



ERICK KAMIYA COPPINI

**INFLUENCE OF ENAMEL ACID-ETCHING ON
MECHANICAL PROPERTIES AND NANOLEAKAGE OF
RESIN COMPOSITE RESTORATIONS AFTER
THERMOMECHANICAL AGING**

**INFLUÊNCIA DO CONDICIONAMENTO ÁCIDO DO
ÂNGULO CAVOSUPERFICIAL NAS PROPRIEDADES
MECÂNICAS E NANOINFILTRAÇÃO DE RESTAURAÇÕES
APÓS ENVELHECIMENTO TERMOMECÂNICO**

PIRACICABA

2013



**Universidade Estadual de Campinas
Faculdade de Odontologia de Piracicaba**

ERICK KAMIYA COPPINI

**Influence of enamel acid-etching on mechanical properties and
nanoleakage of resin composite restorations after
thermomechanical aging**

**Influência do condicionamento ácido do ângulo cavosuperficial
nas propriedades mecânicas e nanoinfiltração de restaurações
após envelhecimento termomecânico**

Dissertation presents to the Piracicaba Dentistry School of the University of Campinas in partial fulfillment of the requirements for the degree of Master in Clinical Dentistry, in Dentistry área

Dissertação apresentada à Faculdade de Odontologia de Piracicaba da Universidade Estadual de Campinas como parte dos requisitos exigidos para obtenção do Título de Mestre em Clínica Odontológica, na área de Dentística

Orientador: Prof. Dr. Luís Alexandre Maffei Sartini Paulillo

Este exemplar corresponde à versão final
da dissertação defendido pelo aluno, e
orientada pelo prof. Dr. Luís Alexandre Maffei Sartini Paulillo.

Assinatura do orientador

Piracicaba
2014

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

C795i Coppini, Erick Kamiya, 1989-
Influência do condicionamento ácido do ângulo cavosuperficial nas propriedades mecânicas e nanoinfiltração de restaurações após envelhecimento termomecânico / Erick Kamiya Coppini. – Piracicaba, SP : [s.n.], 2013.

Orientador: Luís Alexandre Maffei Sartini Paulillo.
Dissertação (mestrado) – Universidade Estadual de Campinas, Faculdade de Odontologia de Piracicaba.

1. Cavidade dentária - Preparo. 2. Ataque ácido dentário. 3. Resistência à tração. I. Paulillo, Luís Alexandre Maffei Sartini, 1962-. II. Universidade Estadual de Campinas. Faculdade de Odontologia de Piracicaba. III. Título.

Informações para Biblioteca Digital

Título em outro idioma: Influence of enamel acid-etching on mechanical properties and nanoleakage of resin composite restorations after thermomechanical aging

Palavras-chave em inglês:

Dental cavity preparation

Acid etching, dental

Tensile strength

Área de concentração: Dentística

Titulação: Mestre em Clínica Odontológica

Banca examinadora:

Luís Alexandre Maffei Sartini Paulillo [Orientador]

Angela Alexandre Meira Dias

Flávio Henrique Baggio Aguiar

Data de defesa: 18-12-2013

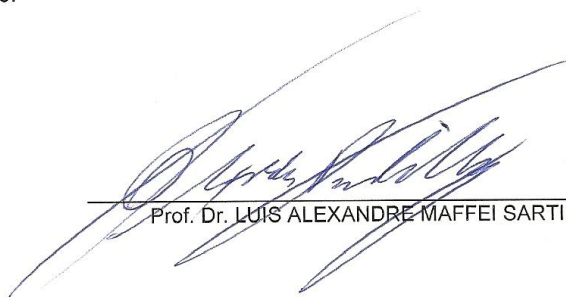
Programa de Pós-Graduação: Clínica Odontológica



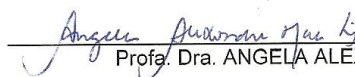
UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS
Faculdade de Odontologia de Piracicaba



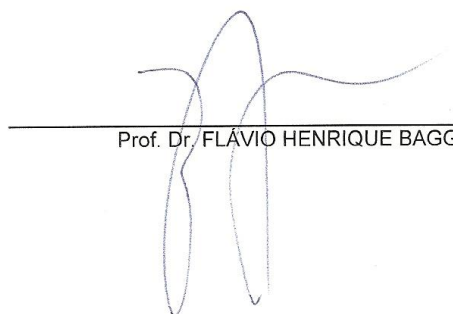
A Comissão Julgadora dos trabalhos de Defesa de Dissertação de Mestrado, em sessão pública realizada em 18 de Dezembro de 2013, considerou o candidato ERICK KAMIYA COPPINI aprovado.



