido dentinário em um dente vital está sob uma pressão hidrostática positiva que foi relatada entre 7 cm H₂O (TONDER; KVINNSLAND, 1983) a 40 cm H₂O (BROWN e BEVERIDGE, 1966; PRATI et al., 1991). A condutância da pressão hidrostática da dentina aumenta quando exposta, o que permite que mais fluido flua através dos túbulos, mantendo-a mais úmida. Portanto, a dentina superficial sob pressão pulpar deve estar menos úmida do que a dentina profunda sob a mesma pressão pulpar. (FOGEL et al., 1988; REEDER et al., 1978)

A fratura quando ocorre na região da dentina os canalículos ficam abertos, enquanto que na realização do preparo cavitário há formação da *smear layer*, que cobre a superfície da dentina submetida ao desgaste, e que diminui a permeabilidade da dentina. Além do que após o preparo cavitário realizado ocorre a deposição de fibrinogênio nos canalículos, diminuindo a permeabilidade da dentina em 10% por hora. Quando a cavidade é seca com ar, seca-se o fluido dentinário, a polpa rapidamente responde e forma mais fluido, inundando a região (PASHLEY, 1985).

2.2.2 Simulação da Pressão Pulpar

A resistência de união da maioria dos adesivos unidos à dentina diminui à medida que ocorre a adesão mais próxima da câmara pulpar. A permeabilidade da dentina é uma variável importante que pode influenciar o desempenho da união (PRATI et al., 1991) .

Com base na literatura, a simulação da pressão pulpar é uma das formas mais próximas de simular essa condição em um ambiente laboratorial. Existem atualmente duas principais formas de simular a pressão pulpar. A primeira forma mais clássica, se utiliza de amostras fixadas em placas de acrílico com cola de cianoacrilato. Um tubo de aço de calibre de 18 *gauges* é inserido através da placa e conectado a uma coluna d'água. Esse tubo é inserido na câmara pulpar para produzir a simulação da pressão pulpar (FEITOSA et al., 2012a; HOSAKA et al., 2007a). Coloca-se 20 cm de água na coluna para simular a pressão pulpar encontrada no interior da câmara pulpar (HIRAISHI et al., 2009; SARTORI et al., 2016; SAURO et al., 2008). No estudo de Hosaka et al. 2007a foi

avaliada a durabilidade de sistemas adesivos autocondicionantes aderidos à dentina com e sem pressão pulpar hidrostática simulada. As amostras coladas sob uma pressão pulpar simulada não apresentaram alterações significativas após 24 h em comparação com seus controles sem pressão, mas as reduções da resistência de união tornaram-se estatisticamente significativas após 1 e 3 meses. Em um outro estudo que avaliava os efeitos da umidade intrínseca na formação de interfaces de união à dentina de quatro sistemas de cimento resinoso ligados à dentina sob diferentes pressões pulpares, mostrou como resultados que a presença da pressão pulpar simulada afeta negativamente a resistência de união resina-dentina. Os maiores valores para o teste de microtração foram obtidos quando os procedimentos de união foram realizados sem pressão pulpar simulada. Quando comparadas com os grupos controle (sem pressão pulpar), a presença de 5 cm de pressão pulpar simulada não afeta significativamente os valores de resistência de união. No entanto, 20 cm de pressão pulpar simulada diminuiu significativamente a resistência de união de todos os grupos avaliados (SARTORI et al., 2016).

A segunda forma para a simulação da pressão pulpar é feita de forma simplificada pois utiliza um pote de vidro com cerca de 25cm de altura e pode se inserir múltiplas amostras em seu interior. Os dentes preparados são fixados na tampa do pote com câmara pulpar exposta, o pote de vidro ao ser preenchido com água e virado com tampa para baixo, cria uma pressão controlada através de da altura da coluna d'água.(FEITOSA et al., 2012b, 2012a).

Em um estudo que avaliou a resistência de união de amostras de dentina aderidas com adesivos de dois passos e adesivos autocondicionantes submetidos a estratégias de degradação à curto prazo, com a pressão pulpar simulada e desafios de ciclagem térmica ou mecânica, utilizando a técnica de simulação pulpar tradicional e o método experimental do pote de vidro. Obtiveram como resultado que ambos os métodos de simulação de pressão pulpar produziu degradação hidrolítica e apresentou características semelhantes comparando os dois métodos sendo o método do receptáculo uma alternativa para simulação da pressão pulpar *in vitro* tradicional (FEITOSA et al., 2014).

2.3. Estratégias de união

A formação de uma união estável entre diferentes materiais odontológicos à dentina só foi permitida com a utilização dos sistemas adesivos (NAKABAYASHI et al., 1982). Mudando os conceitos e técnicas

restauradoras, e desenvolvendo uma odontologia minimamente invasiva (TYAS et al., 2000), as diferentes estratégias para se alcançar esta união trouxe a necessidade além da estabilidade de união a busca por simplificação de técnica. Inicialmente, para se utilizar um sistema de união havia a complexidade dos múltiplos passos operatórios. Com o decorrer dos anos e desenvolvimento de monômeros funcionais, a simplificação da técnica foi permitida.

2.3.1. Técnica do condicionamento ácido

Introduzida por Buonocore a adesão em esmalte foi considerada confiável realizando um condicionamento do esmalte com ácido fosfórico a 85% por 30 segundos e caracterizada por uma forte união entre o esmalte e discos de resina acrílica (BUONOCORE, 1955). O condicionamento ácido cria uma descalcificação seletiva, formando poros. Esses poros na superfície do esmalte aumentam a capacidade de umedecimento da superfície, permitindo assim, contato íntimo melhorando a adesão por um mecanismo de penetração de monômeros adesivos nos prismas de esmalte condicionados com ácido (GWINNETT; MATSUI, 1967). Atualmente a técnica utiliza o ácido fosfórico de 30-40% por 30 segundos nas abordagens condicionamento total ou condicionamento seletivo.

2.3.2. Adesão à Dentina

Com a finalidade de obter o mesmo sucesso que o condicionamento ácido do esmalte, a técnica foi realizada na dentina em 1956 (BUONOCORE; WILEMAN; BRUDEVOLD, 1956) sem contudo obter o sucesso esperado devido à baixa capacidade de molhamento das resinas da época, que eram extremamente hidrófobas e não penetraram na dentina tubular.

Com o avanço das pesquisas, as diferenças morfológicas e de composição orgânica que são fundamentais no processo de adesão aos tecidos foram melhor compreendidas. Demonstrando que algumas soluções ácidas, especialmente as fosfóricas, promoviam uma limpeza completa da superfície dentinária. A técnica do condicionamento ácido total realizada em 1979 por Fusayama (FUSAYAMA et al., 1979) condicionou esmalte e dentina para uma posterior aplicação do adesivo, isso predispôs uma infiltração de monômeros resinosos por entre as fibrilas colágenas e da região desmineralizada da dentina sendo definida em 1982 por Nakabayashi como camada híbrida (NAKABAYASHI; KOJIMA; MASUHARA, 1982).

Um fator importante na adesão dentinária é lama dentinária quem tem participação fundamental no mecanismo de união à dentina, devendo ser modificada ou totalmente removida. A superfície dental quando sofre um corte ou desgaste com os diversos instrumentais, forma detritos sobre a superfície dentinária essas partículas de detritos de diversos tamanhos são conhecidas como lama dentinária ou '*smear layer*'. A importância dessa camada aderida à dentina aumenta quando compreendemos que ela pode conter microorganismos, que promovem a recidiva de cárie ou até mesmo a inflamação pulpar. Sendo composta principalmente de pequenas partículas de matriz colágena mineralizada, bem como partículas dentinárias inorgânicas, saliva, sangue e numerosos microorganismos (ZHENG; WANG; QING YU, 2019).

Nessa condição, a camada de resíduos criada durante o ato operatório promove uma obstrução dos canalículos, sendo assim os monômeros resinosos que são aplicados sobre a '*smear layer*' são bloqueados e não conseguem penetrar em regiões profundas da dentina resultando em *tags* resinosos curtos e não aderidos fortemente ocasionando baixos valores de resistência a união (EL-DEEB HA MOBARAK EH, 2013; HIRATA et al., 1991).

2. 4 Cimentos odontológicos

O cimento é uma matéria na forma de pó, que forma com a água ou com uma solução salina, uma pasta plástica ligante capaz de aglomerar, endurecendo, substâncias variadas. A finalidade do cimento é a cimentação definida como o uso de uma substância modelável que tem como objetivo selar ou cimentar duas partes, mantendo-as juntas(VAN NOORT; MICHELE, 2013).

A fixação adequada de restaurações protéticas indiretas nos preparos cavitários bucais, faz-se necessário a utilização de um agente cimentante, responsável pelo selamento entre a superfície externa do substrato dental e a superfície interna da peça protética promovendo a retenção e diminuindo a passagem de fluidos orais evitando assim a proliferação de bactérias na região cimentada (CARVALHO et al., 2004a; PEGORARO; DA SILVA; CARVALHO, 2007).

O cimento de fosfato de zinco é um exemplo clássico desse tipo de cimento. É um dos mais utilizados cimentos odontológicos até hoje, devido ao seu baixo custo, bom escoamento e técnica de manipulação a qual o cirurgião dentista se adaptou. O cimento de fosfato de zinco atua por meio do imbricamento mecânico sem uma real adesão a estrutura dental. É um material extremamente dependente da geometria do preparo cavitário e podendo ser considerado um irritante dos tecidos pulparem pelo seu pH de 1,6 extremamente baixo. Depois de mais de 100 anos de uso clínico, o cimento de fosfato de zinco ainda é um dos preferidos entre os cirurgiões dentistas. No entanto, sua baixa qualidade estética e alta capacidade de se solubilizar na presença de fluidos bucais fez com que ocorresse o desenvolvimento de outros cimentos para suprir as carências desse cimento (PAMEIJER, 2017).

Os cimentos de ionômero de vidro e suas modificações foram uma opção para falta de adesão química do fosfato de zinco que não possuía. A reação de quelação dos grupamentos carboxílicos com o cálcio presente no dente promove uma união química, além disso a possibilidade de liberação de flúor mesmo que nos primeiros dias, deram destaque a esse material para o procedimento de cimentação (MOUSAVINASAB; MEYERS, 2009). Da mesma forma que outros cimentos a sorção de água é o ponto deletério no procedimento de adesão entre os substratos, além disso os cimentos de ionômero de vidro possuem baixa resistência à fratura, sendo assim a atuação das forças mastigatórias seriam extremamente desafiadoras para a manutenção dessas próteses cimentadas com esse tipo de cimento. E finalmente quando estes materiais são envelhecidos em ambiente com água aumentam as microinfiltrações (EBAYA; ALI; MAHMOUD, 2019).

Em um estudo onde o efeito do armazenamento de água na resistência à flexão e na resistência à compressão de 12 cimentos de diferentes classes de materiais foram avaliadas. Além disso, a influência do método de cura nas propriedades mecânicas foi investigada. Os materiais examinados foram dois cimentos de fosfato de zinco (cimento Harvard e cimento de zinco de Fleck), dois cimentos de ionômero de vidro (Fuji I e Ketac-Cem), três cimentos de ionômero de vidro modificados por resina (Fuji Plus, Fuji Cem e RelyX Luting), quatro cimentos resinosos (RelyX ARC, Panavia F, Variolink II e Compolute) e um cimento resinoso universal auto-adesivo (RelyX Unicem).

As amostras condicionadas para os testes de flexão e compressão foram levadas a uma máquina de ensaio universal para fraturar a uma velocidade constante de 1 mm / minuto até a fratura. As propriedades mecânicas foram medidas após o armazenamento dos materiais em água destilada, a uma temperatura de $37,0 \pm 1,0$ °C por 24 horas e 150 dias após a mistura. Os cimentos resinosos apresentaram as maiores resistências à flexão e à compressão, seguidos pelo cimento resinoso autoadesivo. Esses materiais foram estatisticamente mais resistentes que os cimentos de ionômero de vidro modificado por resina, cimentos de ionômero de vidro e cimentos de fosfato de zinco, seguido pelo cimento de resinoso autoadesivo. (PIWOWARCZYK et al. 2003).

Com o decorrer do desenvolvimento científico, os cimentos resinosos foram incorporados à prática clínica pelas suas diversas características físicas e mecânicas que serão exploradas nos próximos tópicos.

2.4.1 Cimentos resinosos

Os cimentos resinosos são compostos resinosos semelhantes as resinas compostas utilizadas como materiais restauradores. Suas bases são sistemas de monômeros como Bis-GMA (bisfenol A-metacrilato de glicidila) ou UEDMA (uretano dimetacrilato) combinados a outros monômeros de menor peso molecular como o TEGDMA (trietileno glicol dimetacrilato). A sua insolubilidade nos fluidos bucais e sua união ao esmalte e dentina o tornou o material de escolha para os procedimentos envolvendo cerâmicas e resinas indiretas (NAKABAYASHI; PASHLEY., 2000).

A redução do conteúdo inorgânico para alteração do comportamento reológico é o que difere esses materiais dos compostos para restauração, sendo assim adquirem propriedades de escoamentos melhores do que as resinas compostas para a finalidade da cimentação. Além disso, a alteração na sua composição orgânica com a presença de monômeros hidrófilos HEMA (hidroxiethyl metacrilato) e 4-META (metacriloxietil trimelitano anidro) favorecem o aumento do escoamento (FERRACANE; STANSBURY; BURKE, 2011a).

Os cimentos resinosos são classificados em três grupos, de acordo com a reação de polimerização:

- Quimicamente ativados (ou autopolimerizáveis);
- Fisicamente ativados (ou fotoativados) ;
- Dupla polimerização (ou *dual*) (BRAGA; FERRACANE; CONDON, 2002).

De acordo com o condicionamento do substrato dentário, o cimento resinoso pode ser classificado em outras três categorias:

- Cimento resinoso convencional (*etch and rinse*);
- Cimentos autocondicionantes;
- Cimento resinoso conhecido como sistema autoadesivo (CARVALHO et al., 2004a).

2.4.2 Cimentos resinosos quimicamente ativados

A reação é do tipo redox, consiste em um peróxido e uma amina terciária aromática onde um átomo é perdido (oxidação) e outro ganha um elétron (redução). Como o sistema é apresentado na forma de pasta - pasta a inserção na peça deve ser a mais rápida possível pois a reação tem tempo de trabalho reduzido, influenciando assim na adaptação marginal dessa peça (SANARES et al., 2001).

2.4.3 Cimentos resinosos fotoativados.

A polimerização ativada pela luz gera radicais livres, desde a ativação de um fotoiniciador, geralmente uma α -dicetona, até seu estado excitado de tripleto. Isto é seguido pela redução do fotoiniciador ativado por um acelerador de amina para formar um complexo excitado intermediário (exciplex), que libera os radicais livres na dissociação (SANARES et al., 2001).

A ativação pela sensibilização pela luz possibilitou o controle do tempo de trabalho na manipulação dos cimentos resinosos, facilitando o procedimento. Tal controle favorece na inserção na peça e posterior remoção do cimento. No entanto, a passagem de

luz por regiões mais espessas é dificultada pela falta de translucidez da peça protética, com isso pode ocorrer regiões de subpolimerização

2.4.4 Cimentos resinosos de dupla ativação

A interação entre processos de ativação favoreceu o surgimento de cimentos conhecidos como duais, os quais interagem ativação química e fotoativação em um mesmo cimento. Comercialmente encontrados na forma de duas pastas onde uma contém o peróxido de benzoíla e a outra, a amina terciária, que juntamente com os fotoiniciadores, presentes na composição do cimento resinoso, ao se misturar e sofrer exposição à luz, iniciam a reação de polimerização entre amina e a canforoquinona. A ativação química é iniciada no momento da manipulação o qual a amina e o peróxido de benzoíla interagem sem a necessidade da presença da luz.

O cimentos duais, ativados quimicamente e fisicamente pela luz , atingem alto grau de conversão pela complementação das ativações, a utilização da dupla ativação favorece o aumento do grau de conversão atingindo assim a dureza suficiente para a situações clínicas utilizadas (KRÄMER et al., 2000).

2.4.5 Cimentos resinosos autoadesivos.

Os cimentos resinosos autoadesivos, simplificaram a técnica e combiram com a fácil aplicação, em comparação aos demais cimentos. De acordo com processo de desmineralização do substrato é possível classificar o modo de cimentação, sendo caracterizados como convencionais aqueles que utilizam o processo de desmineralização por condicionamento prévio com ácido fosfórico ou autoadesivos que apresentam monômeros funcionais ácidos que realizam este processo sem a utilização do ácido fosfórico(MANSO; CARVALHO, 2017).A aplicação do adesivo sobre o substrato dentinário desmineralizado não é capaz de permear por completo entre as fibrilas colágenas, que acabam ficando expostas e conseqüentemente sofrem com o processo de degradação e expõem os adesivos e cimentos a um processo hidrolítico, o qual acomete a longevidade da restauração (AGEE et al., 2015; ARMSTRONG et al., 2017; PASHLEY et al., 2004, 2011; VAN MEERBEEK et al., 2011b). Por outro lado, a desmineralização parcial da dentina pelos sistemas autocondicionantes , deixam os cristais de hidroxiapatita ao redor das fibrilas colágenas que interagem quimicamente e acabam sendo protegidas

(VAN MEERBEEK et al., 2011a; YOSHIDA et al., 2000). Esse tipo de cimento compreende um material autocondicionante, que durante o procedimento de cimentação em sua manipulação adquire características ácidas, devidos ao monômero funcional ácido 10-MDP, desencadeando o condicionamento da superfície, desmineralizando-a e promovendo as penetrações dos monômeros subsequentemente. Sua acidez é neutralizada através do contato com a hidroxiapatita do dente, com isso ocorre uma desmineralização mais suave quando comparado com os cimentos convencionais que utilizam o condicionamento ácido prévio. Portanto, alega-se que este cimento deve aderir adesivamente dentina sem qualquer pré-tratamento (HITZ et al., 2012; RADOVIC et al., 2008). Em estudos laboratoriais com a finalidade de comprovar se os cimentos resinosos autoadesivos poderiam substituir os convencionais, os autores testaram seis cimentos resinosos autoadesivos e um cimento convencional por 24h e submetidos a ciclagem térmica de 24.000 ciclos de 5/55 ° C. Os resultados obtidos mostraram que todos os cimentos resinosos autoadesivos testados exibiram resistência ao cisalhamento semelhante ao cimento convencional unidos a uma cerâmica vitrocerâmica, já para o substrato de dentina, apenas alguns cimentos resultaram em valores semelhantes dentre eles L-Cem, Rely X Unicem e Rely X Unicem 2 enquanto outros resultaram em dados significativamente mais baixos como Clearfil AS, SmartCem2 e SpeedCEM em comparação ao grupo controle o Panavia 21. Como conclusão, nem todos os cimentos de resinosos autoadesivos podem ser uma alternativa válida aos cimentos de resina convencionais, a fim de ligar-se a cerâmica vítrea à base de sílica e à dentina humana (HITZ et al., 2012).

2.5 Teste de resistência de união por microtração

Em 1994, o estudo de Sano *et al.* tinha por objetivo estudar a relação entre área (A^2) e a resistência de união, por tração dos materiais adesivos e a primeira forma de amostra usada para o teste foi a ampulheta. que duplicou as amostra e foi confeccionada por Akimoto (AKIMOTO; KADOMA; IMAI, 1990; SANO et al., 2020). Este estudo concentrou me medir a resistência à tração de um material plano em uma dentina mineralizada e desmineralizada, sendo assim o teste de microtração avaliava amostras de formatos semelhantes em uma porção estreita com objetivo de aumentar a concentração na região para introduzir a ruptura.

O estudo de Sano *et al* revelou que a resistência de união por tração é dependente da A^2 da superfície unida e a possibilidade de se obter maior número de amostras para um único dente estava associada a pequenas A^2 que possuíam alta resistência de união por tração, enquanto que A^2 com superfícies maiores foram associadas com baixas resistências de união por tração que mostravam falhas coesivas de dentro da dentina com menos de 5 MPa (PERINKA; SANO; HOSODA, 1992; SANO et al., 2020).

Com o desenvolvimento das técnicas para o preparo de amostras foram realizadas modificações do formato de ampulheta para a secção transversal retangular. O pré entalhe do formato de ampulheta poderia criar tensões na região e propagação de fissuras na A^2 avaliada essa modificação foi realizada para explicar grandes variações nos valores encontrados. Conhecido popularmente no meio laboratorial como palitos esse bastões de seção transversal de 1mm x 1mm foram incorporados ao teste de microtração rapidamente pela facilidade na rotina de preparo de amostras e por evitar a formações de tensões que a técnica de pré-entalhe causava (ARMSTRONG et al., 2017).

Após a microtração se estabelecer na literatura, inúmeros trabalhos foram publicados com inúmeras variações de técnicas avaliando a influência dos adesivos em profundidades de dentina. Em um estudo usando a simulação da pressão pulpar, os efeitos da pressão pulpar em 15cm de coluna d'água demonstrou a diminuição significativa da qualidade das interfaces resina-dentina produzidas pelos cimentos de resina de várias etapas e não afetou os materiais autoadesivos testados (SANTANA et al., 2016).

2.6 Nanoinfiltração

A união dente – material restaurador é submetida a constantes desafios no interior da cavidade bucal, oriundos de variações de temperatura, ataque ácidos provenientes de fatores extrínsecos e intrínsecos, secreções bacterianas e enzimáticas, além de tensões dos esforços mastigatórios. Tais adversidades criam um ambiente desfavorável para a manutenção do material restaurador no ambiente bucal. A princípio, as consequências mais nítidas da imposição destes desafios seriam a descoloração marginal, relatos clínicos de sensibilidade pós-operatória, cáries recorrentes e patologias do complexo dentino pulpar (DE MUNCK et al., 2005). Tais processos só são possíveis devido à microinfiltração, que é definida como a transcurso de produtos bacterianos, fluidos

bucais, moléculas ou íons das paredes cavitárias e dos materiais restauradores (KIDD, 1976).

A longevidade da restauração está intimamente ligada à integridade marginal, assim como o selamento marginal é fator determinante na escolha do material restaurador. Em diversos estudos, a presença de nanoporosidades no interior da camada a híbrida foram avaliadas (BEATTY et al., 1993; SIDERIDOU; TSERKI; PAPANASTASIOU, 2003), no entanto a identificação de porosidades no interior da camada híbrida em restaurações livres de fendas marginais foi denominada de nanoinfiltração (SANO et al., 1994a). Esse tipo de absorção causada pela infiltração de fluidos através dos túbulos dentinários podem provocar a hidrólise do colágeno e consequente queda na resistência de união entre o material restaurador e o dente (HASHIMOTO et al., 2000; TAY et al., 2003).