Prof. Dr. LUIS ALEXANDRE MAFFEI SARTINI PAULILLO



Profa. Dra. ANGELA ALEXANDRE MEIRA DIAS



Prof. Dr. FLAVIO HENRIQUE BAGGIO AGUIAR

RESUMO

O objetivo deste estudo foi avaliar a influência do condicionamento ácido do ângulo cavosuperficial de cavidades Classe I, restauradas com resinas compostas, na qualidade de união entre a parede pulpar e restauração, na microdureza Knoop e na nanoinfiltração após envelhecimento termomecânico. Foram selecionados 76 molares hígidos divididos em 2 ensaios, microtração e microdureza, com 32 dentes cada ($n=8$) e 12 dentes ($n=3$) para análise da nanoinfiltração. As cavidades foram preparadas em máquina padronizadora de preparos cavitários. Após o preparo, metade dos dentes tiveram o esmalte cavosuperficial condicionado com ácido fosfórico à 35%, e restaurados com um sistema restaurador a base de silorano ou a base de metacrilato. Depois de restauradas as amostras foram levadas à máquina de ciclagem termomecânica, na qual foi realizado o envelhecimento artificial da restauração através de 200.000 ciclos mecânicos com carga de 80N à frequência de 2 Hz e térmicos por enchimento da câmara por 30 segundos e 15 segundos de drenagem, com temperaturas variando entre 5 e 55°C. Terminado o envelhecimento as amostras foram submetidas aos ensaios mecânicos de resistência à microtração e microdureza e análise da nanoinfiltração. Para análise estatística foi realizado análise de variância à 2 fatores e teste de Tuckey ($p \leq 0,05$). O grupo em que as restaurações foram confeccionadas com o sistema restaurador a base de metacrilato sem condicionamento ácido do esmalte cavosuperficial apresentou os menores valores de microtração com diferença estatística significativa para os demais grupos que não diferiram entre si. A resina composta a base de metacrilato apresentou valores significativamente maiores de microdureza em comparação com a resina a base de silorano. A análise da nanoinfiltração mostrou infiltração moderada para os grupos restaurados com o sistema restaurador a base de metacrilato, sendo que para o grupo restaurado sem condicionamento do ângulo cavosuperficial houve a formação de *Water Trees*. Por outro lado, para os

grupos restaurados com o sistema a base de silorano, foi observada baixa infiltração. Pôde-se concluir que o condicionamento ácido favoreceu a união da restauração com o sistema a base de metacrilato, e ainda, que a resina composta a base de metacrilato possui maior microdureza que a resina composta a base de silorano e que houve a presença de infiltração moderada nos grupos restaurados com o sistema restaurador a base de metacrilato e baixa infiltração para o sistema a base de silorano.

PALAVRAS-CHAVE: Preparo de Cavidade Dentária; Ataque Ácido Dentário; Resistência à Tração