A comprovação da nanoinfiltração ocorrida na interface dente/ compósito restaurador era necessária, para isto a utilização de técnicas com soluções traçadoras foi desenvolvida para a avaliação dessa região que é crucial na longevidade da restauração. A solução com nitrato de prata convencional a 50% foi a substância encontrada para este fim, uma vez que esta solução penetrava nos nanoespaços. A utilização de nitrato de prata a 50% por 24h em ambiente escuro e um subsequente processo de imersão das amostras em solução reveladora por 8h sob luz fluorescente reduz os íons de prata, possibilita a visualização desses cristais no interior dos nanoespaços. Em estudos com a utilização desta técnica os autores comprovaram que a dentina desmineralizada e não preenchida por material resinoso durante o procedimento restaurador propiciou a presença de nanoporosidades na base da camada híbrida. Além disso, a entrada de produtos bacterianos, ácidos e enzimas resulta em um ataque exacerbado das fibrilas colágenas dentro da camada híbrida e do sistema adesivo presente na região (HASHIMOTO et al., 2003a, 2003b). Em outros estudos a decorrência da nanoinfiltração advém da incompleta infiltração dos monômeros não polimerizados (SANO et al., 1995). Além disso, a dentina desmineralizada aumenta o vazamento tridimensional através dos canais nanométricos na camada híbrida (HOSAKA et al., 2007a), demonstrando a movimentação da água no interior da camada adesiva (CHERSONI et al., 2004). Quando a ligação era realizada sob pressão hidrostática, a quantidade de movimento da água na interface resina-dentina aumentava após a polimerização em comparação com a ausência de pressão. A aplicação da pressão pulpar hidrostática por 1 e 3 meses reduziu significativamente a resistência de

união em comparação com o grupo sem pressão pulpar hidrostática, embora não houvesse diferença significativa na resistência de união (HASHIMOTO et al., 2004; HOSAKA et al., 2007a).

A partir do fato de que a interação com o substrato dental passava por mudanças com introdução de materiais autocondicionantes no mercado odontológico, e estes materiais possuem características mais hidrofílicas, os pesquisadores começaram os estudos com estes materiais, e constataram um fenômeno denominado como *water trees*, (TAY; PASHLEY, 2003a) formadas pela evaporação da água enquanto que o fluxo de água convectivo contribuiu adicionalmente para a formação de gotículas de água dos túbulos dentinários.

Embora o fenômeno possa ser identificado em toda a camada adesiva, elas foram predominantemente vistas sobre a superfície da camada híbrida. Essas *water trees* também eram contínuas com depósitos de prata que ocupavam os espaços interfibrilares das camadas híbridas. (TAY et al., 2000)

Teoricamente, o fluido pulpar emana dos túbulos dentinários, isto é, fluxo convectivo e contínuo (PASHLEY; MICHELICH; KEHL, 1981) deve ser mínimo quando adesivos autocondicionantes são aplicados sobre a dentina coberta por uma camada de *smear layer*. No entanto, o fluxo de água evaporativo ainda pode ocorrer através dos *smear plugs*, à medida que os solventes adesivos são removidos com jatos de ar (GOODIS; TAO; PASHLEY, 1990; MATTHEWS; SHOWMAN; PASHLEY, 1993). Ao eliminar os fluxos de água convectivos e evaporativos dos substratos de dentina, (LEE et al., 2003) qualquer retenção de água no adesivo deve ser atribuída à retenção de água derivada da água presente nos adesivos autocondicionantes.

Embora a secagem pelo ar seja obrigatória para a remoção de solventes adesivos, ela também induz a perda de água por evaporação da dentina antes da polimerização dos adesivos autocondicionantes e de decapagem e lavagem (TAY et al., 2005). Tais estruturas são responsáveis pela redução nas propriedades do material que as compõem; além de serem locais de início de uma possível fratura de todo o corpo da restauração (PEREIRA et al., 2001).

Nos sistemas autocondicionantes a água presente tem papel fundamental na inonização dos monômeros ácidos para que estes desmineralizem os tecidos dentais

(TAY; PASHLEY, 2002). A remoção total da água nos sistemas durante o procedimento de união é impossível e a sua presença residual promove a formação de regiões de polimerização incompleta na camada de adesivo que, conseqüentemente, permitem a entrada de oligômeros hidrófilos para dentro destas regiões e redução nos valores de resistência da união (JACOBSEN; SÖDERHOLM, 1995; MOLL; HALLER, 2000)

Estas regiões *in vivo* podem afetar a resistência de união diminuindo cerca de 40 a 60% na resistência devido ao íntimo contato da água com as margens da restauração com a cavidade bucal (CARVALHO et al., 2004b).

3. Proposição

O objetivo neste estudo foi avaliar efeito da pressão pulpar simulada sobre a resistência adesiva e a nanoinfiltração na região de união entre dentina-adesivo-cimento resinoso, associando adesivo e cimento resinoso convencional, adesivo autocondicionante e cimento convencional e cimento autoadesivo combinado ou não ao selamento prévio da dentina com adesivo universal, após 24 horas e 12 meses de armazenagem em água.

As hipóteses a serem testadas foram:

(1) não existiria diferença na resistência da união entre as estratégias de cimentação na presença da pressão pulpar simulada;

(2) a pressão pulpar simulada não influenciaria na nanoinfiltração da região de união, independente das estratégias de cimentação;

(3) o armazenamento não influenciaria a resistência de união dos cimentos.

4. Material e métodos

O projeto de pesquisa foi submetido ao Comitê de Ética em Pesquisa da Faculdade de Odontologia de Piracicaba, Universidade Estadual de Campinas, e aprovado de acordo com protocolo de número 15857919.7.0000.5418 (Anexo 1 página 72).

Para realização do experimento foram utilizados três cimentos resinosos, sendo um cimento convencional e outro autocondicionante, com seus respectivos sistemas de união, e um cimento autoadesivo. Em outro grupo experimental, o cimento autoadesivo foi associado com a um adesivo universal usado na técnica autocondicionante. O compósito de resina indicado para restauração indireta (Lava Ultimate, 3M ESPE, St. Paul, MN, USA) foi usado como material restaurador. Nomes comerciais, fabricantes e composição estão descritos na Tabela 1.

Tabela 1. Materiais, lote, fabricante , composições* e cor .

Material	Lote	Fabricante	Composição	Cor
RelyX™ U200	4426346	3M/ESPE, St. Paul, MN, USA	<p>Pasta base: pó de vidro tratado com silano, ácido 2-propenóico, 2-metil 1,1'-[1-(hydroxymetil)-1,2 ethanodily] éster, dimetacrilato de trietileno glicol (TEGDMA), sílica tratada com silano, fibra de vidro, persulfato de sódio e per-3,5,5-trimetil-hexanoato t-butila.</p> <p>Pasta catalisadora: pó de vidro tratado com silano, dimetacrilato substituto, sílica tratada com silano, p-toluenosulfonato de sódio, 1-benzil-5-fenil-ácido bórico, sais de cálcio, 1,12-dodecano dimetacrilato, hidróxido de cálcio e dióxido de titânio</p>	A2
RelyX™ ARC	170900570	3M/ESPE, St. Paul, MN, USA	Pasta A: Bis-GMA, TEGDMA, zircônia sílica, pigmentos, amina e Sistema fotoiniciador.	A2
Adper Single Bond 2	N882901		Pasta B: BisGMA, TEGDMA, zircônia sílica, peróxido de benzoíla.	
Single Bond Universal	659903	3M/ESPE, St. Paul, MN, USA	<p>Adesivo: Bis-GMA, HEMA, UDMA, dimetacrilatos, etanol, água, canforquinona, fotoiniciadores, copolímero de ácido polialquenoico, 5 nm partículas de sílica</p> <p>Álcool etílico, bisfenol a éter diglicídico, dimetacrilato (bisgma), sílica tratada com silano, metacrilato de 2-hidroxietil (HEMA), 2-hidroxil-1,3-dimetacriloxipropano, copolímero de acrílico e itacônico, dimetacrilato de diuretano (UDMA), água, difeniliodiodo hexafluorofosfato.</p>	
Panavia V5	000013	Kuraray Noritake Dental, Tokyo, Japan.	<p>Tooth Primer: 2-hidroxietil de metacrilato, 10-MDP, Aceleradores ,dimetacrilato alifático hidrofílico, Água</p> <p>Cimento: Bis-GMA, TEGDMA, monômero multifuncional aromático, monômero multifuncional alifático, acelerador químico de polimerização, dl-cânforaquinona, acelerador de fotopolimerização, vidro de bário, vidro de fluoroaluminossilicato, partículas finas.</p>	A2

* De acordo com as instruções do fabricante

4.1. Confeção das restaurações indiretas

O compósito de resina Lava Ultimate (3M/ESPE, St. Paul, MN, USA), disponibilizados em blocos (17x8x9 mm), para usinagem em CAD/CAM foi usado para confecção das restaurações. Cada bloco foi anexado a uma base de acrílico e adaptado em uma máquina de corte (Isomet 1000 – Buehler Ltd., Lake Bluff, IL, USA) usando um disco impregnado com diamante, funcionando em baixa velocidade de rotação e refrigerado por água. Foi efetuado secções no bloco de resina composta nas medidas de 2mm de espessura X 4mm de comprimento x 4,5 mm de largura, (Figura 01).

As secções de compósito foram submetidas ao acabamento com lixas abrasivas de carbeto de silício com granulação 600, 1200 e 2000 (Norton S.A., São Paulo, SP, Brasil), sob constante refrigeração à água e limpas em água sob ultrassom por 10 minutos.

As superfícies base das restaurações indiretas foram jateadas com partículas de óxido de alumínio de 50 μ m (Microetcher Model II Danville Engineering Inc. San Ramon, CA, EUA), por 20 segundos, à distância de 5 cm aproximadamente e pressão de 2 bar. Em seguida, as peças de compósitos foram submetidas à limpeza com *spray* de ar/água e em água sob ultrassom, durante 5 minutos. As restaurações indiretas foram removidas do ultrassom antes do equipamento desligar. Um leve jato de ar foi aplicado para remoção da água e as peças em compósito foram armazenadas em recipiente vítreo fechado até o momento da cimentação.

4.2 Preparação dos dentes

Cento e sessenta molares humanos recém extraídos foram armazenados em água a 4°C por um período que não ultrapassou um mês. Os dentes foram submetidos à remoção dos resíduos orgânicos por meio de curetas periodontais e à limpeza com taça de borracha e pasta de pedra pomes/água. Depois, as raízes dos dentes foram removidas com corte efetuado 1mm abaixo da junção cimento- esmalte (JCE) com disco impregnado com diamante (EXTEC – Diamond Wafering) acoplado à uma cortadeira de precisão (Isomet 1000 – Buehler, Lake Bluff, Illinois, USA), em baixa velocidade de rotação e refrigerado à água (Figura 01).

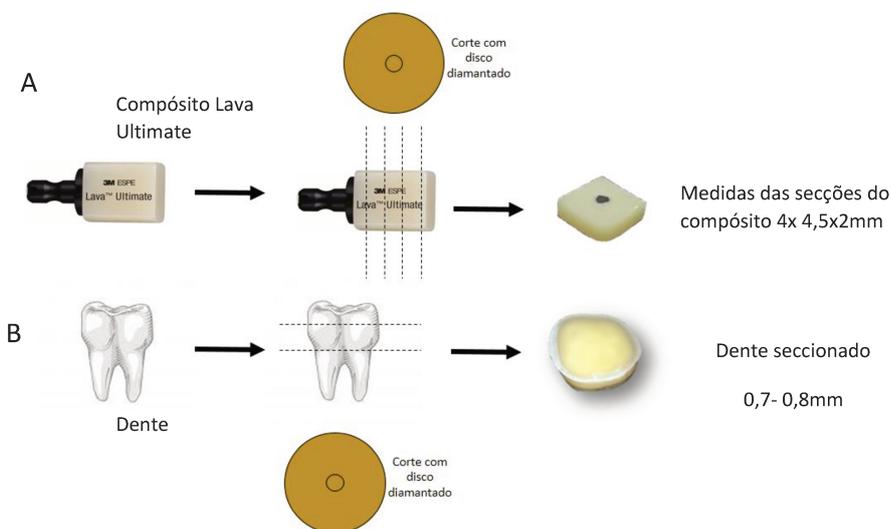
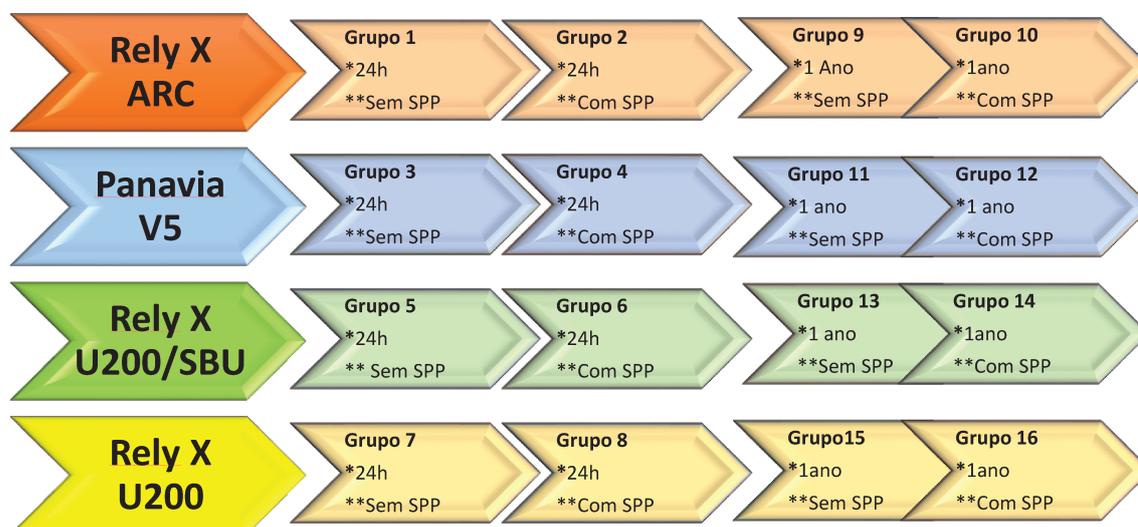


Figura 01. Ilustração esquemática das secções realizadas no compósito de resina (A) e dente (B).

O esmalte oclusal de cada coroa de 128 dentes foi removido com um corte paralelo a 1,5 mm acima da JCE para expor a dentina média, usando o disco impregnado por diamante montado na cortadeira. Em seguida, a dentina exposta foi desgastada com lixas de carvão de silício de granulação 600. Pelo lado oposto, o tecido pulpar foi removido da câmara pulpar sem alterar a superfície da pré-dentina. A espessura dentinária foi padronizada entre 0,7–0,8mm. Outros 32 dentes nas mesmas condições de tratamento foram utilizados para o ensaio de nanoinfiltração.

Posteriormente, os dentes preparados foram separados aleatoriamente em 16 grupos experimentais (n=8), considerando cada período, condição de pressão e material de cimentação da restauração. Os procedimentos restauradores dentro dos grupos experimentais estão descritos na Tabela 2 e realizados de acordo com as instruções de cada fabricante. Em todas as técnicas de cimentação foi aplicada carga de 500 kgf sobre o conjunto (dente-cimento resinoso-restauração), durante 2 minutos. O excesso de cimento resinoso foi removido com o auxílio de *microbrush*. Em seguida, a ativação do cimento foi feita em quatro lados equidistantes do corpo de prova, além do topo da restauração, utilizando unidade fotoativadora LED (Bluephase G2 – Ivoclar/Vivadent)), com irradiância de 1.200mW/cm² e o tempo indicado por cada fabricante. Assim, os 16 grupos ficaram distribuídos da seguinte forma no fluxograma abaixo :



*Período de armazenamento

**Condição de pressão – SPP (Simulação de Pressão Pulpar)

Tabela 2 - Procedimentos de cimentação das restaurações indiretas sobre superfície da dentina com e sem pressão pulpar simulada.

Grupos	Tratamento da dentina	Técnica de Manipulação e procedimento de cimentação
<p>Grupos 1, 2, 9 e 10 (Rely X ARC) (3M/ESPE, St. Paul, MN, USA)</p>	<p>Condicionamento com ácido fosfórico 37%, por 15 segundos. Lavou e secou deixando a dentina levemente úmida. Aplicação do adesivo Single Bond 2 usando <i>microbrush</i>, remoção dos excessos, jatos de ar comprimido, por 30s, para volatilização do solvente e fotoativação por 10s.</p>	<p>Aplicação do Silano (<i>Ceramic Primer</i>) na superfície da secção do compósito de resina, seguido jatos de ar, por 10s. Manipulação do cimento resinoso (ARC), por 10s. Inserção do cimento na superfície de união e assentamento da restauração em resina sobre o dente. Aplicou-se peso de 500g sobre a restauração, por 2 minutos. Em seguida, removeu-se os excessos com <i>microbrush</i> e feita a fotoativação, por 40 segundos, nas 4 margens e topo da restauração (Figura 03).</p>
<p>Grupos 3, 4 11 e 12 (Panavia V5) (Kuraray Noritake Dental, Tokyo, Japan)</p>	<p>Aplicação do <i>Tooth Primer</i> na superfície dentinária usando pincel. Manutenção sem tocar, por 20 segundos. Remoção cuidadosa dos excessos do <i>Tooth Primer</i>. Aplicação de leves jatos de ar comprimido na superfície preparada.</p>	<p>Aplicação do <i>Clearfil Ceramic Primer plus</i> na superfície aderente, seguidos por suaves jatos de ar. Na sequência, aplicou o cimento resinoso (Panavia V5) na superfície preparada da restauração protética e a assentou. Aplicou-se peso de 500g sobre a restauração, por 2 minutos. Os excessos foram removidos usando pincel e todas as faces da restauração foram fotoativadas, por 10 segundos (Figura 04).</p>
<p>Grupos 5,6,13 e 14 (RelyX U200 + Single Bond Universal) (3M/ESPE, St. Paul, MN, USA)</p>	<p>Com auxílio de um <i>microbrush</i>, o adesivo foi aplicado na superfície da dentina por 20s, removido os excesso, suaves jatos de ar foram aplicados por 30s, seguido pela fotoativação por 10s.</p>	<p>Dispensou-se da seringa, com ponta misturadora (automix), uma quantidade do cimento RelyX U200 diretamente sobre a superfície da dentina. Posicionou e assentou a restauração sobre a superfície dentinária. Aplicou-se peso de 500g sobre a restauração, por 2 minutos. Os excessos do cimento foram removidos com pincel. Em seguida, cada face do conjunto dentina/restauração foi fotoativada por 20 segundos em cada lado da área de união e no topo da restauração. (Figura 05)</p>
<p>Grupos 7,8, 15 e 16 (RelyX U200) (3M/ESPE, St. Paul, MN, USA)</p>	<p>Não houve tratamento</p>	<p>Dispensou-se da seringa, com ponta misturadora (automix), quantidade do cimento RelyX U200 diretamente sobre a superfície da dentina. Posicionou e assentou a restauração. Aplicou-se um peso de 500g sobre a restauração, por 2 minutos. Os excessos de cimento foram removidos usando pincel. Em seguida, cada face do conjunto dentina/restauração foi fotoativada, por 20 segundos em cada lado da área de união e no topo da restauração. (Figura 06)</p>

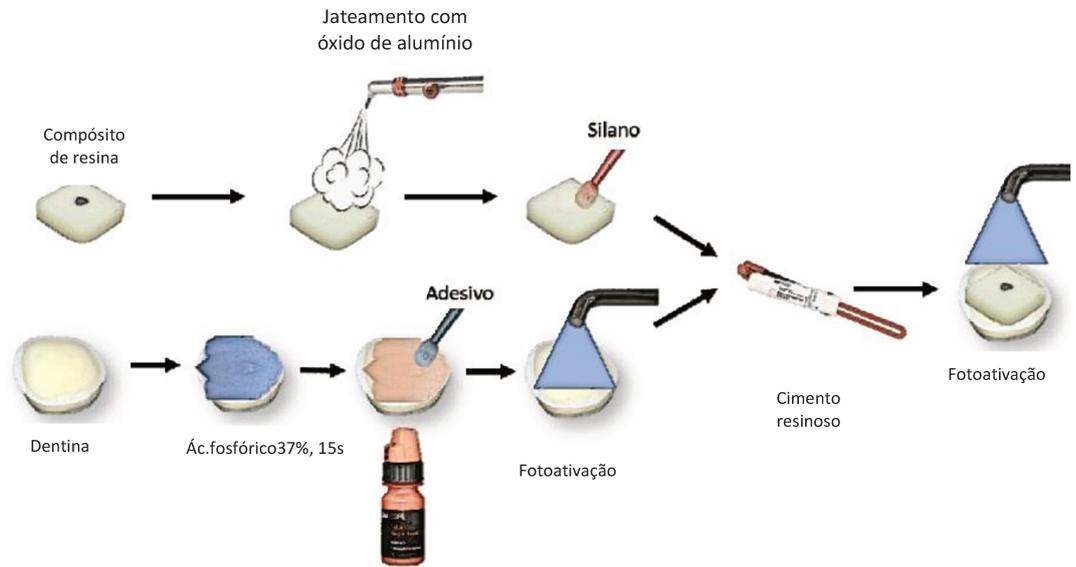


Figura 03. Ilustração esquemática dos procedimentos técnicos de tratamento das superfícies da restauração em compósito de resina e dentina para uso do cimento resinoso Rely X ARC + SB2.

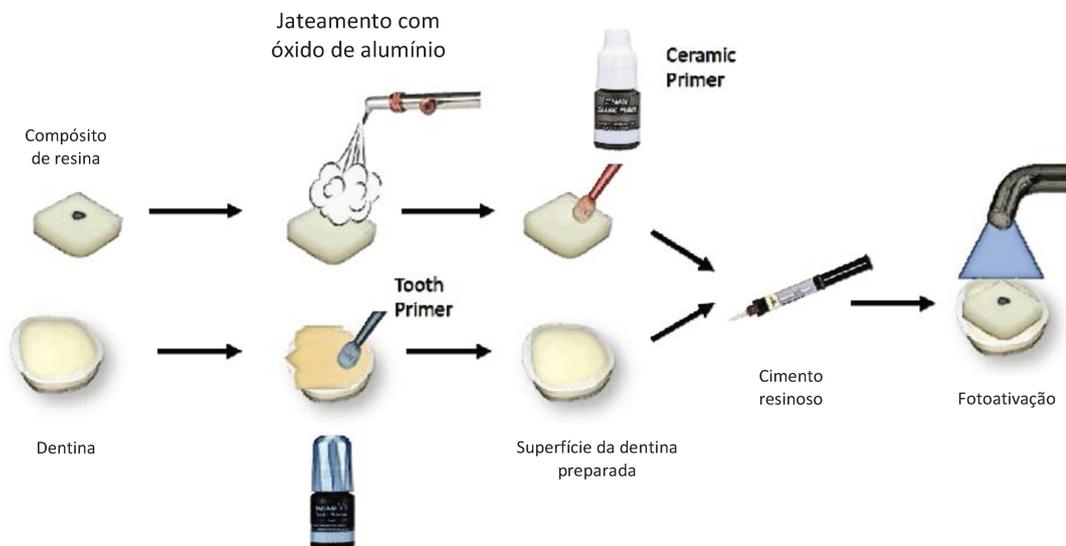


Figura 04. Ilustração esquemática dos procedimentos técnicos de tratamento das superfícies da restauração em compósito de resina e dentina para uso do cimento resinoso Panavia V5.