ABSTRACT

The aim of this study was to evaluate the cavosuperficial enamel acid-etching influence in class I cavities, filled with composites on microtensile bond strength, Knoop microhardness and nanoleakage after thermomechanic ageing. It was selected 76 sound molar splitted on: 32 teeth to microtensile test (n=8); 32 teeth to Knoop microhardness (n=8); and 12 teeth (n=3) to nanoleakage analysis. The cavities were prepared on a standard cavity preparation machine. Half of the teeth had the cavosuperficial enamel etched with 35% phosphoric acid and restored with a Silorane restorative system or a Methacrylate restorative system. After the conclusion of the restoration procedures, the teeth were taken to a thermomechanic cycling machine where the artificial ageing was performed with 200.000 mechanical cycles with an 80 N load in a 2HZ frequency and thermocycling by filling the chambers for 30 seconds and 15 seconds drainage with the temperatures varying between 5°C and 55°C. The samples were submitted to the microtensile bond strength test, Knoop microhardness and nanoleakage evaluation. To statistical analysis it was performed the ANOVA two-way and Tuckey test ($p \leq 0,05$). The group restored with methacrylate without acid-etching showed the lowest values of microtensile bond strength and it was statistically different to the other groups that have no difference between them. The methacrylate composite presented statistically higher values on Knoop microhardness compared to silorane composite. The nanoleakage analysis showed low infiltration to silorane restorative system and moderate infiltration to the methacrylate restorative system. The methacrylate group restored without enamel acid-etching showed the formation of Water Trees. It can be concluded that the acid-etching improved the bond strength to the methacrylate system. The methacrylate composite has bigger Knoop microhardness than silorane composite. The methacrylate restorative system showed moderate infiltration on nanoleakage analysis.

KEYWORDS: Dental Cavity Preparation; Acid Etching, Dental; Tensile Strength

SUMÁRIO

DEDICATÓRIA	xiii
AGRADECIMENTOS	xv
INTRODUÇÃO	1
CAPÍTULO 1: Influence of enamel acid-etching on mechanical properties and nanoleakage of resin composite restorations after thermomechanical aging	4
CONCLUSÃO	23
REFERÊNCIAS	24
APÊNDICE	27
ANEXO 1: Carta de aprovação do Comitê de Ética em Pesquisa	47
ANEXO 2: Comprovante de envio para publicação do artigo do capítulo 1	48

DEDICATÓRIA

Dedico este trabalho aos meus pais Aldoir Fidele Coppini e Luzia Mineko Kamiya Coppini pela compreensão, pela energia, pela força que me proporcionam, por se manterem firmes e que mesmo tão distante de Piracicaba sempre fizeram o possível e o impossível para me ajudar, me escutar e aconselhar em momentos difíceis. Portanto dedico cada momento destes anos de mestrado, cada minuto no laboratório e o resultado final deste projeto. Com certeza sem vocês este trabalho não seria possível de ser concretizado.

AGRADECIMENTOS

Primeiramente agradeço a Deus por me iluminar e guiar e proporcionar todas as coisas da minha vida.

Agradeço à Faculdade de Odontologia de Piracicaba da Universidade de Campinas, na pessoa do seu diretor, Prof. Dr. Jacks Jorge Júnior.

À Coordenadoria de Pós-Graduação da Faculdade de Odontologia Piracicaba da Universidade de Campinas e a Coordenadoria do curso de Pós-Graduação em Clínica Odontológica da Faculdade de Odontologia Piracicaba da Universidade de Campinas.

Agradeço ao meu orientador Prof. Dr. Luís Alexandre Maffei Sartini Paulillo pela confiança ao me aceitar como orientado, pela oportunidade oferecida de fazer parte do curso de Pós-Graduação em Clínica Odontológica, pelos ensinamentos, pela paciência e por me orientar e ajudar na execução deste trabalho. Sou grato a todas as coisas que este brilhante profissional me proporcionou nestes anos de mestrado.

Aos professores da Área de Dentística, Prof. Dr. Luis Alexandre Maffei Sartini Paulillo, Prof. Dr. Flávio Henrique Baggio Aguiar, Prof. Dr. José Roberto Lovadino, Prof. Dra. Débora Alves Nunes Leite Lima, Prof. Dra. Gisele Maria Marchi, Prof. Dr. Luis Roberto Marcondes Martins e Prof. Dr. Marcelo Giannini, pela colaboração em minha formação acadêmica.

Agradeço a minha família que sempre me apoiou em todos os momentos em especial minha avó Hatuko Kamiya, que me sempre me incentivou.

À minha namorada Cynthia Issobe Rangi por me ajudar e me escutar em todos os momentos. Por ter sido companheira e fiel amiga em cada dificuldade e estresse, sempre escutando, dando sugestões, me incentivando e apoiando. Obrigado por nunca me deixar desistir e sempre me fazer seguir em frente.