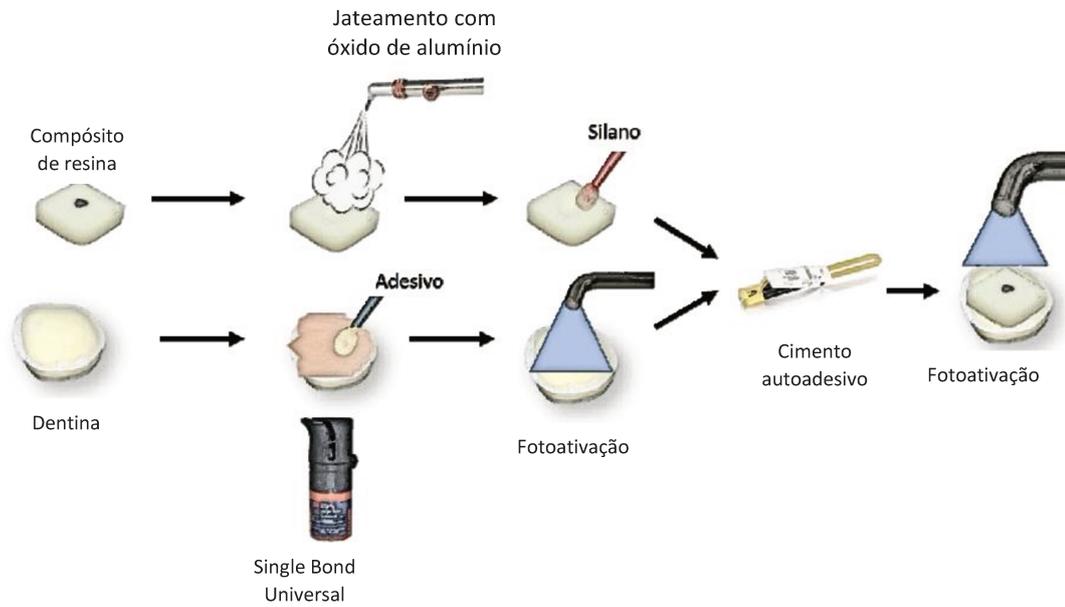


Figura 05. Ilustração esquemática dos procedimentos técnicos de tratamento das superfícies da restauração em compósito de resina e dentina para uso do cimento resinoso autoadesivo Rely X U 200 + SBU

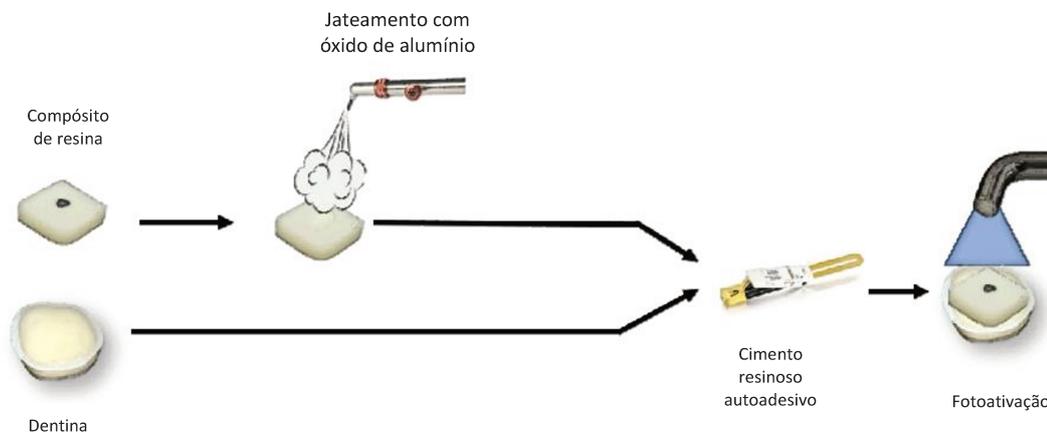


Figura 06. Ilustração esquemática dos procedimentos técnicos de tratamento das superfícies da restauração em compósito de resina e dentina para uso do cimento resinoso autoadesivo Rely X U 200.

4.3. Simulação da pressão pulpar

Nos dentes restaurados e preparados para a simulação da pressão pulpar a câmara pulpar permaneceu aberta. Um recipiente de vidro cilíndrico (25 cm de altura e 12 cm de diâmetro) com tampa foi usado para simular a pressão pulpar hidrostática. A parte externa do conjunto formado pelo dente e restauração foi impermeabilizada com duas camadas de verniz cosmético até as margens da região da união. Em seguida, o conjunto dente-cimento resinoso-restauração foi posicionado com o lado da resina restauradora voltada para a superfície interna da tampa do recipiente de vidro e fixado com cera utilidade. Em seguida, o recipiente foi preenchido com água destilada até a altura de 20 cm. Desta forma, ao posicionar a tampa no lugar, a câmara pulpar aberta fica voltada para água no interior do recipiente. Ao inverter a posição do recipiente com a tampa para baixo, a água preenche o interior da câmara pulpar viabilizando a passagem da água sob pressão através de túbulos dentinários até a região de união da dentina com o cimento resinoso (Figura 07).

Os grupos sem simulação da pressão pulpar foram armazenados em água destilada em placas de acrílico contendo 24 poços (Figura 8) e a água foi trocada a cada 7 dias. Todos os grupos foram mantidos em estufa a 37 °C nos respectivos períodos de armazenamento.

Após o período de armazenamento do conjunto dente-cimento resinoso-restauração, por 24 horas ou 12 meses, na condição de pressão pulpar simulada, os dentes restaurados foram seccionados para o ensaio de microtração.



Figura 07. Ilustração esquemática da simulação da pressão pulpar

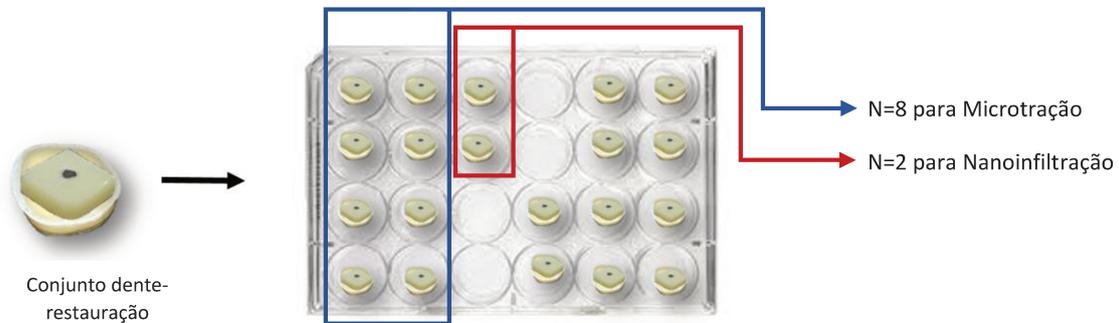


Figura 08. Esquema de armazenamento sem a pressão pulpar.

3.4. Obtenção dos espécimes para o ensaio de resistência de união

Os conjuntos dente/restauração foram fixados em placas de acrílico, utilizando adesivo à base de cianocrilato (Super Bond – Loctite Brasil Ltda, Itapevi, SP, Brasil). Em seguida, foi colocada cera pegajosa (Horus Dentsply, Petrópolis-RJ, Brasil) e godiva em bastão (Kerr) ao redor do conjunto dente/restauração.

A placa de acrílico foi fixada em cortadeira de precisão (Isomet- Buehler Ltda., Lake Bluff, IL, USA) contendo disco impregnado com alta concentração de diamante (EXTEC – Diamond Wafering). O conjunto foi seccionado no sentido vestibulo-lingual e, posteriormente, no sentido méso-distal. Após este procedimento, o conjunto foi retirado da cortadeira e os espécimes removidos com o auxílio de uma lâmina de bisturi nº15, obtendo-se espécimes em forma geométrica de “paralelepípedos” palitos) com aproximadamente $0,8\text{mm}^2 (\pm 0,2\text{mm}^2)$ de área de secção transversal. Os “palitos” são constituídos por uma extremidade em dentina e outra em resina composta indireta, unidas pelo cimento resinoso (Figura 09).

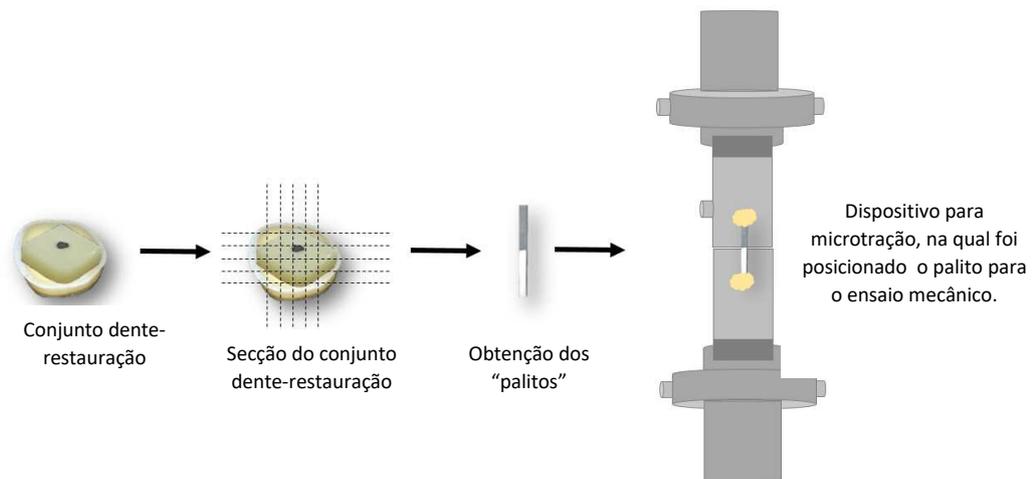


Figura 09. Ilustração esquemática das secções na união dentina-restauração para obtenção dos espécimes com formato de palitos e Dispositivo para microtração, na qual foi posicionado o palito para o ensaio mecânico.

Em seguida, os espécimes foram fixados pelas bases na extremidade dos *grips* de um dispositivo específico para microtração com adesivo à base de cianocrilato (Super Bonder – Gel Loctite Brasil Ltda), mantendo a área adesiva livre. O dispositivo foi acoplado à máquina de ensaio universal EZ Test (EZS, Shimadzu, Tóquio, Japão), operando com célula de carga de 50kgf. O ensaio foi feito com velocidade de 1,0 mm/minuto até a ocorrência da fratura do espécime e posterior avaliação do valor de resistência de união. Os valores de resistência de união foram obtidos em kgf e as médias expressas em MegaPascal (MPa).

Antes da fixação do espécime no dispositivo, as dimensões laterais ao palito foram mensuradas com um paquímetro digital (Mitutoyo, Tóquio, Japão) e o cálculo da área foi convertido em MPa. A média por grupo foi calculada a partir da média dos espécimes obtidos por dente. Os espécimes fraturados prematuramente foram incluídos na análise estatística e considerados com valor zero. Os dados originais obtidos no ensaio de tração foram analisados estatisticamente. A normalidade e homocedasticidade dos dados foram avaliados com o teste de Shapiro–Wilk e Levene. Os dados de microtração foram analisados por análise de variância de três fatores (cimento resinoso* pressão pulpar* tempo armazenamento) seguido do *post hoc* usando a correção de Bonfferoni e teste de Tukey ($p \leq 0,05$).

3.5. Análise do padrão de fratura

Após a realização do ensaio da resistência da união, os homólogos fraturados de cada espécime foram fixados em *stubs* de alumínio com resina composta aplicada sobre fita de carbono (Electron Microscopy Sciences, Washington 19034 – USA) e desidratadas por duas horas no interior de um recipiente plástico, hermeticamente fechado, contendo sílica gel.

Em seguida, todos os espécimes foram cobertos com uma camada de ouro/paládio (Balzers, modelo SCD 050 sputter coater, Balzers Union Aktiengesellschaft, Fürstentum Liechtenstein, FL-9496 – Germany) e observados em microscópio eletrônico de varredura (JEOL-5600 LV, Japão), sob aceleração de voltagem de 15 KV, Z=25mm, WD=20mm e *spotsize* 27nm, obtendo-se imagens com aumentos de 80x e 1000x. Os padrões de fratura foram classificados da seguinte forma:

Tipo I - coesiva no cimento;

Tipo II - coesiva na camada híbrida;

Tipo III - mista (coesiva no cimento, camada híbrida e adesivo);

Tipo IV - fratura mista (coesiva na camada híbrida e adesivo);

Tipo V - fratura mista (coesiva no cimento e no adesivo);

Tipo VI - fratura mista (coesiva no cimento e dentina);

Tipo VII - fratura mista (coesiva na camada de cimento e camada híbrida).

3.6 Nanoinfiltração – Análise da penetração de nitrato de prata na região adesiva

Dois dentes restaurados de cada grupo (32 dentes) em cada período de armazenamento em água destilada (24 horas ou 12 meses) foram selecionados aleatoriamente para aplicação do teste de nanoinfiltração, segundo literatura (TAY; PASHLEY; YOSHIYAMA, 2002). Os dentes restaurados foram seccionados em duas partes. Toda a estrutura do esmalte e dentina dos dentes restaurados foi impermeabilizada com verniz cosmético até 1 mm da margem da região adesiva. Depois, os dentes restaurados foram reidratados por 10 minutos, previamente à imersão em solução aquosa de nitrato de prata amoniacal por 24 horas em ambiente escuro, seguido por lavagem em água destilada e imersão em solução reveladora por 8 horas sob luz fluorescente

para redução dos íons de prata ou diamino de prata em grãos de prata metálicos ao longo da região de união.

Em seguida, o verniz cosmético foi removido dos dentes restaurados usando lixa de carbetto de silício de granulação 600. Depois, as faces das secções dos dentes restaurados foram posicionados paralelamente entre si sobre a superfície de uma placa de vidro revestida com fita dupla face e incluídos em resina epóxi (Epoxide, Buehler Ltd, Lake Bluff, IL, EUA), usando como molde uma matriz de policloreto de vinila (PVC), de 1 cm de altura e 2 cm de diâmetro. O polimento foi realizado com sequência de lixas de granulação decrescente (1000, 1500 e 4000), seguida de feltro impregnado com pastas diamantadas de 1 e 0,25 μm , em politriz automática. Entre cada granulação e ao final de cada polimento, os espécimes foram limpos em água e imersos em água sob ultrassom (MaxiClean 750; Unique, Indaiatuba, SP, Brasil). O excesso de água foi removido com papel absorvente e os dentes foram desidratados em dessecador contendo sílica gel por 24 horas. Ao final, foram cobertos com carbono para avaliação do padrão de penetração do nitrato na região adesiva sob elétrons retroespalhados em microscópio eletrônico de varredura (JEOL-5600 LV, Japão)

5. Resultados

Os valores médios da resistência de união em MegaPascal (MPa) estão apresentados na Tabela 3. A análise de variância de três fatores revelou diferença significativa para a “interação cimentos x pressão pulpar x tempo de armazenamento” ($p = 0,017$). O teste de Tukey foi utilizado para as múltiplas comparações em nível de significância de 5%.

Tabela 3. Valores médios de resistência de união em MPa (desvio padrão) para os diferentes cimentos resinosos aplicados à dentina com e sem pressão pulpar simulada e armazenados em água por 24 horas ou 12 meses

Cimento resinoso	24 Horas				12 Meses			
	Sem Pressão	◆ Nº palitos obtidos / nº de falhas pré-teste	Com Pressão	◆ Nº palitos obtidos / Nº falhas pré-teste ◆	Sem Pressão	◆ Nº palitos obtidos / Nº de falhas pré-teste	Com Pressão	◆ Nº palitos obtidos / Nº falhas pré-teste
Rely X ARC	18,5(4,0)Aa	73/2	18,4(4,1) Aa	90/7	19,4(5,3) Aa*	90/5	10,1(6,5)ABb*	60/6
Panavia V5	14,1(4,0)Aa	75/0	17,8(5,7) Aa	89/10	19,0(4,5)Aa	99/7	12,7(6,7)Ab	80/9
Rely X U200+SBU	17,4(2,3)Aa	77/4	18,5(2,0) Aa	85/3	6,4(4,9) Ba*	67/17	6,5(4,4) Ba*	60/7
Rely X U200	9,7(1,8) Ba	77/5	10,6(1,6) Ba	72/2	4,4(4,6) Ba	43/7	6,9(3,2)Ba	60/15

Letras maiúsculas comparam cimentos nas colunas (mesma pressão e tempo) e letras minúsculas comparam condições de pressões em linha (mesmo cimento e tempo). Asterisco compara os tempos (mesmo cimento e mesma pressão), são significativamente diferentes pelo teste de Tukey ($p \leq 0,05$). ◆ = número de palitos obtidos/ palitos que sofreram falha pré-teste.

No período de 24 horas, a pressão pulpar simulada não influenciou estatisticamente os valores de resistência de união, qualquer que fosse o grupo experimental. Entretanto, o valor de resistência de união apresentado pelo RelyX U200 foi estatisticamente inferior ($p \leq 0,05$) aos

demais grupos avaliados. Apesar disso, houve um aumento de 50% na média dos espécimes que falharam prematuramente após a aplicação da pressão pulpar.

Aos 12 meses de armazenamento, a aplicação da pressão pulpar produziu efeito negativo com redução significativa nos valores de resistência de união dos grupos ARC e U200/SBU. Por outro lado, os grupos Panavia V5 e U200 não apresentaram valores estatisticamente diferentes no período armazenado. No entanto, o valor de resistência de união do Panavia V5 foi estatisticamente maior em relação aos grupos do U 200 e U200 /SBU que não diferiram entre si. Nesta condição de 12 meses de armazenamento o número médio de espécimes que falharam antes do ensaio de tração foi praticamente igual.

Padrão de Fratura

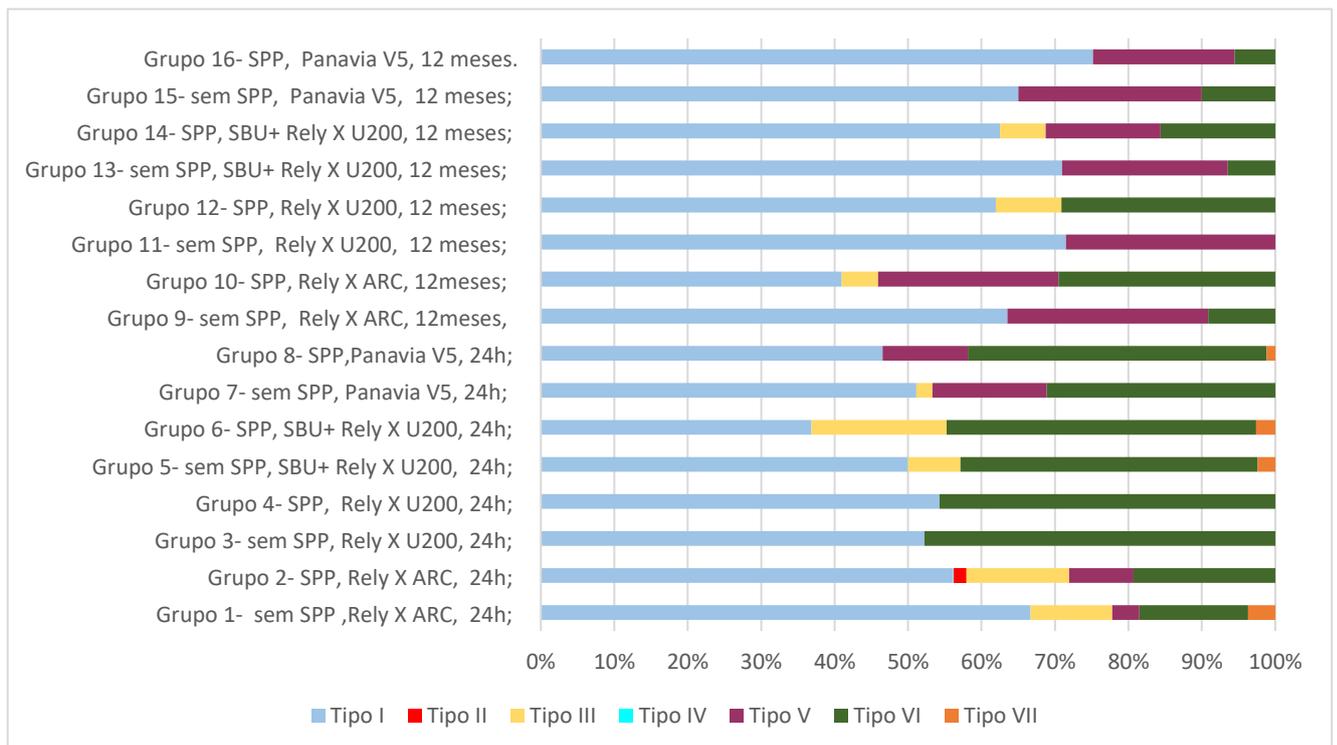


Figura 10. Distribuição dos modos de falha dentro dos grupos. Os modos de falha foram classificados de acordo com as seguintes categorias: tipo I - fratura coesiva no cimento; tipo II - fratura coesiva na camada híbrida; tipo III - fratura mista (coesiva no cimento, camada híbrida e adesivo); tipo IV - fratura mista (coesiva na camada híbrida e adesivo); tipo V - fratura mista (coesiva no cimento e no adesivo); tipo VI - fratura mista (coesiva no cimento e dentina); e tipo VII - fratura mista (coesiva no cimento e camada híbrida). SPP = simulação de pressão pulpar.

O padrão de fratura analisado em MEV e distribuído, percentualmente, dentro da classificação estabelecida está ilustrada na Figura 10. Houve prevalência das fraturas coesiva em cimento (tipo I), fratura mista coesiva entre o cimento e a dentina (tipo VI), fratura coesiva

ente cimento e adesivo (tipo V) e fratura mista (coesiva entre cimento-camada híbrida e adesivo), independente dos períodos de avaliação 24 horas e 12 meses e das condições de pressão, conforme representada na Figura 10.

O tipo de fratura observada na superfície do cimento ARC, no período de 24 horas, mostrou a característica de um rompimento no centro da massa do cimento (Figura 11 C e D), caracterizando fratura coesiva no cimento (tipo I). Os aspectos morfológicos são semelhantes nos dois lados da fraturada, na qual se observou uma massa densa de cimento resinoso. Depois de 12 meses de armazenamento em água, o tipo de fratura se alterou para mista tipo VI (coesiva entre cimento e dentina), conforme a ilustrado nas Figuras 12 A e B. Claramente é observada a superfície da dentina fraturada em camadas como decorrência da tensão na área de união. Além disso, é visível os túbulos dentinários abertos e resíduos de cimento resinoso recobrendo parte da área da fratura.

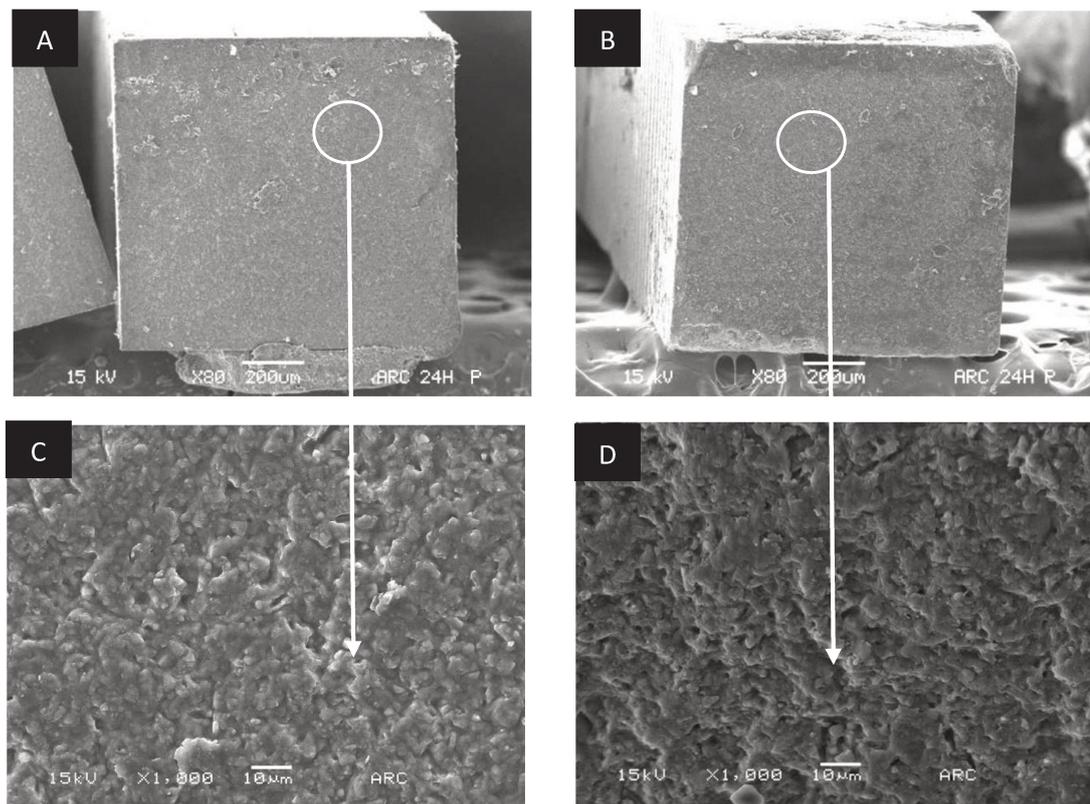


Figura 11- Ilustração fotográfica em MEV da região de fratura da união entre dentina – cimento resinoso- resina composta restauradora (figuras A– Dentina e B – resina restauradora indireta) usando o cimento Rely X ARC, armazenado por 24 horas sob pressão pulpar. As fotografias C e D mostram, em maior aumento, parte da região da fratura (círculo) que caracteriza o padrão coesivo em (tipo I). Observou-se a característica morfológica de uma massa do cimento resinoso com matriz orgânica e a partículas inorgânicas aprisionadas com pequenas porosidades na figura C. A figura D mostra em detalhes a massa de cimento resinoso com matriz orgânica aprisionando as partículas inorgânicas.

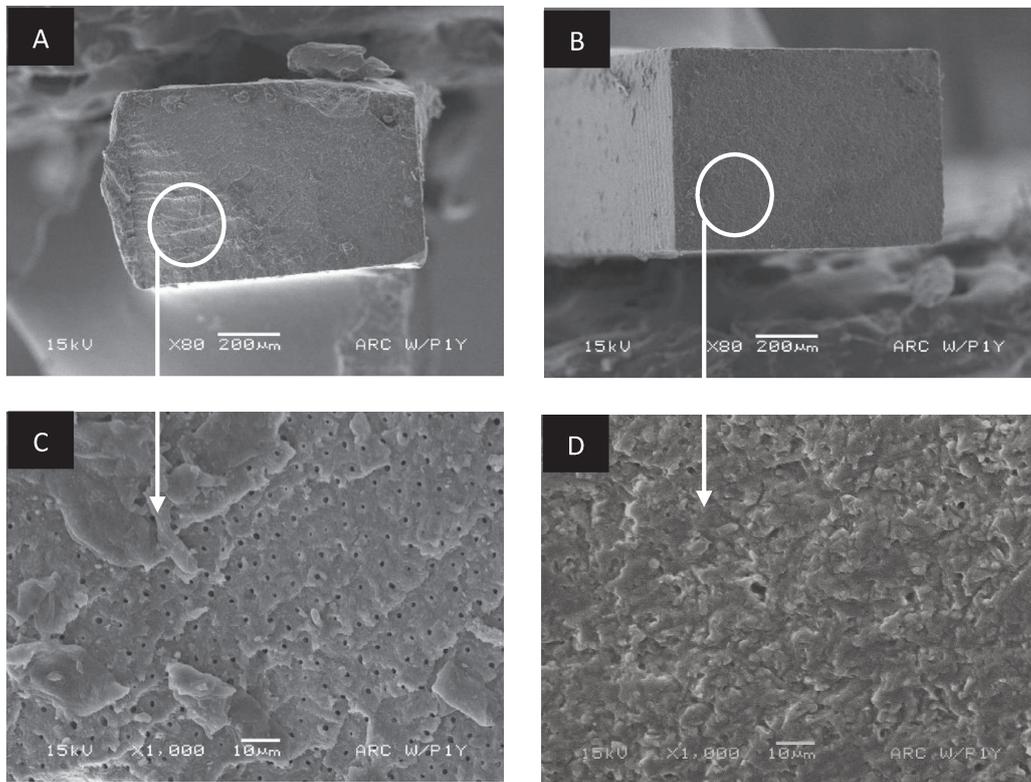


Figura 12- Ilustração fotográfica em MEV da região de fratura da união entre dentina – cimento resinoso- resina composta restauradora (figuras A– Dentina e B – resina restauradora indireta) usando o cimento Rely X ARC, armazenado por 12 meses sob pressão pulpar. As fotografias C e D mostram, em maior aumento, parte da região da fratura (círculo) que caracteriza o padrão coesivo em cimento e dentina (tipo VI). Notar na imagem fotográfica as características morfológicas da dentina relacionadas (camadas) à aplicação da tensão mecânica, além dos túbulos dentinários e cimento residual sobre a dentina (figura C). A figura D mostra em detalhes a massa de cimento resinoso com matriz orgânica envolvendo as partículas inorgânicas.

O cimento Panavia V5, no período de 24 horas de armazenamento e sob pressão pulpar simulada apresentou padrão de fratura do tipo coesivo no cimento (tipo I). Observou-se a característica morfológica de uma massa amorfa de cimento resinoso com as partículas inorgânicas aprisionadas e pequenas porosidades (Figura 13 C). Na figura 13 D representa a parte positiva do espécime (compósito restaurador indireto), na qual a massa de cimento apresenta uma superfície mais densa. Aos 12 meses de armazenamento a característica

morfológica ficou diferente. A massa amorfa de cimento com partículas inorgânicas aprisionadas se apresenta porosa, conforme a ilustração na Figura 13 D. Enquanto no lado oposto do espécime fraturado, é visível os canais de água formados e interligados no interior da massa de cimento. Dentro desses canais as partículas de cimento estão se soltando ou já se soltaram do aglomerado de cimento.

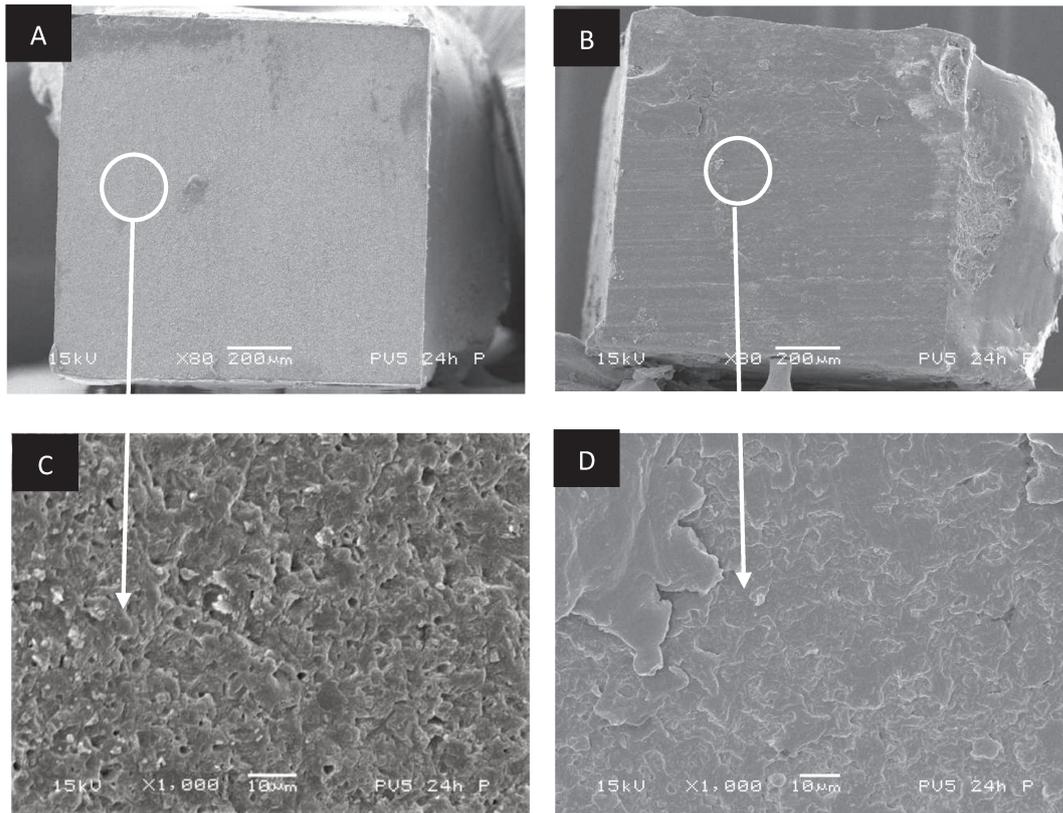


Figura 13- Ilustração fotográfica em MEV da região de fratura da união entre dentina e resina restauradora (figuras A – Dentina e B – resina restauradora) usando o cimento Panavia V5, armazenado por 24 horas sob pressão pulpar. As fotografias C e D mostram em maior aumento parte da região da fratura (círculo) para caracterizar o padrão de fratura coesiva em cimento (tipo I). Observou-se a característica morfológica de uma massa do cimento resinosa com matriz orgânica e a partículas inorgânicas aprisionadas com pequenas porosidades na figura C. Na figura D presença da matriz orgânica e inorgânica exposta pela fratura.

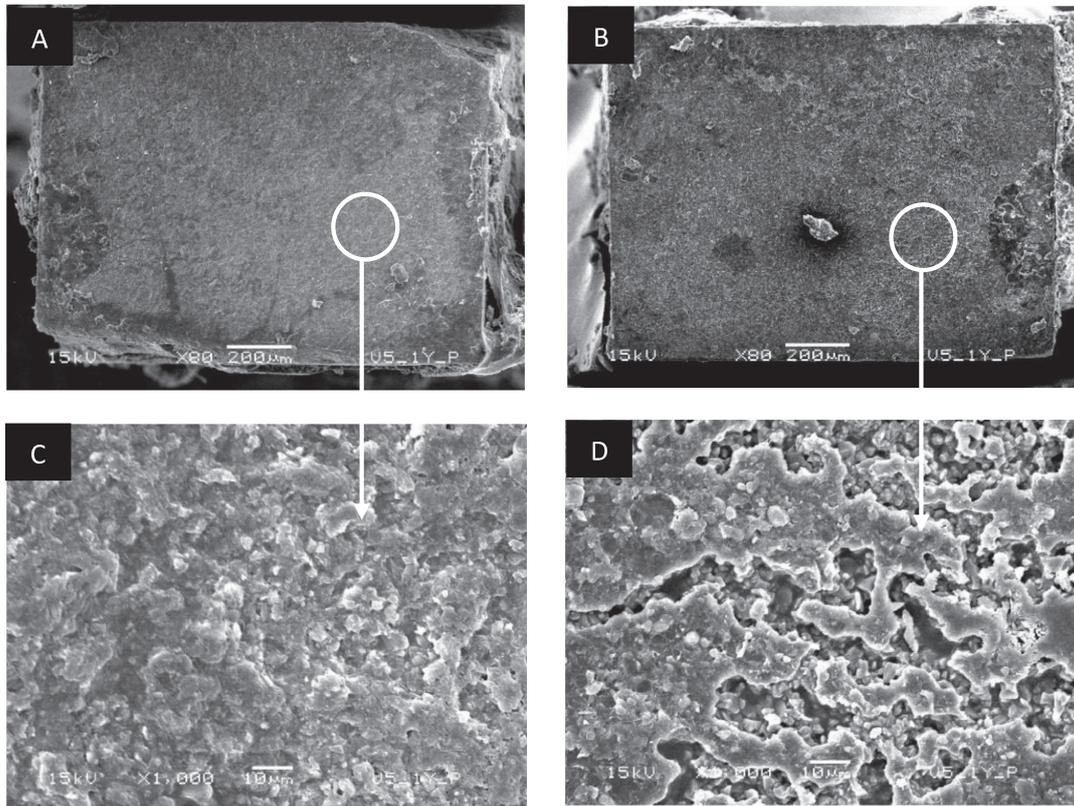


Figura 14- Ilustração fotográfica em MEV da região de fratura da união entre dentina e resina restauradora (figuras A – Dentina e B – resina restauradora) usando o cimento Panavia V5, armazenado por 12 meses sob pressão pulpar. As fotografias C e D mostram em maior aumento parte da região da fratura (círculo) com padrão coesivo em cimento (tipo I). Observou-se a morfologia de uma massa do cimento resinoso com matriz orgânica envolvendo partículas inorgânicas (Figura C). Na figura D, a massa de cimento apresenta-se com poros que se interligam entre si.

O grupo experimental do cimento U200/SBU, após fratura, no tempo de 24 horas, sem aplicação da simulação da pressão pulpar, apresentou fratura coesiva no cimento (tipo I). A morfologia da fratura, correspondente ao lado da dentina, é formada por uma massa de cimento entremeadada com partículas inorgânicas e espaços distribuídos na superfície (Figura 15 A). Quando a armazenagem aumentou para 12 meses, o número de bolhas aumentou no interior da massa de cimento (Figura 15 C). A aplicação da pressão pulpar (Figura na 15B), no período de

24 horas, também mostrou a presença de um grande número de porosidades no interior da massa de cimento. Ao aumentar o período de armazenagem para 12 meses e associar com a aplicação da pressão pulpar, houve uma mudança na característica morfológica das bolhas formadas, além de uma maior quantidade. A massa de cimento praticamente se desestruturou e fica visível a degradação do polímero (Figura 15 D).

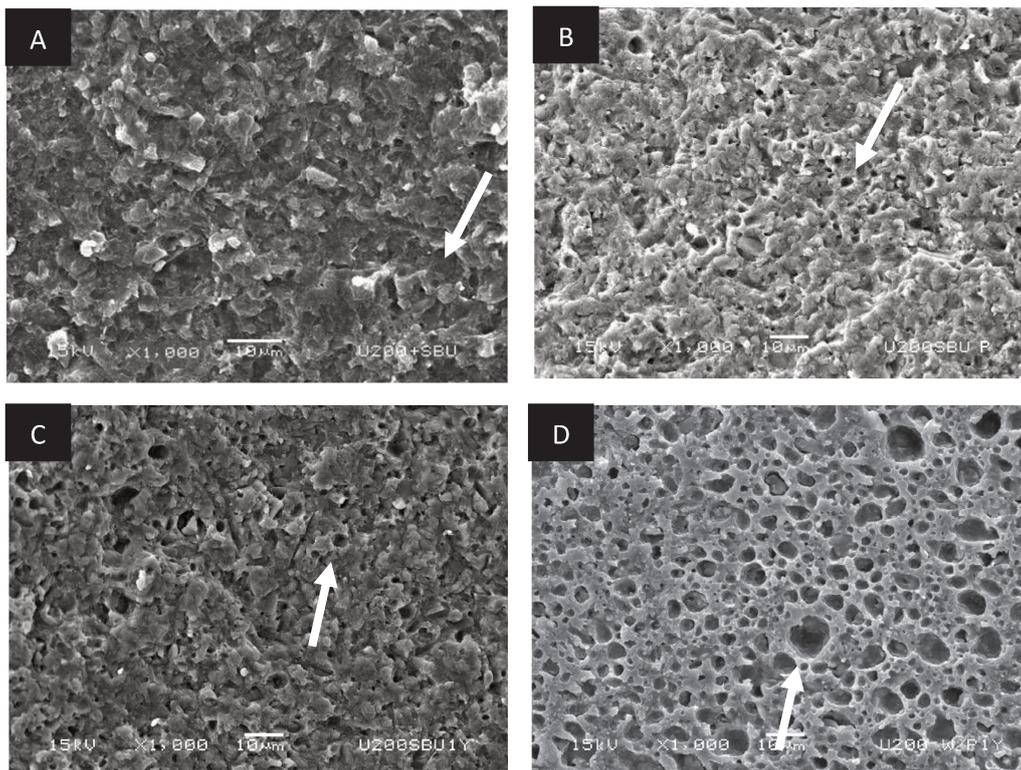


Figura 15- Ilustração fotográfica em MEV da região de fratura da união do espécime, relativa ao lado da dentina, usando o cimento U200 /SBU e armazenado por 24 horas (Figuras A e B) e 12 meses (C e D). As fotografias A e C estão relacionadas aos grupos sem pressão pulpar simulada. Enquanto as imagens em B e D são representativas dos grupos submetidos a pressão pulpar. Em 24h sem a pressão pulpar, a fratura coesiva na massa de cimento apresenta-se com espaços (seta) na superfície (A). Na imagem C, com 12 meses de armazenamento, a característica da fratura é semelhante, mas com um maior número de poros (seta). Ao aplicar a pressão pulpar (B), em 24 horas, a massa amorfa de cimento também se apresentou com grande número de porosidades (seta). No entanto, quando o tempo é estendido para 12 meses (D), a característica da superfície é de uma matriz orgânica desorganizada pela degradação do polímero e representada por inúmeros poros (seta) de diferentes diâmetros em toda região da união

Na figura 16 A e B está ilustrado a característica morfológica da superfície da região de fratura da união entre dentina e a resina restauradora, de um espécime na qual foi usado o cimento U200/SBU,

armazenado por 12 meses e submetido a pressão pulpar. Embora a fratura tenha sido do tipo I (coesiva em cimento), a superfície do cimento se mostra com numerosos poros em toda região da união. Essa aparência morfológica se repete no lado oposto do espécime. Ao aumentar a imagem para 1000X (Figuras 16 C e D) é observado no lado de toda região da dentina os espaços vazios decorrentes da presença da água. No lado onde o cimento está unido a resina restauradora, a camada do adesivo está degradada pela permeação da água (D), indicando que a influência da pressão pulpar nesse procedimento restaurador.

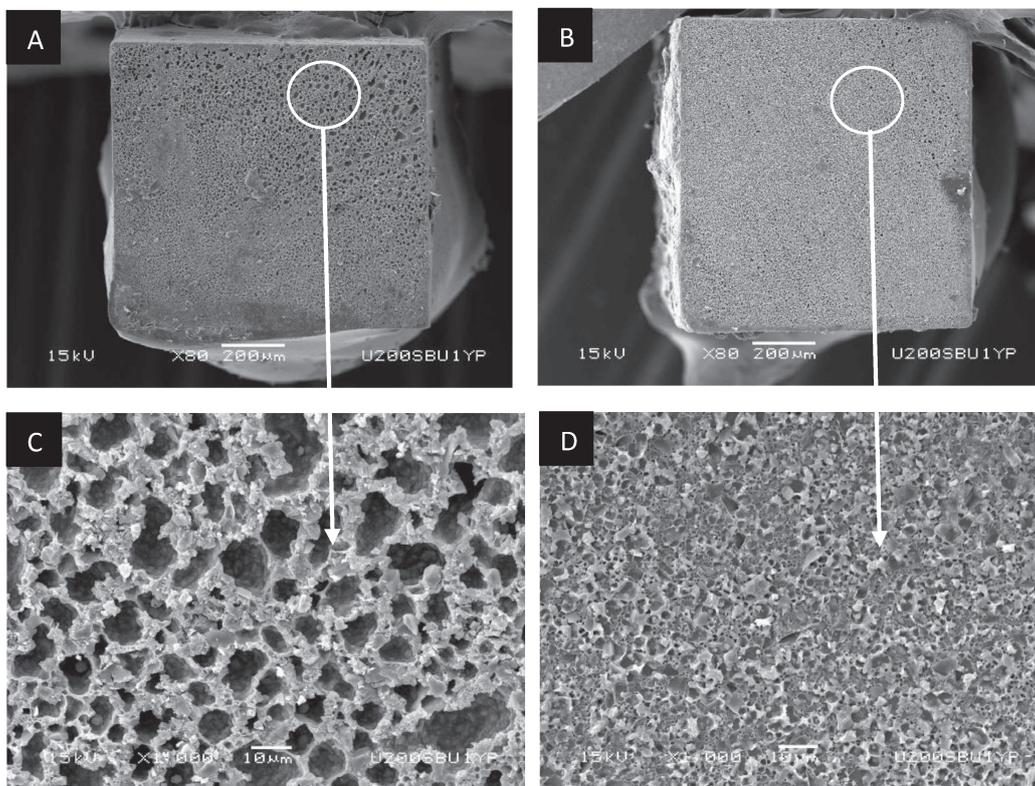


Figura 16- Ilustração fotográfica em MEV da região de fratura da união entre dentina e resina restauradora (figuras A – Dentina e B – resina restauradora) usando o cimento U200/SBU, armazenado por 12 meses sob pressão pulpar. As fotografias C e D mostram em maior aumento parte da região (círculo) da fratura coesiva em cimento (tipo I). A parte do espécime relativo ao lado da dentina apresenta toda a área da fratura com o cimento permeado por bolhas (Figura C). Na parte relativa à superfície do material restaurador está presente a massa amorfa com bolhas no interior do cimento resinoso (Figura D).

O grupo do cimento U200 com simulação de pressão pulpar por 24h , apresentou maior percentual de falhas coesiva em cimento (tipo I) e coesiva em cimento e dentina (tipo VI), ilustrado na Figura 16. Foi observado a presença de bolhas (Figura 17C). No homólogo da Figura 17 D, as bolhas estão espalhadas pela massa de cimento. As Figuras 17C e 15C são comparáveis. Nelas podemos observar as bolhas permeando o interior do cimento em um mesmo tipo de fratura.

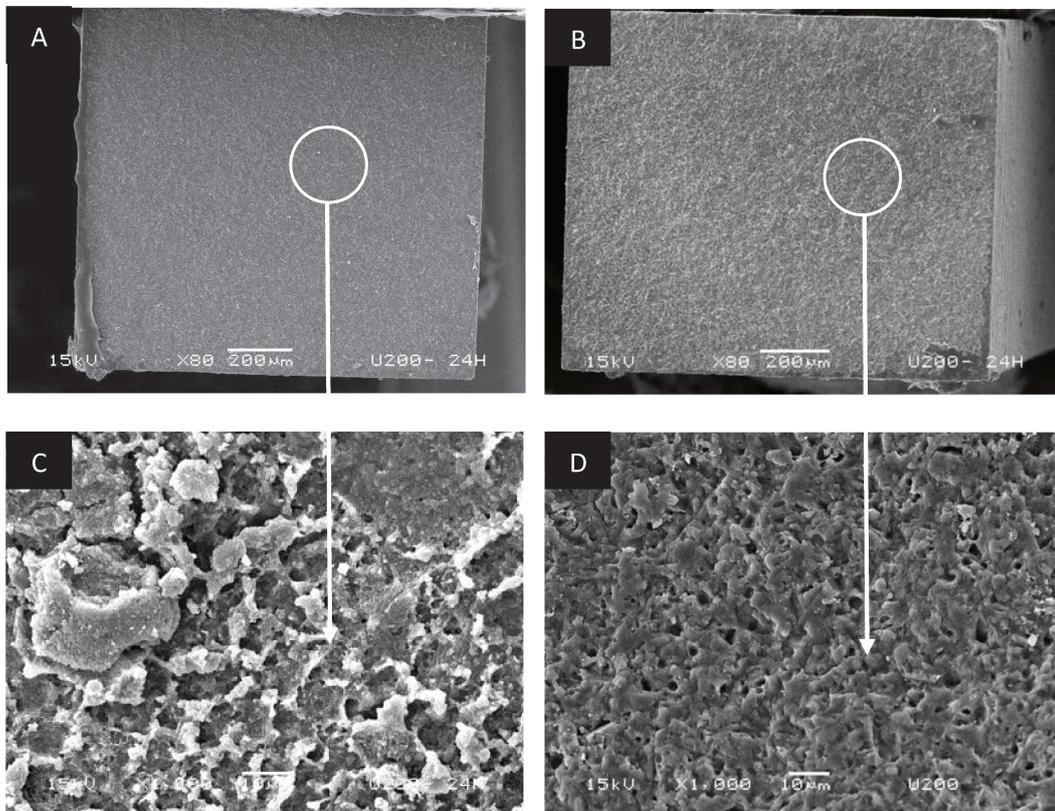


Figura 17- Ilustração fotográfica em MEV da região de fratura da união entre dentina – cimento resinoso-resina composta restauradora (figuras A– Dentina e B – resina restauradora indireta) usando o cimento RelyU200, armazenados por 24 horas sob pressão pulpar. As fotografias C e D mostram, em maior aumento, parte da região da fratura (círculo) que caracteriza o padrão coesivo em cimento (tipo I). A figura C mostra em detalhes a massa de cimento resinoso com matriz orgânica aprisionando com a formação de vazios em forma de bolha. Notar na imagem as presença de pequenas porosidades dentro da camada de cimento (figura D).