Aos meus amigos Dayane Carvalho Ramos Salles de Oliveira e Henrique Heringer Vieira pelo companheirismo e amizade nestes anos de mestrado. Vocês

sabem o quanto foram importantes na execução deste trabalho e o quanto foram importantes durante esse tempo.

As minhas companheiras de orientação de Mestrado e Doutorado da Pós-Graduação em Clínica Odontológica – Área de Dentística: Lúcia Trazzi Prieto, Isabel Ferreira Barbosa e Suelem Chasse Barreto pela companhia e pela ajuda que vocês me proporcionaram.

Aos meus companheiros de Pós-Graduação por cada batalha vencida e apoio que proporcionamos uns aos outros, em especial: Juliana Públio, Núbia Pini, Maria do Carmo Mainardi, Rafael Pacheco e Érika Clavijo. A vocês muito obrigado.

À Mônica Barnabé, funcionária da área de Dentística, por todos os serviços e pela amizade, sempre disposta a nos ajudar.

Agradeço a Adriano Martins, responsável pelo Microscópio Eletrônico de Varredura, que me auxiliou diretamente na confecção de uma parte deste trabalho, por muito me ensinar e pela paciência.

Agradeço a todos que direta ou indiretamente me auxiliaram e tornaram este projeto em uma realidade, muito obrigado.

INTRODUÇÃO

O material de eleição para a realização de restaurações diretas, em dentes posteriores, é a resina composta. Dentre as características deste material, a tensão de polimerização é um de seus maiores problemas, pois essa característica pode estar associada a falhas adesivas e perda do selamento marginal (ZHENGDI *et al.*, 2007; CALHEIROS *et al.*, 2007; CUNHA *et al.*, 2008). Esta falta de união pode levar à sensibilidade pós-operatória, pigmentação marginal e cáries secundárias (CARVALHO *et al.* 1996, LI *et al.*, 2000 SILVA *et al.*, 2006; CALHEIROS *et al.*, 2007; BRANDT *et al.*, 2008).

Para se minimizar esse problema, resinas compostas com diferentes composições foram lançadas no mercado a fim de diminuir o efeito da tensão resultante da contração de polimerização na interface de união entre esses materiais e o substrato dental.

O primeiro material nesta linha foi a resina composta a base de Silorano Filtek P90, que possui em sua composição monômeros de Siloxano e Oxirano, sendo esta a razão de seu nome (WEINMANN *et al.*, 2005).

A Filtek P90 possui polimerização por meio de reação catiônica, na qual há a abertura dos anéis cicloalifáticos de oxirano para posterior reação em cadeia dos mesmos, estabilizada pelo monômero altamente hidrófobo de siloxano, resultando em contração inferior a 1% (WEINMANN *et al.*, 2005). Essa característica confere melhor integridade marginal (PALIN *et al.*, 2005; PAPADOGIANNIS *et al.* 2009) e menor microinfiltração quando comparado às resinas compostas a base de metacrilato (PALIN *et al.* 2005). Devido a essa diferença em sua composição, essa resina necessita de sistema adesivo autocondicionante próprio para união com o substrato dental (SANTINI e MILETIC, 2008).

Por outro lado, os adesivos autocondicionantes auxiliam no desempenho clínico das restaurações de compósitos, pois apresentam manipulação mais simples, aplicação mais rápida (VAN MEERBEEK *et al.*, 2003) e menor dificuldade

técnica, o que proporciona menos erros por parte do operador durante sua aplicação (DE MUNCH *et al.*, 2005). No entanto, em esmalte a penetração desses adesivos pode ser deficiente (VAN LANDUYT *et al.*, 2006), podendo levar a degradações na interface dente/restauração o que resultaria na formação de fendas e possíveis infiltrações marginais (PERDIGÃO *et al.*, 2006; KNOBLOCH *et al.* 2007; UEKUSA *et al.*, 2007; BAGIS *et al.*, 2008).