No período de 12 meses também ocorreu maior percentual de faturas coesivas no cimento (tipo I). Entretanto, independente de ser falha coesiva, a morfologia da superfície do cimento fraturada observada é caracterizada por regiões vazias com aparência de bolhas formadas na área de contato com a dentina (Figuras 18 A e C). Esses espaços vazios são reproduzidos na parte análoga (figuras 18 B e D), na qual o cimento está aderido no material restaurador.

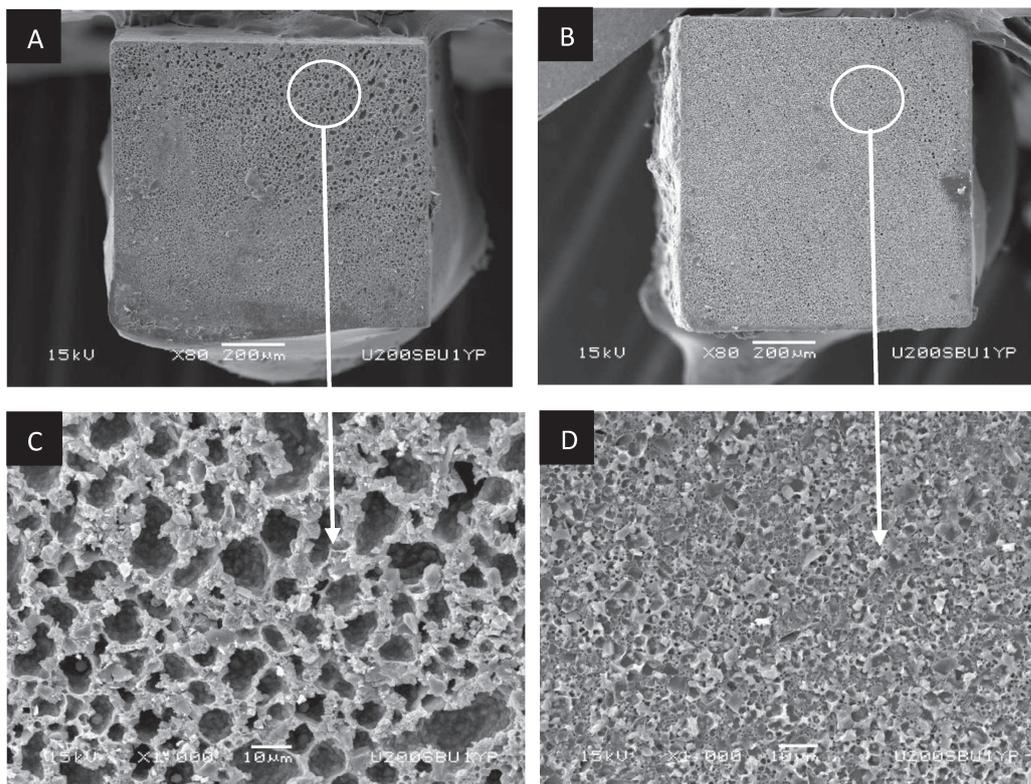


Figura 18- Ilustração fotográfica em MEV da fratura na união entre dentina e resina restauradora (figuras A – Dentina e B – resina restauradora) usando o cimento U200, armazenado por 12 meses sob pressão pulpar. As fotografias C e D mostram em maior aumento parte da região da fratura (círculo) para caracterizar a fratura coesiva em cimento (tipo I). A parte do espécime relativo ao lado da dentina apresenta toda a área da fratura com o cimento permeado por bolhas (figura C). Na outra parte relativa à superfície do material restaurador observou-se porosidades na camada de adesivo unido ao cimento resinoso (seta).

Nanoinfiltração na união dentina-cimento resinosos- material restaurador

Imagens ilustrativas em MEV das regiões de união após a deposição de nitrato de prata amoniacal, estão apresentadas nas Figuras 19 a 22. A presença do nitrato de prata foi observada em todos os grupos experimentais em diferentes intensidades, qualquer que fosse a pressão pulpar e período de avaliação (24 horas ou 12 meses).

No grupo no qual foi utilizado o Panavia V 5 (Figuras 19 A e B), no período de 24 horas, foi observada menor deposição de prata metálica na região da união dentina-cimento resinoso, com ou sem pressão pulpar aplicada. Após o período de 12 meses, a deposição da prata foi continua na união e mais intensa para o grupo sob pressão pulpar (Figura 19 D).

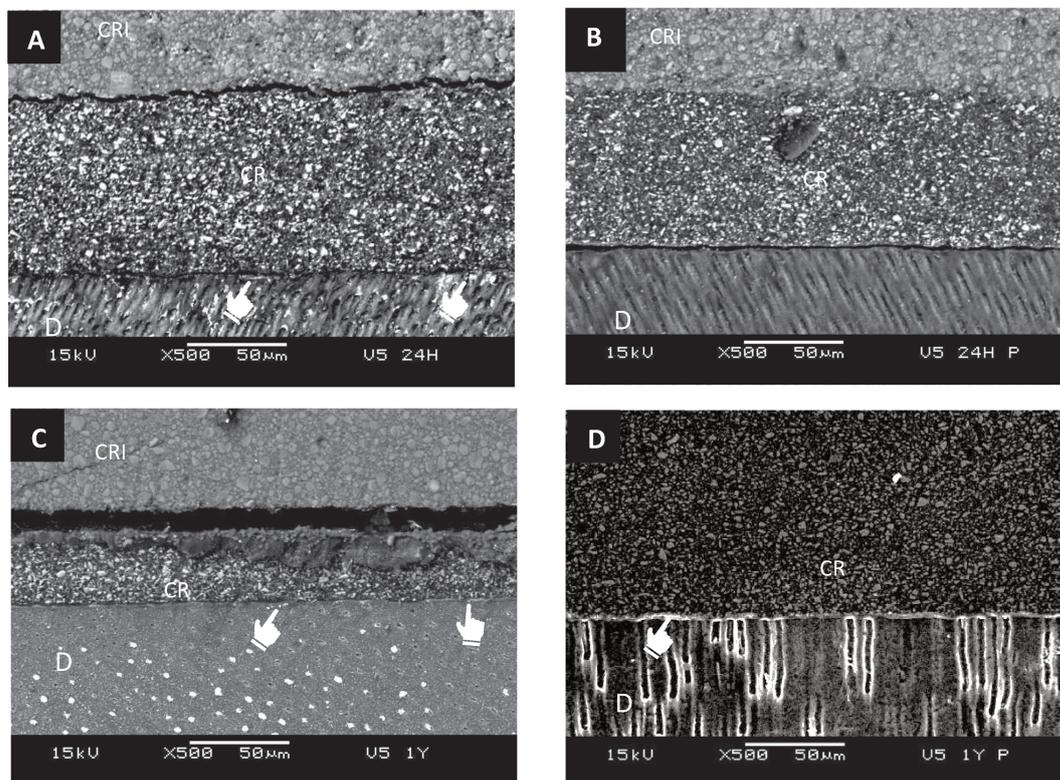


Figura 19 – Imagens ilustrativas, em MEV, utilizado elétrons retroespalhados (500 X) e representativas das áreas adesivas entre a dentina e o cimento Panavia V5, no período de 24 horas e 12 meses sob a condição ou não de pressão pulpar. As figuras A e B correspondem ao grupo armazenado por 24 horas sem e com a simulação da pressão pulpar, respectivamente. Nas duas fotografias a área de união é caracterizada por uma suave deposição de grãos de prata (indicador branco). As figuras C e D representam o grupo armazenado por 12 meses sem com a simulação de pressão pulpar, respectivamente. As áreas eletrodensas são mais intensas (indicador branco) na região de união do dente submetido à pressão pulpar (figura D); indicados nas figuras o compósito restaurador indireto (CRI), cimento resinoso (CR) e Dentina (D) .

No grupo experimental, no qual foi utilizado o cimento U 200, a região de união entre cimento e dentina apresentou áreas eletrodensas intensas no período de 12 meses de armazenamento em água, sendo que a deposição da prata metálica foi mais contínua na união do grupo submetido à pressão pulpar (Figura 20 D), quando comparada ao grupo, sem aplicação da simulação pulpar (Figura 20 C). No grupo submetido à pressão pulpar (Figura 20B), no período de 24 horas, a deposição de grãos de prata foi mais intensa quando comparada ao grupo sem à pressão pulpar (Figura 20 A), mas a intensidade da zona eletrodensa é menor àquela observada no grupo armazenado em água por 12 meses.

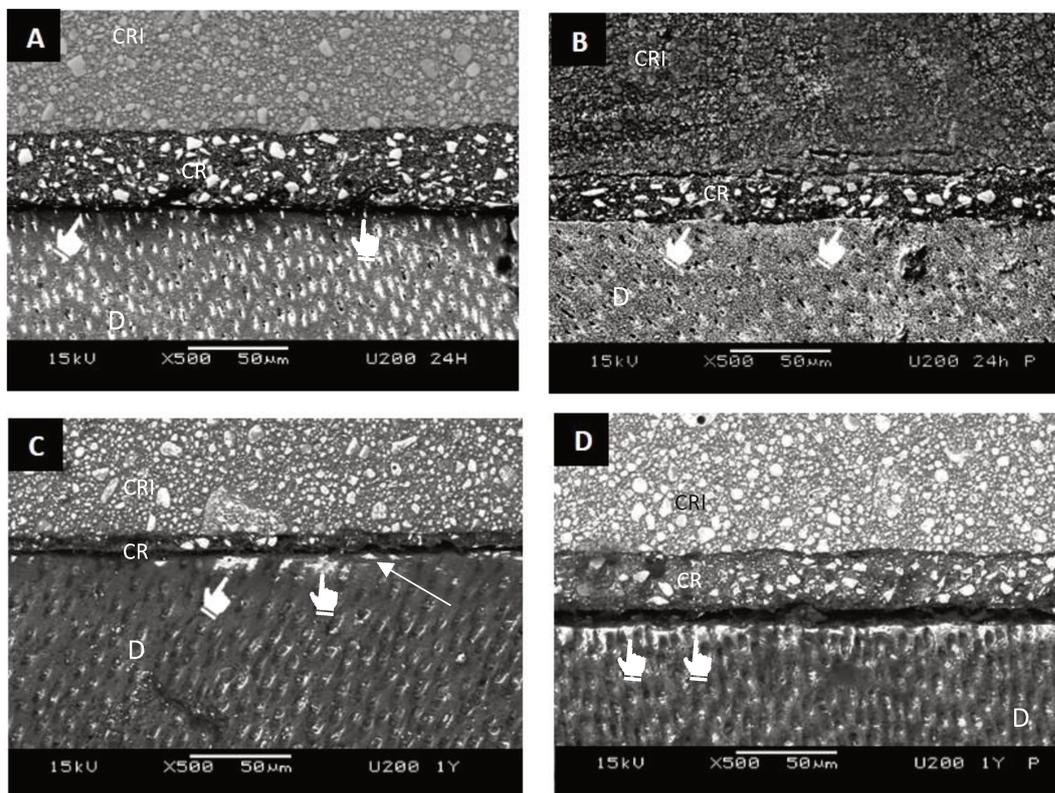


Figura 20 – Imagens ilustrativas, em MEV, utilizando elétrons retroespalhados (500 X) e representativas das áreas adesivas entre a dentina e o cimento Rely X U 200, no período de 24 horas e 12 meses sob a condição ou não de pressão pulpar. As figuras A e B correspondem ao grupo armazenado por 24 horas sem e com a simulação da pressão pulpar, respectivamente. Nas duas fotografias a região de união é caracterizada por áreas eletrodensas de prata metálica (indicador branco). Na Figura A a deposição de grãos de prata é pontual, enquanto que na área de união registrado na figura B a deposição de prata metálica é mais intensa e contínua. No o grupo armazenado por 12 meses, a região de união entre cimento e dentina apresentou áreas eletrodensas intensas no grupo submetido à pressão pulpar (Figura 20 D), enquanto que a presença da prata metálica foi mais no grupo que não foi aplicada a simulação pulpar (Figura 20 C). Indicados nas figuras o compósito restaurador indireto (CRI) , cimento resinoso (CR) e Dentina (D)

Os depósitos eletrodensos de prata metálica são mais intensos quando o dente foi submetido à pressão pulpar, no período de 24 horas (Figura 21 A e B). Em função da espessura da camada de adesivo, as zonas eletrodensas se localizam na base da camada híbrida. Entretanto, os grãos de prata se distribuem ao longo da área de união no corpo do adesivo (seta). Quando o grupo é armazenado por 12 meses a zonas eletrodensas de grãos de prata são mais visíveis e intensas em toda região de união, independente da aplicação da pressão pulpar (Figuras 21 C e D)

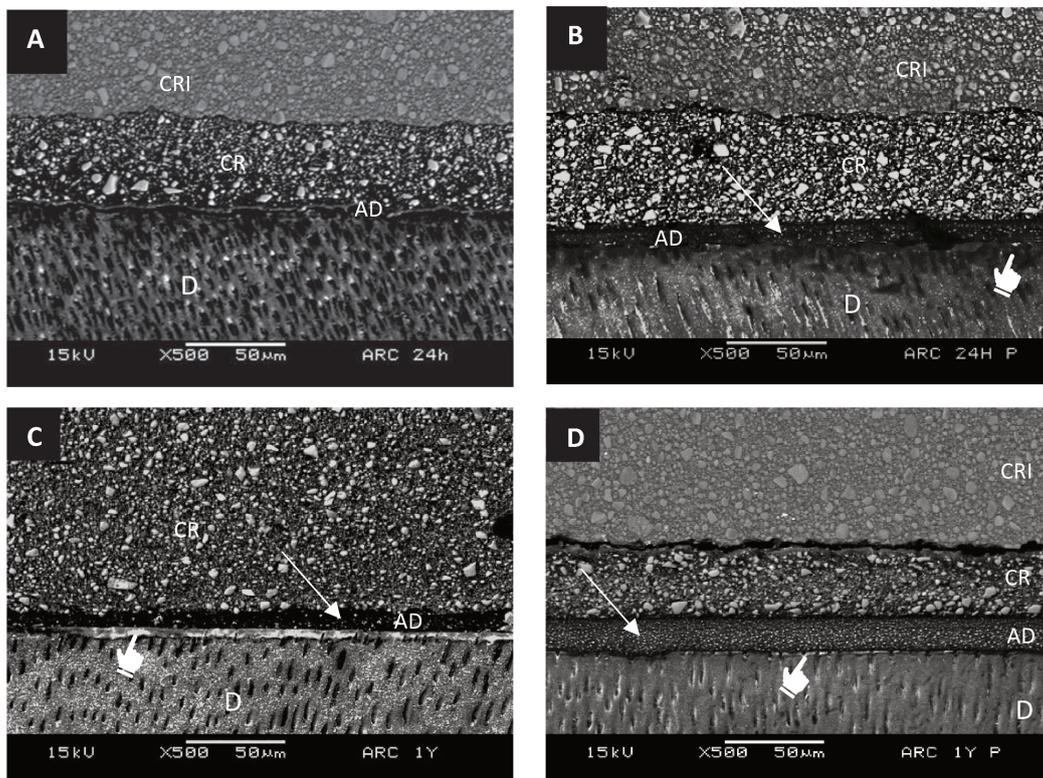


Figura 21 – Imagens ilustrativas, em MEV, utilizando elétrons retroespalhados (500 X) e representativas das áreas adesivas entre a dentina e o cimento Rely X ARC, no período de 24 horas e 12 meses sob a condição ou não de pressão pulpar. As figuras A e B correspondem ao grupo armazenado por 24 horas sem e com a simulação da pressão pulpar, respectivamente. Nas duas fotografias a região de união é caracterizada por áreas eletrodensas de prata metálica. Na Figura A a zona eletrodensa é contínua e praticamente no meio da camada de adesivo, enquanto que na área de união registrado na Figura B a deposição de grãos de prata metálica se distribui na camada de adesivo e se concentram em áreas na base da camada híbrida. No grupo armazenado por 12 meses, a região de união entre cimento e dentina apresentou áreas eletrodensas intensas, apenas com a diferença em serem puntiformes, como mostrado na Figura 21 D) e contínuas (Figura 21 C), independente da pressão pulpar. Indicados nas figuras o compósito restaurador indireto (CRI) , cimento resinoso (CR) , adesivo (AD) e Dentina (D).

A combinação do cimento autoadesivo U200 com o adesivo SBU também criou uma união com morfologia próxima daquela observada para o cimento ARC. Basicamente é visualizada uma zona de interação entre cimento, adesivo e dentina. Nesta situação, no período de 24 horas, a zona eletrodensa foi observada na base do adesivo e área da interação com a dentina, independente da aplicação da pressão pulpar (Figuras 22 A e B). Após 12 meses de armazenamento em água toda extensão da área adesiva foi preenchida pela prata metálica. Nota-se que a zona eletrodensa está localizada na camada de adesivo (Figura 22 C e D).

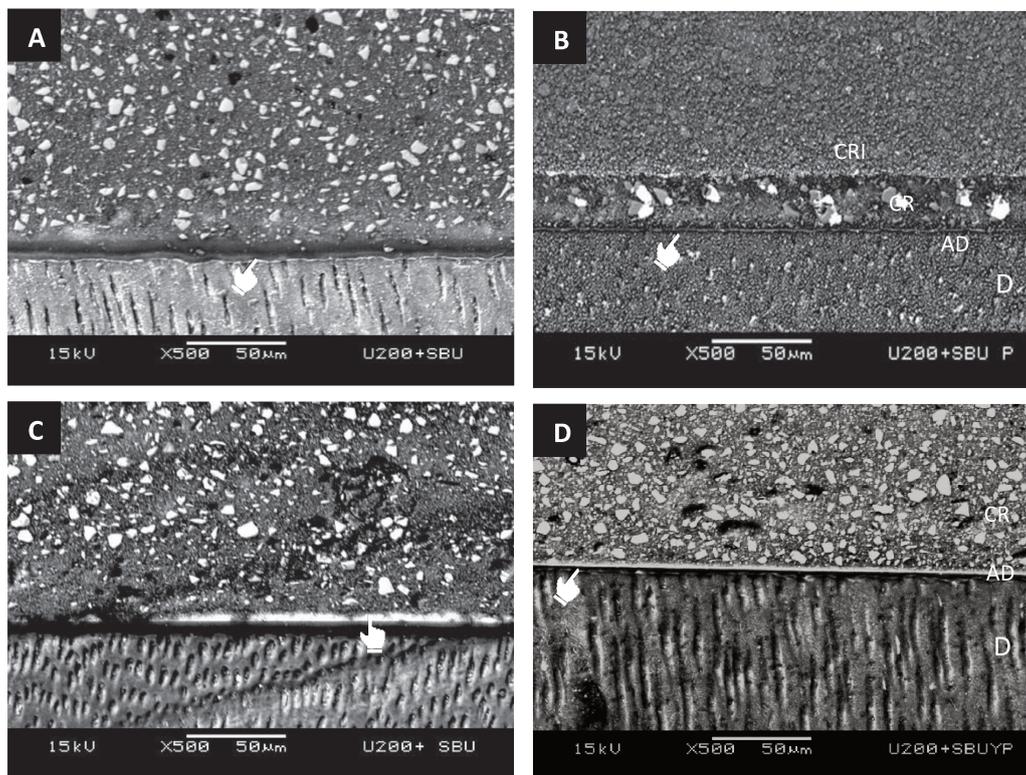


Figura 22 – Imagens ilustrativas, em MEV, utilizando elétrons retroespalhados (500 X) e representativas das áreas adesivas entre a dentina e o cimento Rely X U 200 e adesivo Single Bond Universal, no período de 24 horas e 12 meses sob a condição ou não de pressão pulpar. As figuras A e B correspondem ao grupo armazenado por 24 horas sem e com a simulação da pressão pulpar, respectivamente. Nas duas fotografias a região de união é caracterizada por áreas eletrodensas de prata metálica contínuas e localizadas na base do adesivo junto a zona de interação com a dentina. No grupo armazenado por 12 meses, a região de união entre cimento e dentina apresentou áreas eletrodensas intensas em toda extensão da área de união. Na zona adesiva com a dentina aparece as áreas pontuais de grãos de prata e a área eletrodensa é mais visível na camada de adesivo (Figura 22 C e D). Indicados nas figuras o compósito restaurador indireto (CRI) , cimento resinoso (CR) , adesivo (AD) e Dentina (D).

6. Discussão

Os resultados deste estudo mostraram que a união entre dentina-cimento resinoso foi deteriorada pela exsudação da água através dos túbulos dentinários. Esse extravasamento da água ocorreu pela influência da pressão pulpar e armazenamento. Nos grupos restaurados com o cimento resinoso ARC apenas a pressão pulpar simulada influenciou, já para Panavia V5 apenas o período de armazenamento foi suficiente para influenciar, para U200+SBU a ação dos fatores não foi detectada através dos ensaios mecânicos como visto para o cimento autoadesivo U200.

Desta forma, observamos que o tipo de cimento e sua respectiva forma de união à dentina determinaram a maior ou menor permeabilidade do cimento. No caso dos cimentos que são associados à adesivos, seja pela técnica úmida ou autocondicionante (ARC e U 200 +SBU), respectivamente, apenas o armazenamento passivo em água foi suficiente para reduzir a resistência adesiva com a dentina. É importante ressaltar que a redução da resistência de união ficou entre 55 e 65% para os dois cimentos, apesar da influência da pressão pulpar ter afetado apenas o cimento ARC. Mesmo assim, os valores de resistência de união não apresentaram diferenças significativas entre si ($p \leq 0,05$). É provável que o movimento da água induzida pela aplicação da SPP e/ou pelo armazenamento, durante 12 meses, tenha deteriorado a camada de adesivo (Single Bond 2 ou Universal) e comprometido a polimerização do cimento resinoso ARC e U200, como ilustrado nas Figuras 21 D e 22 D, na qual é visualizada a camada de adesivo impregnada por grãos de prata, com maior intensidade concentrada na base da camada híbrida. Assim, três hipóteses foram rejeitadas.

No caso do cimento ARC, o adesivo (Single Bond 2) usado para união contém água na composição que está balanceada com o solvente orgânico (etanol), além dos monômeros hidrófilos e hidrófobos em um frasco. Assim, no processo de hibridização, a solução adesiva deve funcionar inicialmente como *primer* durante a preparação da superfície das fibrilas colágenas expostas pelo condicionamento produzido pelo ácido fosfórico aplicado na superfície da dentina. Para isso, o solvente (etanol e água) deveria ser totalmente volatilizado para que a solução monomérica se torne viscosa e funcione como adesivo (EKAMBARAM; YIU; MATINLINNA, 2015; NAKABAYASHI; PASHLEY, 1998; TAY et al., 2000; TAY; PASHLEY, 2001). Entretanto, os solventes (água e etanol) não sendo completamente removidos e permanecendo intrinsecamente na região da união, tanto no espaço em que os monômeros envolvem as fibrilas colágenas (área hibridizada), como na camada de adesivo.

Dessa forma, a presença da água e/ou etanol aprisionados na zona de interdifusão (interface de união dentina - adesivo) dos monômeros impede em parte a conversão dos monômeros em polímeros, enfraquecendo mecanicamente a união entre o tecido dentinário e o adesivo, conforme relataram (JACOBSEN et al., 1995; NAGARKAR, et al., 2019; PASHLEY et al., 1998; TAY; PASHLEY, 2003b) e foi confirmado nos resultados deste estudo depois do período de 12 meses de armazenamento. Além disso, as moléculas de água contidas nos túbulos dentinários são atraídas pelos monômeros hidrófilos do adesivo e se fixam na área de união, via rota para do movimento da água quando a pressão pulpar é aplicada, conforme afirmaram HASHIMOTO et al., 2006; PASHLEY et al., 1998.

No período de 24 horas, a pressão pulpar simulada não influenciou estatisticamente o valor de resistência de união do cimento ARC. Apesar disso, os espécimes que falharam prematuramente aumentaram cerca de 2,5 vezes após a aplicação da pressão pulpar. Isto indica que existe indício forte de que a água está permeando e enfraquecendo a área da união dentina-adesivo-cimento, o que proporcionou a prevalência de fratura coesiva no cimento (tipo I). Após 12 meses de armazenamento, o efeito negativo do armazenamento em água e a aplicação da pressão pulpar ficou evidente no tipo de fratura que prevaleceu (tipo IV) no corpo da dentina. A morfologia da dentina com túbulos dentinários expostos e sinais de fratura em camadas não significa que a união foi mais resistente que a dentina. Provavelmente, a área da dentina desmineralizada pelo ácido fosfórico não foi preenchida totalmente pelo adesivo, deixando essa região sujeita a não resistir as tensões aplicadas. Essa é uma das diferenças entre a técnica de cimentação convencional e a técnica com adesivo autocondicionante. Para complementar essa suposição, na morfologia da região da união são visíveis as deposições de prata mais intensas e contínuas (Figuras 21 C e D). Estas caracterizações da área de união entre o cimento ARC – adesivo convencional – dentina demonstraram o quanto a hidratação da região é crítica para a longevidade do procedimento da união.

O adesivo universal é uma solução que mistura o monômero MDP, HEMA, ácido poliacrílico e água/etanol e foi usado em combinação o cimento autoadesivo U200. Essa forma de cimentação gerou resultados de resistência de união que não diferiram estatisticamente quando comparado aos valores obtidos com Panavia V5 que usa o *primer* autocodicionante e o Rely X ARC com adesivo convencional, no período de 24 horas. Neste período ainda, a aplicação da pressão pulpar também não produziu diferenças estatisticamente significativas entre os produtos e estratégias de união, exceto quando comparado ao grupo do U 200. No entanto, depois de 12 meses de armazenagem em água, a resistência de união foi reduzida em

50% e não foi influenciada pela pressão pulpar. É provável que apenas armazenamento tenha sido suficiente para permear a camada de adesivo universal com conseqüente degradação. Isto praticamente ocultou a ação da pressão hidrostática. O tipo de fratura também foi prevalentemente coesivo no cimento, mas é visível no lado da dentina a presença de espaços vazios (poros) resultante da permeação do adesivo pela água (Figura 17 C). No lado oposto, correspondente ao material restaurador está presente uma massa amorfa reproduzindo os espaços vazios e poros formados no interior do cimento resinoso (Figura 17 D). Na região da união é visualizada a área de interação entre cimento-adesivo-dentina com prata metálica depositada na base do adesivo, comprovando assim a presença da água na região (Figura 20). Dessa forma, a água que permeou a camada de adesivo também foi responsável pela degradação do polímero e redução da resistência mecânica da união.

O *primer* autocondicionante tem natureza ácida devido a maior concentração de monômeros hidrófilos com grupamentos funcionais (NIKAIDO et al., 2011; WATANABE; et al., 1994) e é utilizado no condicionamento da dentina previamente ao uso do cimento resinoso Panavia V5. É interessante notar que neste *primer* está presente o monômero hidrófilo HEMA, além do MDP que também possui um grupo funcional hidrófilo. Este grupo funcional fosfato é responsável pela diminuição da acidez do *primer*, após ser ionizado pela água contida na composição e capaz de modificar a camada de *smear layer* para facilitar o contato do fosfato com o cálcio da dentina para a formação da união química (CARRILHO et al., 2019; VAN MEERBEEK et al., 2011a). Também é importante considerar que a *smear layer* limita a saída de fluidos pelos túbulos dentinários. Como essa camada foi alterada pelo *primer* (KAMBARA et al., 2012; TAY et al., 2000), pode ocorrer exsudação da umidade pelos túbulos que ao reagir com o HEMA, forma um hidrogel manométrico (PEPPAS et al., 2000) dentro da camada híbrida que serve como local da difusão da água proveniente dos túbulos dentinários, gerando as porosidades do polímero ao longo do tempo. Na ilustração da Figura 13 D, o padrão de fratura coesivo no cimento (Tipo I) é prevalente e observamos no lado do espécime correspondente ao dente, em que foi usado o Panavia V5, que a massa de cimento apresenta áreas porosas que se interligam entre si com aparência de canaletas. Na Figura 19D é vista a presença dos grãos de prata na área de união. Essa nanoinfiltração corresponde a defeitos na interface resina-dentina e podem servir como vias de degradação do polímero (CARRILHO et al., 2019; MUÑOZ et al., 2015). Provavelmente, este processo em que a água permeou a camada de adesivo e hidrolisou as moléculas das cadeias poliméricas do cimento foi responsável pela redução da resistência de união entre o cimento Panavia V5 e dentina após a

aplicação da pressão pulpar (Tabela 3) e confirma estudos anteriores (BACCHI et al., 2015b; MAK et al., 2002; SAURO et al., 2007). Mesmo com a redução significativa do valor de resistência de união, após a aplicação da pressão pulpar, o cimento Panavia V5 não diferiu estatisticamente em relação ao ARC e foi superior aos grupos do U200 + SBU e U200. Esse melhor desempenho pode estar relacionado a reação química do *primer* que assim que entra em contato com o cimento inicia a autopolimerização. Essa rapidez na polimerização adesivo-cimento, provavelmente foi capaz de selar a dentina nas primeiras 24 horas e não sofrer a influência do tempo de armazenamento em água.

Para o grupo do cimento autoadesivo U200, a resistência de união foi estatisticamente inferior aos demais grupos, no período de 24 horas e não foi diferente estatisticamente apenas em relação ao grupo SBU+U200, no tempo de 12 meses de armazenamento. O insuficiente efeito de desmineralização da dentina do U 200, mesmo com menor pH foi confirmado pela ausência de uma área distinta de desmineralização e hibridização, conforme relatado no estudo de Demunck et al., 2004. Este cimento apresenta reação química com a *smear layer*. No entanto, existem áreas em que a *smear layer* não está unida à dentina e torna-se o elo mais fraco da união (KAMBARA et al., 2012). Isto explica o menor valor de resistência de união obtido para o U200, independente da pressão pulpar ser ou não aplicada ou do armazenamento, como verificado neste estudo. Além disso, a reação ácido-base entre o monômero metacrilato fosfatado e as partículas inorgânicas lixiviáveis pode ser negativamente influenciada pela água dos túbulos dentinários (ESCRIBANO et al., 2006; FERRACANE et al., 2011a). Como consequência, a polimerização pode ser afetada e resultar em porosidades na matriz polimérica, como mostrada nas imagens do modo de fratura do U 200, no período de 24 horas (Figura 20 D). Apesar de apresentar prevalência de falhas coesivas no cimento (tipo I) e coesiva em cimento e dentina (tipo VI), foi observado a presença de espaços vazios na parte do espécime correspondente à dentina. Na parte homóloga está o cimento contendo as porosidades (Figura 16 C). No período de 12 meses ocorreu maior percentual de fraturas coesivas no cimento (tipo I). Entretanto, apesar de ser falha coesiva, a morfologia da superfície do cimento fraturada é caracterizada por regiões vazias com aparência de poros formados na área de contato com a dentina. Esses espaços vazios são reproduzidos na parte análoga (figuras 14 B e D), na qual o cimento está aderido no material restaurador. A região de união entre cimento e dentina apresentou deposição intensa de prata, no período de 12 meses de armazenamento, sendo que a presença da prata metálica foi contínua na região de união do grupo submetido à pressão pulpar (Figura 19 D).

Neste estudo, o período de armazenamento (24 horas e 12 meses) produziu efeito na resistência adesiva, mas foi dependente do material. Apenas para os grupos experimentais ARC e U200/SBU os valores foram reduzidos. Além disso, a influência da pressão pulpar simulada também foi dependente do material. Dessa forma, os materiais ARC e U200/SBU e suas respectivas estratégias de união foram mais susceptíveis à influência tanto do armazenamento como do efeito da pressão pulpar rejeitando a hipótese 1 e 3.

Assim, é importante ressaltar que a aplicação do cimento resinoso sobre o adesivo convencional ou autocondicionante ou ainda, a aplicação somente do cimento autoadesivo não foram suficientes para conter a exsudação do fluido dos túbulos dentinários, embora a pressão hidrostática tenha produzido efeito adverso apenas na união dos cimentos resinosos (ARC e Panavia V) à dentina. Os resultados deste estudo mostraram que o cimento autoadesivo não foi afetado pela pressão pulpar ou armazenamento em água (24 horas e 12 meses). No entanto, a resistência de união foi inferior aos demais produtos que usaram adesivo previamente à utilização do cimento resinoso. Isso nos leva a ponderar que o uso de *primer* autocondicionante contendo MDP pode ser uma alternativa para selar a dentina e limitar a exsudação de fluidos dos túbulos dentinários, como mostrado nos resultados deste estudo, em relação PanaviaV5. Entretanto, essa união produzida pelo *primer* autocondicionante poderia ser complementada pela aplicação de uma camada de resina adesiva com características mais hidrófobas sobre a superfície da camada do *primer* autocondicionante, caracterizando assim, o procedimento já discutido na técnica denominada de selamento imediato da dentina (*resin coating*) (NIKAIDO et al., 2018). Outros estudos nesse sentido devem ser desenvolvidos para esclarecer o processo e prevenir a influência da água, independente da pressão pulpar, no procedimento de cimentação.

7. Conclusão

De acordo com os resultados deste estudo podemos concluir que:

1. A pressão pulpar influenciou a resistência adesiva dos cimentos Rely X ARC e Panavia V5, no período de 12 meses de armazenamento em água;
2. O cimento autoadesivo U200 apresentou resistência de união significativamente menor em relação aos demais cimentos resinosos nos períodos de 24 horas e 12 meses de armazenamento, independente da aplicação da pressão pulpar.
3. A resistência adesiva do cimento Panavia V5 não foi influenciada pelo tempo de armazenamento.
4. A região de união de todos os cimentos com a dentina apresentou deposição de grãos de prata com diferentes intensidades de acordo com a aplicação da pressão pulpar e armazenamento em água.
5. As fraturas predominantes foram tipo I (coesiva no cimento) e tipo VI (coesiva entre o cimento e dentina).

Referências

- ABU NAWAREG, M. M. et al. Adhesive sealing of dentin surfaces in vitro: A review *American Journal of Dentistry*, 2015.
- AGEE, K. A. et al. Water distribution in dentin matrices: Bound vs. unbound water. *Dental Materials*, v. 31, n. 3, p. 205–216, 2015.
- AGUIAR, T. R. et al. Effect of storage times and mechanical load cycling on dentin bond strength of conventional and self-adhesive resin luting cements. *Journal of Prosthetic Dentistry*, v. 111, n. 5, p. 404–410, 2014.
- AKIMOTO, T.; KADOMA, Y.; IMAI, Y. Study on adhesion mechanism of MMA-TBBO resin to dentin. A model experiment using decalcified dentin. *Shika zairyo, kikai -Journal of the Japanese Society for Dental Materials and Devices*, v. 9, n. 2, p. 320–5, mar. 1990.
- ARMSTRONG, S. et al. Academy of Dental Materials guidance on in vitro testing of dental composite bonding effectiveness to dentin/enamel using micro-tensile bond strength (TBS) approach. *Dental Materials*, v. 33, n. 2, p. 133–143, 2017.
- ARRAIS, C. A. G.; GIANNINI, M.; RUEGGEBERG, F. A. Kinetic analysis of monomer conversion in auto- and dual-polymerizing modes of commercial resin luting cements. *Journal of Prosthetic Dentistry*, v. 101, n. 2, p. 128–136, 2009.
- BACCHI, A. et al. Effects of simulated pulpal pressure, mechanical and thermocycling challenge on the microtensile bond strength of resin luting cements. *International Journal of Adhesion and Adhesives*, v. 60, p. 69–74, 2015a.
- BACCHI, A. et al. Influence of 3 - month Simulated Pulpal Pressure on the Microtensile Bond Strength of Simplified Resin Luting Systems. v. 17, n. 3, 2015b.
- BAKRY, A. S. et al. Effect of Er:YAG laser on dentin bonding durability under simulated pulpal pressure. *The journal of adhesive dentistry*, v. 11, n. 5, p. 361–8, out. 2009.
- BEATTY, M. W. et al. Effect of crosslinking agent content, monomer functionality, and repeat unit chemistry on properties of unfilled resins. *Journal of biomedical materials research*, v. 27, n. 3, p. 403–13, mar. 1993.
- BRAGA, R. R.; CESAR, P. F.; GONZAGA, C. C. Mechanical properties of resin cements with different activation modes. *Journal of Oral Rehabilitation*, v. 29, n. 3, p. 257–262, 2002.

BRAGA, R. R.; FERRACANE, J. L.; CONDON, J. R. Polymerization contraction stress in dual-cure cements and its effect on interfacial integrity of bonded inlays. *Journal of Dentistry*, v. 30, n. 7–8, p. 333–340, 2002.

BROWN, A. C.; BEVERIDGE, E. E. The relation between tooth pulp pressure and systemic arterial pressure. *Archives of oral biology*, v. 11, n. 11, p. 1181–93, nov. 1966.

BUONOCORE, M. G. A simple method of increasing the adhesion of acrylic filling materials to enamel surfaces. *Journal of dental research*, v. 34, n. 6, p. 849–53, dez. 1955.

BUONOCORE, M.; WILEMAN, W.; BRUDEVOLD, F. A Report on a Resin Composition Capable of Bonding to Human Dentin Surfaces. *Journal of Dental Research*, v. 35, n. 6, p. 846–851, 9 dez. 1956.

BUTLER, W. T. Dentin extracellular matrix and dentinogenesis. *Operative dentistry*, v. Suppl 5, p. 18–23, 1992.

CARRILHO, E. et al. 10-MDP based dental adhesives: Adhesive interface characterization and adhesive stability-A systematic review. *Materials*, v. 12, n. 5, p. 1–18, 2019.

CARVALHO, R. M. et al. Adhesive permeability affects coupling of resin cements that utilise self-etching primers to dentine. *Journal of Dentistry*, v. 32, n. 1, p. 55–65, 2004a.

CARVALHO, R. M. et al. Effects of pre- and post-bonding hydration on bond strength to dentin. *The journal of adhesive dentistry*, v. 6, n. 1, p. 13–7, 2004b.

CHERSONI, S. et al. In vivo and in vitro permeability of one-step self-etch adhesives. *Journal of dental research*, v. 83, n. 6, p. 459–64, jun. 2004.

DE ALEXANDRE, R. S. R. et al. Effect of Long-term Simulated Pulpal Pressure on the Bond Strength and Nanoleakage of Resin-luting Agents With Different Bonding Strategies. *Operative Dentistry*, v. 39, n. 5, p. 508–520, 2014.

DE MUNCK, J. et al. Bonding of an auto-adhesive luting material to enamel and dentin. *Dental materials : official publication of the Academy of Dental Materials*, v. 20, n. 10, p. 963–71, dez. 2004.

DE MUNCK, J. et al. A critical review of the durability of adhesion to tooth tissue: Methods and results. *Journal of Dental Research*, v. 84, n. 2, p. 118–132, 2005.

DEMUNCK, J. et al. Bonding of an auto-adhesive luting material to enamel and dentin. *Dental*

Materials, v. 20, n. 10, p. 963–971, dez. 2004.

DOURDA, A. O.; MOULE, A. J.; YOUNG, W. G. A morphometric analysis of the cross-sectional area of dentine occupied by dentinal tubules in human third molar teeth. *International endodontic journal*, v. 27, n. 4, p. 184–9, jul. 1994.

EBAYA, M. M.; ALI, A. I.; MAHMOUD, S. H. Evaluation of Marginal Adaptation and Microleakage of Three Glass Ionomer-Based Class V Restorations: In Vitro Study. *European journal of dentistry*, v. 13, n. 4, p. 599–606, out. 2019.

EKAMBARAM, M.; YIU, C. K. Y.; MATINLINNA, J. P. Bonding of adhesive resin to intraradicular dentine: A review of the literature. *International Journal of Adhesion and Adhesives*, v. 60, p. 92–103, 2015.

EL-DEEB HA MOBARAK EH, A. S. H. H. Bond Durability of Adhesives Containing Modified-monomer With/Without-fluoride After Aging in Artificial Saliva and Under Intrapulpal Pressure Simulation. *Operative Dentistry*, v. 38, n. 1, p. 48 à 56, 2013.

ESCRIBANO, N.; DE LA MACORRA, J. C. Microtensile bond strength of self-adhesive luting cements to ceramic. *The journal of adhesive dentistry*, v. 8, n. 5, p. 337–41, out. 2006.

FEITOSA, V. P. et al. Evaluation of the micro-mechanical strength of resin bonded-dentin interfaces submitted to short-term degradation strategies. *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials*, v. 15, p. 112–120, 2012a.

FEITOSA, V. P. et al. Hydrolytic degradation of the resin-dentine interface induced by the simulated pulpal pressure, direct and indirect water ageing. *Journal of Dentistry*, v. 40, n. 12, p. 1134–1143, 2012b.

FEITOSA, V. P. et al. Two methods to simulate intrapulpal pressure: Effects upon bonding performance of self-etch adhesives. *International Endodontic Journal*, v. 47, n. 9, p. 819–826, 2014.

FERRACANE, J. L. Hygroscopic and hydrolytic effects in dental polymer networks. *Dental Materials*, v. 22, n. 3, p. 211–222, 2006.

FERRACANE, J. L. Resin composite - State of the art. *Dental Materials*, v. 27, n. 1, p. 29–38, 2011.

FERRACANE, J. L.; STANSBURY, J. W.; BURKE, F. J. T. Self-adhesive resin cements -

chemistry, properties and clinical considerations. *Journal of Oral Rehabilitation*, v. 38, n. 4, p. 295–314, 1 abr. 2011a.

FERRACANE, J. L.; STANSBURY, J. W.; BURKE, F. J. T. Self-adhesive resin cements - chemistry, properties and clinical considerations. *Journal of Oral Rehabilitation*, v. 38, n. 4, p. 295–314, 1 abr. 2011b.

FOGEL, H. M.; MARSHALL, F. J.; PASHLEY, D. H. Effects of distance from the pulp and thickness on the hydraulic conductance of human radicular dentin. *Journal of dental research*, v. 67, n. 11, p. 1381–5, nov. 1988.

FUSAYAMA, T. et al. Non-Pressure Adhesion of a New Adhesive Restorative Resin. *Journal of Dental Research*, v. 58, n. 4, p. 1364–1370, abr. 1979.

GARBEROGLIO, R.; BRÄNNSTRÖM, M. Scanning electron microscopic investigation of human dentinal tubules. *Archives of Oral Biology*, v. 21, n. 6, p. 355–362, 1976.

GERTH, H. U. V. et al. Chemical analysis and bonding reaction of RelyX Unicem and Bifix composites-A comparative study. *Dental Materials*, v. 22, n. 10, p. 934–941, 2006.

GOLDBERG, M. et al. Dentin: structure, composition and mineralization. *Frontiers in bioscience (Elite edition)*, v. 3, p. 711–35, 2011a.

GOLDBERG, M. et al. Dentin: structure, composition and mineralization. *Frontiers in bioscience (Elite edition)*, v. 3, p. 711–35, 1 jan. 2011b.

GOODIS, H. E.; TAO, L.; PASHLEY, D. H. Evaporative water loss from human dentine in vitro. *Archives of oral biology*, v. 35, n. 7, p. 523–7, 1990.

GÖPFERICH, A. Mechanisms of polymer degradation and erosion. *Biomaterials*, v. 17, n. 2, p. 103–114, jan. 1996.

GUTIÉRREZ-SALAZAR, M. DEL P.; REYES-GASGA, J. Microhardness and chemical composition of human tooth. *Materials Research*, v. 6, n. 3, p. 367–373, 2003.

GWINNETT, A. J. Structure and composition of enamel. *Operative dentistry*, v. Suppl 5, p. 10–7, 1992.

GWINNETT, A. J.; MATSUI, A. A study of enamel adhesives. *Archives of Oral Biology*, v. 12, n. 12, p. 1615-IN46, dez. 1967.

HASHIMOTO, M. et al. The effect of hybrid layer thickness on bond strength: demineralized

dentin zone of the hybrid layer. *Dental materials* : official publication of the Academy of Dental Materials, v. 16, n. 6, p. 406–11, nov. 2000.

HASHIMOTO, M. et al. SEM and TEM analysis of water degradation of human dentinal collagen. *Journal of biomedical materials research. Part B, Applied biomaterials*, v. 66, n. 1, p. 287–98, 15 jul. 2003a.

HASHIMOTO, M. et al. In vitro degradation of resin-dentin bonds analyzed by microtensile bond test, scanning and transmission electron microscopy. *Biomaterials*, v. 24, n. 21, p. 3795–803, set. 2003b.

HASHIMOTO, M. et al. Fluid movement across the resin-dentin interface during and after bonding. *Journal of dental research*, v. 83, n. 11, p. 843–8, nov. 2004.

HASHIMOTO, M. et al. Diffusion-induced water movement within resin-dentin bonds during bonding. *Journal of biomedical materials research. Part B, Applied biomaterials*, v. 79, n. 2, p. 453–8, nov. 2006.

HILL, E. E. Dental Cements for Definitive Luting: A Review and Practical Clinical Considerations. *Dental Clinics of North America*, v. 51, n. 3, p. 643–658, 2007.

HIRAISHI, N. et al. Effect of pulpal pressure on the microtensile bond strength of luting resin cements to human dentin. *Dental Materials*, v. 25, n. 1, p. 58–66, 2009.

HIRATA, K. et al. Dentinal Fluid Movement Associated with Loading of Restorations P2 A. 1991.

HITZ, T. et al. Are self-adhesive resin cements a valid alternative to conventional resin cements? A laboratory study of the long-term bond strength. *Dental Materials*, v. 28, n. 11, p. 1183–1190, 2012.