Para se aumentar o embricamento mecânico entre o esmalte e os adesivos auto-condicionantes têm-se proposto o condicionamento ácido do esmalte cavosuperficial (LIMA *et al.*, 2012), bem como têm-se estudado a relação desse condicionamento do esmalte com a resistência à união em dentina (SOUZA-JÚNIOR *et al.*, 2011).

No entanto, o sentido do vetor de contração de polimerização é em direção às paredes de maior união. Por isso quando se aumenta a união em esmalte pode-se aumentar a tensão, resultante da contração de polimerização, no substrato dentinário levando à diminuição da resistência à união, principalmente na parede pulpar, apesar da técnica incremental (SOARES *et al.*, 2013).

Outra propriedade importante é a microdureza que pode predizer o comportamento clínico do material, além disso, a microdureza Knoop também pode ser usada como forma indireta de se avaliar o Grau de Conversão (PORTO *et al.*, 2013). Se o material apresenta baixo grau de conversão, a tensão resultante da contração de polimerização seria menor e como consequência tem-se maior estabilidade na margem, podendo levar à conclusões incorretas sobre a interface de união.

Desta maneira a microdureza Knoop foi utilizada neste estudo como forma de se avaliar o Grau de Conversão, e indiretamente, a tensão gerada na interface de união.

A nanoinfiltração avalia a qualidade da camada híbrida e pode ser resultado de uma incompleta infiltração do adesivo na dentina desmineralizada (SANO *et al.*, 1995) o que pode ocasionar um colapso hidrolítico na camada adesiva ou no

colágeno dentro da camada híbrida, comprometendo a estabilidade da adesão entre a dentina e a resina composta (EICK *et al.*, 1997).

Assim sendo, é de grande relevância avaliar o comportamento mecânico das resinas compostas à base de silorano após o condicionamento do ângulo cavosuperficial e ciclagem térmica e mecânica simulando as condições do ambiente bucal.

CAPÍTULO 1

Influence of enamel acid-etching on mechanical properties and nanoleakage of resin composite restorations after thermomechanical aging

ABSTRACT

Objective: Low-shrinkage composites were created to withstand the typical adhesive failure and marginal sealing loss that are seen with composite shrinkage. The aim of this study was to evaluate how acid-etching of the cavosurface enamel in Class I resin composite restorations influences the bond strength to the pulpal wall and the restoration, Knoop microhardness and nanoleakage after thermomechanical aging.

Methods: For this research 76 fresh human molars were selected and restored with Silorane or Clearfil SE Bond/Z350XT composite divided in 4 groups (Silorane system restored with or without enamel cavosurface acid-etching and Clearfil SE Bond/Z350XT with or without enamel cavosurface acid-etching). To induce artificial aging, samples were subjected to thermomechanical cycling through 200,000 cycles of 80N loading, 2 cycles/second, and thermal cycling between 5 and 55 °C with 30 second filling and 15-second drainage steps. Microhardness and microtensile bond strength were evaluated in 32 teeth (n=8) each and nanoleakage evaluation was performed in 12 teeth (n=3).

Results: Samples restored by Clearfil SE Bond/Z350 XT without cavosurface acid-etching showed significantly lower microtensile bond strength results. The resin composite Z350XT presented higher values of Knoop microhardness. It was observed little or no infiltration for Silorane groups and moderate infiltration for Clearfil SE Bond groups.

Conclusion: Acid-etching improved the ability of the Clearfil SE Plus/Z350 XT restorative system to withstand thermomechanical aging in terms of the microtensile bond strength, but did not influence the behaviour of the Silorane restorative system.

Clinical significance: Acid-etching of the cavosurface enamel during restoration procedure with Clearfil Se Bond resulted in a stronger bond after thermomechanical cycling. Silorane groups showed less infiltration than Clearfil SE Bond groups.

Key words: Dental cavity preparation; Acid etching, dental; Tensile strength; Silorane; Adhesive.

INTRODUCTION

Shrinkage of dental composites is an ongoing challenge in dentistry. Composite shrinkage can cause adhesive failure and loss of marginal sealing,^{1,2} resulting in post operative sensitivity, marginal staining, and secondary caries.²⁻⁵

Silorane is a low-shrinkage, low-interfacial stress resin composite composed of a matrix of siloxane and oxirane. It is polymerized through a cationic reaction involving the cycloaliphatic oxirane ring opening. The resulting composite exhibits less than 1% shrinkage,⁶ which leads to better marginal integrity^{7,8} and less microleakage compared to methacrylate composites.⁸ In addition to the monomer composition, factors that influence the stresses created by polymerization include the photoinitiator, number and type of filler, c-factor, restorative technique, and light source.^{1,10}

The composites are used with adhesive systems. Compared to total-etch adhesives, self-etch adhesive systems are easier to manipulate, can be applied more rapidly,¹⁰ and are less technique-sensitive, leading to fewer errors during application.¹¹ However, self-etch adhesives can present deficient penetration of the enamel¹², leading to faster degradation of the interface¹³⁻¹⁶ and subsequent infiltration of the hybrid layer. Acid-etching of the cavosurface enamel has been suggested as a means to improve the bond strength of the enamel, as well as the longevity and quality of the interface.^{17,18} However, the vector of polymerization shrinkage is directed towards the walls with the highest bond strength. An overly

large increase of the enamel bond strength could cause a decrease of the dentin bond strength, even when a layering technique is used, because the stress of polymerization shrinkage would be concentrated on this area.¹⁹

In clinical evaluation, the microhardness of a composite material is an important indirect means for estimating the degree of conversion (DC) of the polymer.²⁰ A polymer that presents a relatively low DC will exert less stress after polymerization shrinkage. Although this condition leads to better marginal stability, it could also mask the bond strength results.

In this study, the Knoop microhardness was tested to evaluate the DC and to ascertain (indirectly) the stress at the restoration interface. The aim was to evaluate how acid-etching of the cavosurface enamel during a Class I restoration influences the Knoop microhardness of the composite, the microtensile bond strength between the pulpal wall and the restoration composite, and the nanoleakage after thermomechanical aging. The hypotheses of this study were as follows: (1) acid-etching would influence the quality of the bond strength on the pulpal wall/restoration after aging, (2) Silorane would present superior mechanical properties, and (3) Nanoleakage would not differ between the two tested restorative systems.

MATERIALS AND METHODS

This research was approved by the Ethics Research Committee of Piracicaba Dental School – University of Campinas (number N 089/2012). The study consisted of three tests, measuring the microtensile bond strength, the microhardness, and the nanoleakage. The materials used are described in Table 1.

Briefly, 76 freshly extracted human third molars were stored for 24 hours in a buffered 0.1% thymol solution at 37 °C. After cleaning, the teeth were stored in distilled water until cavity preparation. The teeth were embedded in polystyrene resin. Their occlusal surfaces were planed in a polishing machine (Arotec Ind., São Paulo, Brazil) with 400-grit sandpaper (3M 411Q, Sumaré Brazil, SP, Brazil). A

standard cavity preparation machine was used to create a Class I cavity in each polished tooth. Each cavity had the following dimensions: 5 mm in the mesiodistal direction, 4 mm in the buccolingual direction, and 3 mm in depth. Cavities were made with a #56 carbide bur (KG Sorensen Ind. E Com Ltda., Barueri, SP, Brazil), which was replaced after every 5 cavities.

For the restorative procedure, half of the samples (38 teeth) were randomly selected and subjected to acid-etching of cavosurface enamel with 35% phosphoric acid for 30 seconds. The surface was washed thoroughly with water for 30 seconds and dried with air jets. Half of these acid-etched teeth (19 teeth) were restored with Silorane and the other half (19 teeth) with Clearfil SE Bond/Z350 XT. Similarly, for the samples that had not been acid-etched (38 teeth), 19 teeth were restored with Silorane and 19 teeth with Clearfil SE Bone/Z350 XT. The restorative procedure is described in Table 2.

After being kept in an environment at 37 °C with relative humidity for 24 hours, samples were placed in a thermomechanical cycling machine (MSFT, Elquip, São Carlos, SP, Brazil). Each sample underwent 200,000 cycles of loading at 80N and 2 cycles/second. Loading was applied perpendicular to and in the centre of the restoration. Thermal cycling was performed by 30-second water filling and 15-second drainage steps, with temperatures ranging between 5 and 55 °C.