HOSAKA, K. et al. Effect of simulated pulpal pressure on all-in-one adhesive bond strengths to dentine. *Journal of dentistry*, v. 35, n. 3, p. 207–13, mar. 2007a.

HOSAKA, K. et al. Influence of hydrostatic pulpal pressure on the microtensile bond strength of all-in-one self-etching adhesives. *The journal of adhesive dentistry*, v. 9, n. 5, p. 437–42, out. 2007b.

ILIE, N.; HICKEL, R. Resin composite restorative materials. *Australian Dental Journal*, v. 56, n. SUPPL. 1, p. 59–66, 2011.

- JACOBSEN, T.; SÖDERHOLM, K. J. Some effects of water on dentin bonding. *Dental materials : official publication of the Academy of Dental Materials*, v. 11, n. 2, p. 132–6, 1995.
- KAMBARA, K. et al. Effect of smear layer treatment on dentin bond of self-adhesive cements. *Dental Materials Journal*, v. 31, n. 6, p. 980–987, 2012.
- KIDD, E. A. M. Microleakage : a review. *Journal of Dentistry*, v. 4, n. 5, p. 199–206, 1976.
- KRÄMER, N.; LOHBAUER, U.; FRANKENBERGER, R. Adhesive luting of indirect restorations. *American journal of dentistry*, v. 13, n. Spec No, p. 60D-76D, nov. 2000.
- LEE, K.-W. et al. Sealing properties of a self-etching primer system to normal caries-affected and caries-infected dentin. *American journal of dentistry*, v. 16 Spec No, p. 68A-72A, set. 2003.
- LIU, Y. et al. Limitations in bonding to dentin and experimental strategies to prevent bond degradation. *Journal of dental research*, v. 90, n. 8, p. 953–68, ago. 2011.
- MAK, Y.-F. et al. Micro-tensile bond testing of resin cements to dentin and an indirect resin composite. *Dental materials : official publication of the Academy of Dental Materials*, v. 18, n. 8, p. 609–21, dez. 2002.
- MANSO, A. P.; CARVALHO, R. M. Dental Cements for Luting and Bonding Restorations: Self-Adhesive Resin Cements. *Dental Clinics of North America*, v. 61, n. 4, p. 821–834, 2017.
- MARCHESI, G. et al. Adhesive performance of a multi-mode adhesive system: 1-Year in vitro study. *Journal of Dentistry*, v. 42, n. 5, p. 603–612, 2014.
- MASARWA, N. et al. Longevity of Self-etch Dentin Bonding Adhesives Compared to Etch-and-rinse Dentin Bonding Adhesives: A Systematic Review. *Journal of Evidence-Based Dental Practice*, v. 16, n. 2, p. 96–106, 2016.
- MATTHEWS, W. G.; SHOWMAN, C. D.; PASHLEY, D. H. Air blast-induced evaporative water loss from human dentine, in vitro. *Archives of oral biology*, v. 38, n. 6, p. 517–23, jun. 1993.
- MICHELICH, V.; PASHLEY, D. H.; WHITFORD, G. M. Dentin permeability: a comparison of functional versus anatomical tubular radii. *Journal of dental research*, v. 57, n. 11–12, p. 1019–24, 1978.
- MOLL, K.; HALLER, B. Effect of intrinsic and extrinsic moisture on bond strength to dentine. *Journal of oral rehabilitation*, v. 27, n. 2, p. 150–165, 2000.

- MOUSAVINASAB, S. M.; MEYERS, I. Fluoride release by glass ionomer cements, compomer and giomer. *Dental research journal*, v. 6, n. 2, p. 75–81, 2009.
- MUÑOZ, M. A. et al. In vitro longevity of bonding properties of universal adhesives to dentin. *Operative dentistry*, v. 40, n. 3, p. 282–92, 2015.
- NAGARKAR, S.; THEIS-MAHON, N.; PERDIGÃO, J. Universal dental adhesives: Current status, laboratory testing, and clinical performance. *Journal of Biomedical Materials Research - Part B Applied Biomaterials*, v. 107, n. 6, p. 2121–2131, 2019.
- NAKABAYASHI, N.; KOJIMA, K.; MASUHARA, E. The promotion of adhesion by the infiltration of monomers into tooth substrates. *Journal of Biomedical Materials Research*, v. 16, n. 3, p. 265–273, maio 1982.
- NAKABAYASHI, N.; PASHLEY, D. H. *Hibridização dos Tecidos Dentais Duros*. Quintessence Editora Ltda, n. 1ªed., 2000.
- NAKABAYASHI, N.; PASHLEY, D. *Hybridization of Dental Hard Tissues*. Quintessence, Tokyo, Japan, 1998.
- NAKAJIMA, M. et al. Bonding durability of a self-etching primer system to normal and caries-affected dentin under hydrostatic pulpal pressure in vitro. *American journal of dentistry*, v. 19, n. 3, p. 147–50, jun. 2006.
- NAKAYAMA, Y.; OKAZAKI, M.; SHINTANI, H. on Adhesive Performance of Functional Monomers. p. 454–458, 2015.
- NIKAIDO, T. et al. Effect of functional monomers in all-in-one adhesive systems on formation of enamel/dentin acid-base resistant zone. *Dental materials journal*, v. 30, n. 5, p. 576–82, 2011.
- NIKAIDO, T. et al. Concept and clinical application of the resin-coating technique for indirect restorations. *Dental materials journal*, v. 37, n. 2, p. 192–196, 30 mar. 2018.
- PAMEIJER, C. H. Biocompatibility of luting cements for dental applications. In: *Biocompatibility of Dental Biomaterials*. [s.l.] Elsevier, 2017. p. 77–94.
- PASHLEY, D. Dentin-Predentin Complex and Its Permeability: Physiologic Overviwe. *Journal of Dental Research*, v. 64, n. 4, p. 613–620, 29 abr. 1985.
- PASHLEY, D. H. Smear layer: physiological considerations. *Operative dentistry. Supplement*, v. 3, p. 13–29, 1984.

- PASHLEY, D. H. et al. Collagen Degradation by Host-derived Enzymes during Aging. *Journal of Dental Research*, v. 83, n. 3, p. 216–221, 6 mar. 2004.
- PASHLEY, D. H. et al. State of the art etch-and-rinse adhesives. *Dental Materials*, v. 27, n. 1, p. 1–16, 2011.
- PASHLEY, D. H.; LIVINGSTON, M. J.; GREENHILL, J. D. Regional resistances to fluid flow in human dentine in vitro. *Archives of oral biology*, v. 23, n. 9, p. 807–10, 1978.
- PASHLEY, D. H.; MICHELICH, V.; KEHL, T. Dentin permeability: effects of smear layer removal. *The Journal of prosthetic dentistry*, v. 46, n. 5, p. 531–7, nov. 1981.
- PASHLEY DH. Dynamics of the Pulpodentinal Complex. *Crit Rev Oral Biol Med*, v. 7, n. 2, p. 104–133, 1996.
- PASHLEY, E. L. et al. Effects of HEMA on water evaporation from water-HEMA mixtures. *Dental materials : official publication of the Academy of Dental Materials*, v. 14, n. 1, p. 6–10, jan. 1998.
- PEGORARO, T. A.; DA SILVA, N. R. F. A.; CARVALHO, R. M. Cements for Use in Esthetic Dentistry. *Dental Clinics of North America*, v. 51, n. 2, p. 453–471, 2007.
- PEPPAS, N. A. et al. Hydrogels in pharmaceutical formulations. *European journal of pharmaceutics and biopharmaceutics : official journal of Arbeitsgemeinschaft fur Pharmazeutische Verfahrenstechnik e.V.*, v. 50, n. 1, p. 27–46, jul. 2000.
- PEREIRA, P. N. et al. Relationship between bond strengths and nanoleakage: evaluation of a new assessment method. *American journal of dentistry*, v. 14, n. 2, p. 100–4, abr. 2001.
- PERINKA, L.; SANO, H.; HOSODA, H. Dentin thickness, hardness, and Ca-concentration vs bond strength of dentin adhesives. *Dental materials : official publication of the Academy of Dental Materials*, v. 8, n. 4, p. 229–33, jul. 1992.
- PISANI-PROENÇA, J. et al. Influence of different surface conditioning protocols on microtensile bond strength of self-adhesive resin cements to dentin. *Journal of Prosthetic Dentistry*, v. 105, n. 4, p. 227–235, 2011.
- PIWOWARCZYK, A.; LAUER, H.-C. Mechanical properties of luting cements after water storage. *Operative dentistry*, v. 28, n. 5, p. 535–42, 2003.
- PRATI, C. et al. Measurement of dentin permeability and wetness by use of the periotron

device. *Dental Materials*, v. 7, n. 4, p. 268–273, 1991.

PRATI, C.; PASHLEY, D. H.; MONTANARI, G. Hydrostatic intrapulpal pressure and bond strength of bonding systems. *Dental materials : official publication of the Academy of Dental Materials*, v. 7, n. 1, p. 54–8, jan. 1991.

RADOVIC, I. et al. Self-adhesive resin cements: a literature review. *The journal of adhesive dentistry*, v. 10, n. 4, p. 251–8, ago. 2008.

REEDER, O. W. et al. Dentin permeability: determinants of hydraulic conductance. *Journal of dental research*, v. 57, n. 2, p. 187–93, fev. 1978.

SANARES, A. M. E. et al. Adverse surface interactions between one-bottle light-cured adhesives and chemical-cured composites. *Dental Materials*, v. 17, n. 6, p. 542–556, 2001.

SANO, H. et al. Microporous dentin zone beneath resin-impregnated layer. *Operative dentistry*, v. 19, n. 2, p. 59–64, 1994a.

SANO, H. et al. Relationship between surface area for adhesion and tensile bond strength — Evaluation of a micro-tensile bond test. *Dental Materials*, v. 10, n. 4, p. 236–240, jul. 1994b.

SANO, H. et al. Nanoleakage: leakage within the hybrid layer. *Operative dentistry*, v. 20, n. 1, p. 18–25, 1995.

SANO, H. et al. The microtensile bond strength test: Its historical background and application to bond testing. *Japanese Dental Science Review*, v. 56, n. 1, p. 24–31, 2020.

SANTANA, V. et al. Effects of Immediate Dentin Sealing and Pulpal Pressure on Resin Cement Bond Strength and Nanoleakage. *Operative Dentistry*, v. 41, n. 2, p. 189–199, mar. 2016.

SANTERRE, J. P.; SHAJII, L.; LEUNG, B. W. Relation of dental composite formulations to their degradation and the release of hydrolyzed polymeric-resin-derived products. *Critical reviews in oral biology and medicine : an official publication of the American Association of Oral Biologists*, v. 12, n. 2, p. 136–51, 2001.

SARTORI, N. et al. The influence of intrinsic water permeation on different dentin bonded interfaces formation. *Journal of Dentistry*, v. 48, p. 46–54, 2016.

SASKALAUSKAITE, E.; TAM, L. E.; MCCOMB, D. Flexural strength, elastic modulus, and pH profile of self-etch resin luting cements. *Journal of prosthodontics : official journal of the American College of Prosthodontists*, v. 17, n. 4, p. 262–8, jun. 2008.

SAURO, S. et al. Effect of simulated pulpal pressure on dentin permeability and adhesion of self-etch adhesives. *Dental Materials*, v. 23, n. 6, p. 705–713, 2007.

SAURO, S. et al. Micropermeability of current self-etching and etch-and-rinse adhesives bonded to deep dentine: A comparison study using a double-staining/confocal microscopy technique. *European Journal of Oral Sciences*, v. 116, n. 2, p. 184–193, 2008.

SIDERIDOU, I.; TSERKI, V.; PAPANASTASIOU, G. Study of water sorption, solubility and modulus of elasticity of light-cured dimethacrylate-based dental resins. *Biomaterials*, v. 24, n. 4, p. 655–65, fev. 2003.

TAY, F. R. et al. Effect of smear layers on the bonding of a self-etching primer to dentin. *The journal of adhesive dentistry*, v. 2, n. 2, p. 99–116, 2000.

TAY, F. R. et al. Aging affects two modes of nanoleakage expression in bonded dentin. *Journal of dental research*, v. 82, n. 7, p. 537–41, jul. 2003.

TAY, F. R. et al. Tubular occlusion prevents water-treeing and through-and-through fluid movement in a single-bottle, one-step self-etch adhesive model. *Journal of dental research*, v. 84, n. 10, p. 891–6, 2005.

TAY, F. R.; PASHLEY, D. H. Aggressiveness of contemporary self-etching systems. I: Depth of penetration beyond dentin smear layers. *Dental materials: official publication of the Academy of Dental Materials*, v. 17, n. 4, p. 296–308, jul. 2001.

TAY, F. R.; PASHLEY, D. H. Dental adhesives of the future. *The journal of adhesive dentistry*, v. 4, n. 2, p. 91–103, 2002.

TAY, F. R.; PASHLEY, D. H. Water treeing--a potential mechanism for degradation of dentin adhesives. *American journal of dentistry*, v. 16, n. 1, p. 6–12, fev. 2003a.

TAY, F. R.; PASHLEY, D. H. Have dentin adhesives become too hydrophilic? *Journal (Canadian Dental Association)*, v. 69, n. 11, p. 726–31, dez. 2003b.

TAY, F. R.; PASHLEY, D. H.; YOSHIYAMA, M. Two Modes of Nanoleakage Expression in Single-step Adhesives. *Journal of Dental Research*, v. 81, n. 7, p. 472–476, jul. 2002.

TEN CATE, A. R. *Oral Histology: Development, Structure and Function*. St. Louis: Mosby, v. 4ed., p. 169, 1994.

TJÄDERHANE, L. et al. Dentin basic structure and composition-an overview. *Endodontic*

Topics, v. 20, n. 1, p. 3–29, 2009.

TØNDER, K. J.; KVINNSLAND, I. Micropuncture measurements of interstitial fluid pressure in normal and inflamed dental pulp in cats. *Journal of endodontics*, v. 9, n. 3, p. 105–9, mar. 1983.

TYAS, M. J. et al. Minimal intervention dentistry - A review: FDI Commission Project 1-97. *International Dental Journal*, v. 50, n. 1, p. 1–12, 2000.

VAN LANDUYT, K. L.; YOSHIDA, Y.; AL., H. ET AL. Influence of the Chemical Structure of Functional Monomers. *Journal of Dental Research*, v. 87, n. 8, p. 757–761, 2008.

VAN MEERBEEK, B. et al. State of the art of self-etch adhesives. *Dental Materials*, v. 27, n. 1, p. 17–28, 2011a.

VAN MEERBEEK, B. et al. State of the art of self-etch adhesives. *Dental Materials*, v. 27, n. 1, p. 17–28, 2011b.

VAN NOORT, R.; MICHELE, B. *Introduction to Dental Materials*. 4th ed. [s.l.: s.n.].

VAZ, R. R. et al. Bond Strength and Interfacial Micromorphology of Etch-and-Rinse and Self-Adhesive Resin Cements to Dentin. *Journal of Prosthodontics*, v. 21, n. 2, p. 101–111, 2012.

WATANABE, I.; NAKABAYASHI, N.; PASHLEY, D. H. Bonding to ground dentin by a phenyl-P self-etching primer. *Journal of dental research*, v. 73, n. 6, p. 1212–20, jun. 1994.

YAMAUCHI, K. et al. Etch-and-rinse vs self-etch mode for dentin bonding effectiveness of universal adhesives. *Journal of Oral Science*, v. 61, n. 4, p. 549–553, 2019.

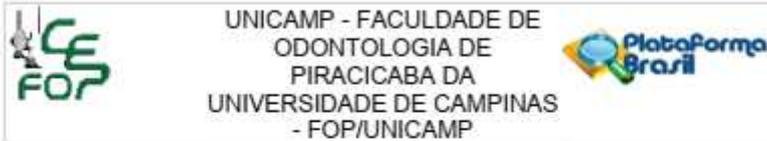
YOSHIDA, Y. et al. Evidence of chemical bonding at biomaterial-hard tissue interfaces. *Journal of dental research*, v. 79, n. 2, p. 709–14, fev. 2000.

ZHENG, L. W.; WANG, J. Y.; QING YU, R. *Biomaterials in Dentistry*. [s.l.] Elsevier Inc., 2019.

Anexos

Anexo 1- Comitê de ética em Pesquisa.

	UNICAMP - FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE PIRACICABA DA UNIVERSIDADE DE CAMPINAS - FOP/UNICAMP													
PARECER CONSUBSTANCIADO DO CEP														
DADOS DO PROJETO DE PESQUISA														
Título da Pesquisa: Influência da pressão pulpar no desempenho de cimentos resinosos unidos à dentina.														
Pesquisador: PAOLO TULIO DI NIZO														
Área Temática:														
Versão: 3														
CAAE: 15857919.7.0000.5418														
Instituição Proponente: Faculdade de Odontologia de Piracicaba - Unicamp														
Patrocinador Principal: Financiamento Próprio														
DADOS DO PARECER														
Número do Parecer: 3.545.265														
Apresentação do Projeto:														
Transcrição editada do conteúdo do registro do protocolo e dos arquivos anexados a Plataforma Brasil														
<p>Delineamento da pesquisa: Trata-se de um estudo experimental, longitudinal, analítico e controlado. Os 160 molares humanos extraídos serão armazenados a 4 °C em água por não mais de um mês. Serão obtidos 128 coroas para microtração e 32 coroas para nanoinfiltração, cada uma com espessura dentinária entre 0,7-0,8 mm, removendo-se primeiro as raízes a 1mm abaixo da junção cimento esmalte. METODOLOGIA:</p> <p>Preparação de amostra: Os 160 molares humanos extraídos serão armazenados a 4°C em água por não mais de um mês. Serão obtidos 128 coroas para microtração e 32 coroas para nanoinfiltração, cada uma com espessura dentinária entre 0,7-0,8 mm, removendo-se primeiro as raízes a 1mm abaixo da junção cimento esmalte (JCE) usando um disco diamantado refrigerado a água de baixa velocidade (Isomet, Buehler, Lake Bluff, IL, EUA). O esmalte oclusal de cada segmento da coroa será subsequentemente removido com um corte paralelo a 1,5 mm acima da JCE para expor a dentina. A dentina exposta será polida com lixas de granulação 180 a 600 de carboneto de silício. O tecido pulpar será removido da câmara pulpar exposta sem alterar a superfície pré-dentina. Utilizou-se um paquímetro para medir a espessura dentinária restante entre 0,7 e 0,8 mm. Posteriormente, os</p>														
<table border="1" style="width: 100%; border-collapse: collapse;"> <tr> <td colspan="3">Endereço: Av. Limeira 901 Casa Postal 52</td> </tr> <tr> <td>Bairro: Anália</td> <td>CEP: 13.414-903</td> <td></td> </tr> <tr> <td>UF: SP</td> <td>Município: PIRACICABA</td> <td></td> </tr> <tr> <td>Telefone: (19)2106-5349</td> <td>Fax: (19)2106-5349</td> <td>E-mail: cep@fop.unicamp.br</td> </tr> </table>			Endereço: Av. Limeira 901 Casa Postal 52			Bairro: Anália	CEP: 13.414-903		UF: SP	Município: PIRACICABA		Telefone: (19)2106-5349	Fax: (19)2106-5349	E-mail: cep@fop.unicamp.br
Endereço: Av. Limeira 901 Casa Postal 52														
Bairro: Anália	CEP: 13.414-903													
UF: SP	Município: PIRACICABA													
Telefone: (19)2106-5349	Fax: (19)2106-5349	E-mail: cep@fop.unicamp.br												
Página 01 de 11														



Contribuição do Parecer: 3.545,265

Pesquisadores	5_declaracao_do_pesquisador.pdf	15:47:30	NIZO	Acerto
Declaração de Instituição e Infraestrutura	4_Declaracao_de_Infraestrutura.pdf	13/05/2019 15:40:21	PAOLO TULIO DI NIZO	Acerto
Folha de Rosto	Folha_de_rosto.pdf	13/05/2019 15:12:36	PAOLO TULIO DI NIZO	Acerto

Situação do Parecer:

Aprovado

Necessita Apreciação da CONEP:

Não

PIRACICABA, 30 de Agosto de 2019

Assinado por:
Fernanda Miori Pascon
(Coordenador(a))

Endereço: Av. Linhares 901 Caixa Postal 52
Bairro: Anália CEP: 13.414-903
UF: SP Município: PIRACICABA
Telefone: (19)2106-5349 Fax: (19)2106-5349 E-mail: cep@fop.unicamp.br

Anexo 2 – Relatório estatístico

Análisis de varianza univariante

Factores inter-sujetos

		Etiqueta del valor	N
Cimento	1	Pan	32
	2	ARC	32
	3	u200+SBU	32
	4	u200	32
Pressao	1	Sem pressao	64
	2	Com pressao	64
Tempo	1	24h	64
	2	1 ano	64

Contraste de Levene sobre la igualdad de las varianzas error^a

Variable dependiente: RU

F	gl1	gl2	Sig.
1.526	15	112	.108

Contrasta la hipótesis nula de que la varianza error de la variable dependiente es igual a lo largo de todos los grupos.^a

a. Diseño: Intersección + Cimento + Pressao + Tempo + Cimento *
 Pressao + Cimento * Tempo + Pressao * Tempo + Cimento *
 Pressao * Tempo

Pruebas de los efectos inter-sujetos

Variable dependiente: RU

Origen	Suma de cuadrados tipo III	gl	Media cuadrática	F	Sig.
Modelo corregido	3448.480 ^a	15	229.899	11.911	.000
Intersección	22194.927	1	22194.927	1149.956	.000
Cemento	1528.696	3	509.565	26.401	.000
Pressao	28.283	1	28.283	1.465	.229
Tempo	783.486	1	783.486	40.594	.000
Cemento * Pressao	187.803	3	62.601	3.243	.025
Cemento * Tempo	538.608	3	179.536	9.302	.000
Pressao * Tempo	176.382	1	176.382	9.139	.003
Cemento * Pressao * Tempo	205.222	3	68.407	3.544	.017
Error	2161.675	112	19.301		
Total	27805.083	128			
Total corregida	5610.155	127			

a. R cuadrado = .615 (R cuadrado corregida = .563)

Medias marginales estimadas

1. Cemento

Estimaciones

Variable dependiente: RU

Cemento	Media	Error típ.	Intervalo de confianza 95%	
			Límite inferior	Límite superior
Pan	15.902	.777	14.363	17.441
ARC	16.608	.777	15.069	18.146
u200+SBU	12.251	.777	10.712	13.790
u200	7.912	.777	6.373	9.451

Comparaciones por pares

Variable dependiente: RU

(I)Cemento	(J)Cemento	Diferencia de medias (I-J)	Error típ.	Sig. ^b	Intervalo de confianza al 95 % para la diferencia ^b	
					Límite inferior	Límite superior
	ARC	-.706	1.098	.522	-2.882	1.470
Pan	u200+SBU	3.651*	1.098	.001	1.475	5.827
	u200	7.990*	1.098	.000	5.814	10.166
	Pan	.706	1.098	.522	-1.470	2.882
ARC	u200+SBU	4.357*	1.098	.000	2.181	6.533
	u200	8.696*	1.098	.000	6.519	10.872
	Pan	-3.651*	1.098	.001	-5.827	-1.475
u200+SBU	ARC	-4.357*	1.098	.000	-6.533	-2.181
	u200	4.339*	1.098	.000	2.163	6.515
	Pan	-7.990*	1.098	.000	-10.166	-5.814
u200	ARC	-8.696*	1.098	.000	-10.872	-6.519
	u200+SBU	-4.339*	1.098	.000	-6.515	-2.163

Basadas en las medias marginales estimadas.

*. La diferencia de medias es significativa al nivel

b. Ajuste para comparaciones múltiples: Diferencia menos significativa (equivalente a la ausencia de ajuste).

Contrastes univariados

Variable dependiente: RU

	Suma de cuadrados	gl	Media cuadrática	F	Sig.
Contraste	1528.696	3	509.565	26.401	.000
Error	2161.675	112	19.301		

Cada prueba F contrasta el efecto simple de Cimento en cada combinación de niveles del resto de los efectos mostrados.

2. Pressao

Estimaciones

Variable dependiente: RU

Pressao	Media	Error típ.	Intervalo de confianza 95%	
			Límite inferior	Límite superior
Sem pressao	13.638	.549	12.550	14.726
Com pressao	12.698	.549	11.610	13.786

Comparaciones por pares

Variable dependiente: RU

(I)Pressao	(J)Pressao	Diferencia de medias (I-J)	Error típ.	Sig. ^a	Intervalo de confianza al 95 % para la diferencia ^a	
					Límite inferior	Límite superior
Sem pressao	Com pressao	.940	.777	.229	-.599	2.479
Com pressao	Sem pressao	-.940	.777	.229	-2.479	.599

Basadas en las medias marginales estimadas.

a. Ajuste para comparaciones múltiples: Diferencia menos significativa (equivalente a la ausencia de ajuste).

Contrastes univariados

Variable dependiente: RU

	Suma de cuadrados	gl	Media cuadrática	F	Sig.
Contraste	28.283	1	28.283	1.465	.229
Error	2161.675	112	19.301		

Cada prueba F contrasta el efecto simple de Pressao en cada combinación de niveles del resto de los efectos mostrados.

3. Tempo

Estimaciones

Variable dependiente: RU

Tempo	Media	Error típ.	Intervalo de confianza 95%
-------	-------	------------	----------------------------

			Límite inferior	Límite superior
24h	15.642	.549	14.554	16.730
1 ano	10.694	.549	9.606	11.782

Comparaciones por pares

Variable dependiente: RU

(I)Tempo	(J)Tempo	Diferencia de medias (I-J)	Error típ.	Sig. ^b	Intervalo de confianza al 95 % para la diferencia ^b	
					Límite inferior	Límite superior
24h	1 ano	4.948*	.777	.000	3.409	6.487
1 ano	24h	-4.948*	.777	.000	-6.487	-3.409

Basadas en las medias marginales estimadas.

*. La diferencia de medias es significativa al nivel

b. Ajuste para comparaciones múltiples: Diferencia menos significativa (equivalente a la ausencia de ajuste).

Contrastes univariados

Variable dependiente: RU

	Suma de cuadrados	gl	Media cuadrática	F	Sig.
Contraste	783.486	1	783.486	40.594	.000
Error	2161.675	112	19.301		

Cada prueba F contrasta el efecto simple de Tempo en cada combinación de niveles del resto de los efectos mostrados.

4. Cimento * Pressao

Variable dependiente: RU

Cimento	Pressao	Media	Error típ.	Intervalo de confianza 95%	
				Límite inferior	Límite superior
Pan	Sem pressao	16.573	1.098	14.397	18.749
	Com pressao	15.231	1.098	13.055	17.407
ARC	Sem pressao	18.954	1.098	16.778	21.131
	Com pressao	14.261	1.098	12.085	16.437
u200+SBU	Sem pressao	11.954	1.098	9.778	14.130
	Com pressao	12.547	1.098	10.371	14.723
u200	Sem pressao	7.071	1.098	4.895	9.247
	Com pressao	8.753	1.098	6.577	10.929

5. Cimento * Tempo

Variable dependiente: RU

Cimento	Tempo	Media	Error típ.	Intervalo de confianza 95%	
				Límite inferior	Límite superior
Pan	24h	15.972	1.098	13.796	18.148
	1 ano	15.832	1.098	13.656	18.008
ARC	24h	18.442	1.098	16.266	20.619
	1 ano	14.773	1.098	12.597	16.949
u200+SBU	24h	17.980	1.098	15.804	20.157
	1 ano	6.521	1.098	4.345	8.697
u200	24h	10.174	1.098	7.998	12.350
	1 ano	5.650	1.098	3.474	7.826

6. Pressao * Tempo

Variable dependiente: RU

Pressao	Tempo	Media	Error t�p.	Intervalo de confianza 95%	
				L�mite inferior	L�mite superior
Sem pressao	24h	14.938	.777	13.400	16.477
	1 ano	12.338	.777	10.799	13.877
Com pressao	24h	16.346	.777	14.807	17.885
	1 ano	9.050	.777	7.511	10.589

7. Cimento * Pressao * Tempo

Variable dependiente: RU

Cimento	Pressao	Tempo	Media	Error t�p.	Intervalo de confianza 95%	
					L�mite inferior	L�mite superior
Pan	Sem pressao	24h	14.133	1.553	11.055	17.210
		1 ano	19.013	1.553	15.935	22.090
	Com pressao	24h	17.811	1.553	14.734	20.889
		1 ano	12.651	1.553	9.573	15.728
ARC	Sem pressao	24h	18.467	1.553	15.390	21.545
		1 ano	19.442	1.553	16.364	22.519
	Com pressao	24h	18.418	1.553	15.340	21.495
		1 ano	10.104	1.553	7.027	13.182
u200+SBU	Sem pressao	24h	17.418	1.553	14.341	20.496
		1 ano	6.490	1.553	3.413	9.568
	Com pressao	24h	18.542	1.553	15.465	21.620
		1 ano	6.552	1.553	3.474	9.629
u200	Sem pressao	24h	9.735	1.553	6.657	12.813

	1 ano	4.407	1.553	1.329	7.485
	24h	10.613	1.553	7.535	13.690
Com pressao	1 ano	6.894	1.553	3.816	9.971

8. Cimento * Pressao * Tempo

Estimaciones

Variable dependiente: RU

Cimento	Pressao	Tempo	Media	Error típ.	Intervalo de confianza 95%	
					Límite inferior	Límite superior
Pan	Sem pressao	24h	14.133	1.553	11.055	17.210
		1 ano	19.013	1.553	15.935	22.090
	Com pressao	24h	17.811	1.553	14.734	20.889
		1 ano	12.651	1.553	9.573	15.728
ARC	Sem pressao	24h	18.467	1.553	15.390	21.545
		1 ano	19.442	1.553	16.364	22.519
	Com pressao	24h	18.418	1.553	15.340	21.495
		1 ano	10.104	1.553	7.027	13.182
u200+SBU	Sem pressao	24h	17.418	1.553	14.341	20.496
		1 ano	6.490	1.553	3.413	9.568
	Com pressao	24h	18.542	1.553	15.465	21.620
		1 ano	6.552	1.553	3.474	9.629
u200	Sem pressao	24h	9.735	1.553	6.657	12.813
		1 ano	4.407	1.553	1.329	7.485

	24h	10.613	1.553	7.535	13.690
Com pressao	1 ano	6.894	1.553	3.816	9.971

Comparaciones por pares

Variable dependiente: RU

Pressao	Tempo	(I)Cimento	(J)Cimento	Diferencia de medias (I-J)	Error típ.	Sig. ^b	Intervalo de confianza al 95 % para la diferencia ^b	
							Límite inferior	Límite superior
Sem pressao	24h	Pan	ARC	-4.335	2.197	.051	-8.687	.018
			u200+SBU	-3.286	2.197	.138	-7.638	1.067
			u200	4.398*	2.197	.048	.045	8.750
			Pan	4.335	2.197	.051	-.018	8.687
		ARC	u200+SBU	1.049	2.197	.634	-3.303	5.401
			u200	8.732*	2.197	.000	4.380	13.085
			Pan	3.286	2.197	.138	-1.067	7.638
			u200+SBU	-1.049	2.197	.634	-5.401	3.303
	1 ano	Pan	ARC	7.683*	2.197	.001	3.331	12.036
			Pan	-4.398*	2.197	.048	-8.750	-.045
			u200	-8.732*	2.197	.000	-13.085	-4.380
			u200+SBU	-7.683*	2.197	.001	-12.036	-3.331
		ARC	ARC	-.429	2.197	.846	-4.781	3.924
			Pan	12.523*	2.197	.000	8.170	16.875
			u200	14.606*	2.197	.000	10.254	18.958
			Pan	.429	2.197	.846	-3.924	4.781

	Pan		-6.099*	2.197	.006	-10.451	-1.746
u200+SBU	ARC		-3.552	2.197	.109	-7.905	.800
	u200		-.342	2.197	.877	-4.694	4.011
	Pan		-5.757*	2.197	.010	-10.109	-1.405
u200	ARC		-3.211	2.197	.147	-7.563	1.142
	u200+SBU		.342	2.197	.877	-4.011	4.694

Basadas en las medias marginales estimadas.

*. La diferencia de medias es significativa al nivel

b. Ajuste para comparaciones múltiples: Diferencia menos significativa (equivalente a la ausencia de ajuste).

Contrastes univariados

Variable dependiente: RU

Pressao	Tempo	Suma de cuadrados	gl	Media cuadrática	F	Sig.	
Sem pressao	24h	Contraste	370.622	3	123.541	6.401	.000
		Error	2161.675	112	19.301		
	1 ano	Contraste	1536.899	3	512.300	26.543	.000
		Error	2161.675	112	19.301		
Com pressao	24h	Contraste	353.084	3	117.695	6.098	.001
		Error	2161.675	112	19.301		
	1 ano	Contraste	199.725	3	66.575	3.449	.019
		Error	2161.675	112	19.301		

Cada prueba F contrasta el efecto de Cimento. Estos contrastes se basan en las comparaciones por pares, linealmente independientes, entre las medias marginales estimadas. Estas pruebas se basan en las comparaciones por pares linealmente independientes entre las medias marginales estimadas.

9. Cimento * Pressao * Tempo

Estimaciones

Variable dependiente: RU

Cimento	Pressao	Tempo	Media	Error t�p.	Intervalo de confianza 95%	
					L�mite inferior	L�mite superior
Pan	Sem pressao	24h	14.133	1.553	11.055	17.210
		1 ano	19.013	1.553	15.935	22.090
	Com pressao	24h	17.811	1.553	14.734	20.889
		1 ano	12.651	1.553	9.573	15.728
ARC	Sem pressao	24h	18.467	1.553	15.390	21.545
		1 ano	19.442	1.553	16.364	22.519
	Com pressao	24h	18.418	1.553	15.340	21.495
		1 ano	10.104	1.553	7.027	13.182
u200+SBU	Sem pressao	24h	17.418	1.553	14.341	20.496
		1 ano	6.490	1.553	3.413	9.568
	Com pressao	24h	18.542	1.553	15.465	21.620
		1 ano	6.552	1.553	3.474	9.629
u200	Sem pressao	24h	9.735	1.553	6.657	12.813
		1 ano	4.407	1.553	1.329	7.485
	Com pressao	24h	10.613	1.553	7.535	13.690
		1 ano	6.894	1.553	3.816	9.971

Comparaciones por pares

Variable dependiente: RU

Cimento	Tempo	(I)Pressao	(J)Pressao	Diferencia de medias (I-J)	Error típ.	Sig. ^b	Intervalo de confianza al 95 % para la diferencia ^b	
							Límite inferior	Límite superior
Pan	24h	Sem pressao	Com pressao	-3.679	2.197	.097	-8.031	.674
		Com pressao	Sem pressao	3.679	2.197	.097	-.674	8.031
	1 ano	Sem pressao	Com pressao	6.362*	2.197	.005	2.010	10.715
		Com pressao	Sem pressao	-6.362*	2.197	.005	-10.715	-2.010
ARC	24h	Sem pressao	Com pressao	.050	2.197	.982	-4.303	4.402
		Com pressao	Sem pressao	-.050	2.197	.982	-4.402	4.303
	1 ano	Sem pressao	Com pressao	9.337*	2.197	.000	4.985	13.690
		Com pressao	Sem pressao	-9.337*	2.197	.000	-13.690	-4.985
u200+SBU	24h	Sem pressao	Com pressao	-1.124	2.197	.610	-5.476	3.228
		Com pressao	Sem pressao	1.124	2.197	.610	-3.228	5.476
	1 ano	Sem pressao	Com pressao	-.062	2.197	.978	-4.414	4.291
		Com pressao	Sem pressao	.062	2.197	.978	-4.291	4.414
u200	24h	Sem pressao	Com pressao	-.878	2.197	.690	-5.230	3.475
		Com pressao	Sem pressao	.878	2.197	.690	-3.475	5.230

	Sem pressao	Com pressao	-2.487	2.197	.260	-6.839	1.866
1 ano	Com pressao	Sem pressao	2.487	2.197	.260	-1.866	6.839

Basadas en las medias marginales estimadas.

*. La diferencia de medias es significativa al nivel

b. Ajuste para comparaciones múltiples: Diferencia menos significativa (equivalente a la ausencia de ajuste).

Contrastes univariados

Variable dependiente: RU

Cemento	Tempo	Suma de cuadrados	gl	Media cuadrática	F	Sig.	
Pan	24h	Contraste	54.133	1	54.133	2.805	.097
		Error	2161.675	112	19.301		
	1 ano	Contraste	161.919	1	161.919	8.389	.005
		Error	2161.675	112	19.301		
ARC	24h	Contraste	.010	1	.010	.001	.982
		Error	2161.675	112	19.301		
	1 ano	Contraste	348.746	1	348.746	18.069	.000
		Error	2161.675	112	19.301		
u200+SBU	24h	Contraste	5.054	1	5.054	.262	.610
		Error	2161.675	112	19.301		
	1 ano	Contraste	.015	1	.015	.001	.978
		Error	2161.675	112	19.301		
u200	24h	Contraste	3.080	1	3.080	.160	.690
		Error	2161.675	112	19.301		
	1 ano	Contraste	24.733	1	24.733	1.281	.260

Error	2161.675	112	19.301		
-------	----------	-----	--------	--	--

Cada prueba F contrasta el efecto de Pressao. Estos contrastes se basan en las comparaciones por pares, linealmente independientes, entre las medias marginales estimadas. Estas pruebas se basan en las comparaciones por pares linealmente independientes entre las medias marginales estimadas.

10. Cimento * Pressao * Tempo

Estimaciones

Variable dependiente: RU

Cimento	Pressao	Tempo	Media	Error típ.	Intervalo de confianza 95%	
					Límite inferior	Límite superior
Pan	Sem pressao	24h	14.133	1.553	11.055	17.210
		1 ano	19.013	1.553	15.935	22.090
	Com pressao	24h	17.811	1.553	14.734	20.889

ARC	Sem pressao	1 ano	12.651	1.553	9.573	15.728
		24h	18.467	1.553	15.390	21.545
	Com pressao	1 ano	19.442	1.553	16.364	22.519
		24h	18.418	1.553	15.340	21.495
u200+SBU	Sem pressao	1 ano	10.104	1.553	7.027	13.182
		24h	17.418	1.553	14.341	20.496
	Com pressao	1 ano	6.490	1.553	3.413	9.568
		24h	18.542	1.553	15.465	21.620
u200	Sem pressao	1 ano	6.552	1.553	3.474	9.629
		24h	9.735	1.553	6.657	12.813
	Com pressao	1 ano	4.407	1.553	1.329	7.485
		24h	10.613	1.553	7.535	13.690
		1 ano	6.894	1.553	3.816	9.971

Comparaciones por pares

Variable dependiente: RU

Cemento	Pressao	(I)Tempo	(J)Tempo	Diferencia de medias (I-J)	Error típ.	Sig. ^b	Intervalo de confianza al 95 % para la diferencia ^b	
							Límite inferior	Límite superior
Pan	Sem pressao	24h	1 ano	-4.880*	2.197	.028	-9.233	-.528
		1 ano	24h	4.880*	2.197	.028	.528	9.233
	Com pressao	24h	1 ano	5.161*	2.197	.021	.809	9.513
		1 ano	24h	-5.161*	2.197	.021	-9.513	-.809
ARC	Sem pressao	24h	1 ano	-.974	2.197	.658	-5.327	3.378
		1 ano	24h	.974	2.197	.658	-3.378	5.327
	Com pressao	24h	1 ano	8.313*	2.197	.000	3.961	12.666
		1 ano	24h	-8.313*	2.197	.000	-12.666	-3.961

u200+SBU	Sem	24h	1 ano	10.928*	2.197	.000	6.576	15.280
	pressao	1 ano	24h	-10.928*	2.197	.000	-15.280	-6.576
	Com	24h	1 ano	11.991*	2.197	.000	7.638	16.343
	pressao	1 ano	24h	-11.991*	2.197	.000	-16.343	-7.638
u200	Sem	24h	1 ano	5.328*	2.197	.017	.976	9.680
	pressao	1 ano	24h	-5.328*	2.197	.017	-9.680	-.976
	Com	24h	1 ano	3.719	2.197	.093	-.633	8.071
	pressao	1 ano	24h	-3.719	2.197	.093	-8.071	.633

Basadas en las medias marginales estimadas.

*. La diferencia de medias es significativa al nivel

b. Ajuste para comparaciones múltiples: Diferencia menos significativa (equivalente a la ausencia de ajuste).

Contrastes univariados

Variable dependiente: RU

Cimento	Pressao		Suma de cuadrados	gl	Media cuadrática	F	Sig.
Pan	Sem pressao	Contraste	95.267	1	95.267	4.936	.028
		Error	2161.675	112	19.301		
	Com pressao	Contraste	106.539	1	106.539	5.520	.021
		Error	2161.675	112	19.301		
ARC	Sem pressao	Contraste	3.798	1	3.798	.197	.658
		Error	2161.675	112	19.301		
	Com pressao	Contraste	276.441	1	276.441	14.323	.000
		Error	2161.675	112	19.301		
u200+SBU	Sem pressao	Contraste	477.696	1	477.696	24.750	.000
		Error	2161.675	112	19.301		
	Com pressao	Contraste	575.088	1	575.088	29.796	.000
		Error	2161.675	112	19.301		

u200	Error	2161.675	112	19.301		
	Contraste	113.550	1	113.550	5.883	.017
	Sem pressao					
	Error	2161.675	112	19.301		
	Contraste	55.320	1	55.320	2.866	.093
	Com pressao					
	Error	2161.675	112	19.301		

Cada prueba F contrasta el efecto de Tempo. Estos contrastes se basan en las comparaciones por pares, linealmente independientes, entre las medias marginales estimadas. Estas pruebas se basan en las comparaciones por pares linealmente independientes entre las medias marginales estimadas.

Pruebas post hoc

Cemento

Comparaciones múltiples

Variable dependiente: RU

DHS de Tukey

(I)Cemento	(J)Cemento	Diferencia de medias (I-J)	Error típ.	Sig.	Intervalo de confianza 95%	
					Límite inferior	Límite superior
Pan	ARC	-.7058	1.09831	.918	-3.5702	2.1586
	u200+SBU	3.6511*	1.09831	.006	.7867	6.5156
	u200	7.9898*	1.09831	.000	5.1254	10.8542
ARC	Pan	.7058	1.09831	.918	-2.1586	3.5702
	u200+SBU	4.3569*	1.09831	.001	1.4925	7.2214

	u200	8.6956*	1.09831	.000	5.8312	11.5601
	Pan	-3.6511*	1.09831	.006	-6.5156	-.7867
u200+SBU	ARC	-4.3569*	1.09831	.001	-7.2214	-1.4925
	u200	4.3387*	1.09831	.001	1.4743	7.2031
	Pan	-7.9898*	1.09831	.000	-10.8542	-5.1254
u200	ARC	-8.6956*	1.09831	.000	-11.5601	-5.8312
	u200+SBU	-4.3387*	1.09831	.001	-7.2031	-1.4743

Basadas en las medias observadas.

El término de error es la media cuadrática(Error) = 19.301.

*. La diferencia de medias es significativa al nivel

Subconjuntos homogéneos

RU

DHS de Tukey^{a,b}

Cemento	N	Subconjunto		
		1	2	3
u200	32	7.9120		
u200+SBU	32		12.2507	
Pan	32			15.9018
ARC	32			16.6077
Sig.		1.000	1.000	.918

Se muestran las medias de los grupos de subconjuntos homogéneos.

Basadas en las medias observadas.

El término de error es la media cuadrática(Error) = 19.301.

a. Usa el tamaño muestral de la media armónica = 32.000

b. Alfa =

Estadísticos descriptivos

Variable dependiente: RU

Cemento	Pressao	Tempo	Media	Desviación típica	N
		24h	14.1326	4.02616	8
	Sem pressao	1 ano	19.0129	4.45673	8
		Total	16.5728	4.81508	16
		24h	17.8114	5.72637	8
Pan	Com pressao	1 ano	12.6505	6.73396	8
		Total	15.2309	6.60051	16
		24h	15.9720	5.14549	16
	Total	1 ano	15.8317	6.42069	16
		Total	15.9018	5.72397	32
		24h	18.4673	3.98395	8
	Sem pressao	1 ano	19.4416	5.32883	8
		Total	18.9544	4.57293	16
		24h	18.4175	4.05277	8
ARC	Com pressao	1 ano	10.1043	6.56999	8
		Total	14.2609	6.79985	16
		24h	18.4424	3.88233	16
	Total	1 ano	14.7729	7.52629	16
		Total	16.6077	6.17874	32

		24h	17.4184	2.34116	8
	Sem pressao	1 ano	6.4903	4.87673	8
	Total		11.9543	6.74557	16
		24h	18.5424	2.00882	8
u200+SBU	Com pressao	1 ano	6.5519	4.42592	8
	Total		12.5471	7.02594	16
		24h	17.9804	2.18584	16
	Total	1 ano	6.5211	4.49899	16
	Total		12.2507	6.78188	32
		24h	9.7350	1.80664	8
	Sem pressao	1 ano	4.4070	4.64039	8
	Total		7.0710	4.37516	16
		24h	10.6125	1.62134	8
u200	Com pressao	1 ano	6.8936	3.22941	8
	Total		8.7531	3.12757	16
		24h	10.1738	1.71908	16
	Total	1 ano	5.6503	4.06997	16
	Total		7.9120	3.83738	32
		24h	14.9383	4.60157	32
	Sem pressao	1 ano	12.3379	8.40875	32
	Total		13.6381	6.85047	64
		24h	16.3459	4.89979	32
Total	Com pressao	1 ano	9.0501	5.76258	32
	Total		12.6980	6.45540	64
		24h	15.6421	4.76821	64
	Total	1 ano	10.6940	7.34016	64
	Total		13.1681	6.64639	128

Anexo 3- Verificação de originalidade e prevenção de plágio

ORIGINALITY REPORT			
26%			
SIMILARITY INDEX	24%	6%	6%
	INTERNET SOURCES	PUBLICATIONS	STUDENT PAPERS
PRIMARY SOURCES			
1	repositorio.unicamp.br Internet Source		14%
2	repositorio.unesp.br Internet Source		2%
3	teses.usp.br Internet Source		1%
4	Submitted to Universidade Estadual de Campinas Student Paper		1%
5	tede2.uepg.br Internet Source		1%
6	bdt.d.unifal-mg.edu.br:8080 Internet Source		<1%
7	www.forp.usp.br Internet Source		<1%
8	repositorio.ufsc.br Internet Source		<1%
9	www.foar.unesp.br		