Microhardness and microtensile bond strength were evaluated in 32 teeth (n=8) each. Nanoleakage evaluation was performed in 12 teeth (n=3) (Figure 2). For the microtensile bond strength test, dental crowns were separated from the root portion, perpendicular to the long-axis of the tooth, with a double-sided diamond disc (KG Sorensen). The crowns were set in a metallographic precision cutter (Isomet 1000, Buehler Ltd., Lake Buff, IL, USA). Serial sections perpendicular to the long-axis of the crowns were cut with a high-concentration diamond disc (Extec Corp., Enfield, CT, USA), used at low speed and under constant irrigation. This process resulted in stick-shaped samples (0.9 × 0.9 mm), where each stick included a portion of the bonding interface to the pulpal wall. The sticks were kept in an environment with relative humidity until the microtensile test.

The fracture mode of each sample was evaluated on scanning electron microscopy (SEM) and classified as adhesive, mixed, or cohesive in dentin or resin.

For the Knoop microhardness test, the crowns were separated from the root portions of the teeth as described above. The crowns were placed in a metallographic cutter and sliced into two parts through the centre of the restoration, in the mesiodistal direction parallel to the long-axis of the tooth. Both parts of the tooth were embedded in the same cylinder of polystyrene resin, to facilitate microhardness testing. The restored face was finished with silicon carbide sandpaper (600-, 1200-, and 2000-grit) and polished by diamond paste (3-, 1-, and 0.25-mm granulations), applied with felt disks on a polisher underwater cooling. Between each sandpaper treatment, the samples were ultrasonicated in distilled water for 5 minutes. To measure the microhardness, three indentations were made for 20 seconds each under a 25g load (HMV-2000, Shimadzu, Japan) at three depths measured from the top of the tooth: 100 μm (top), 1500 μm (middle), and 2900 μm (base), at 25 μm from the mesial or distal wall.

Nanoleakage analysis was performed on 12 teeth ($n=3$). Using a metallographic cutter machine, three mesiodistal cuts were made in each tooth, resulting in two 1-mm-thick slices. Slices were immersed in a solution of ammoniacal silver nitrate for 24 hours, washed in distilled water, immersed in light developer for 8 hours, and then embedded in polystyrene resin.²¹ Embedded samples were polished with silicon carbide sandpaper and diamond paste (3-, 1-, and 0.25- μm granulations). Samples were demineralized and deproteinized with 85% phosphoric acid and 2% hypochlorite.

Samples were dehydrated in serial ethanol solutions (25%, 50%, 75%, 90%, and 100%). Dehydration was maintained by silica until the samples were ready to be coated with carbon for viewing by SEM. Samples were coated with carbon (Baltec SputterCoater - SCD – 050) and observed by SEM (JEOL JSM, 5600 LV), operated at 20 kV under high vacuum power, yielding backscattered electron images. Image J software was used to evaluate the infiltration of silver ions into the samples.

RESULTS

Microtensile test results

Etching ($p = 0.0015$) and the interaction between the restorative system and etching had significant effects according to ANOVA two-way. Therefore, the post-hoc Tukey test was applied for interaction (Table 3), which revealed that samples restored by Clearfil SE Bond/Z350 without cavosurface enamel acid-etching had the lowest microtensile bond strength results among the groups ($p < 0.05$) (Table 3). No other significant differences in microtensile bond strength were observed.

Fracture pattern results

All of the samples exhibited a mixed fracture pattern, with the adhesive showing the largest fracture areas and fractures also observed in the dentin.

Knoop hardness test

For the microhardness test results, ANOVA two-way only revealed statistically significant differences for the composite resin ($p = 0.0001$) and the interaction between the composite and cavosurface acid-etching ($p = 0.0109$). Interactions between other factors or interactions had no statistical significance. Therefore, the post-hoc Tukey test was applied to the interaction between the composite and cavosurface acid-etching (Table 4), which showed significant differences in microhardness between the Z350 XT and Silorane composite resins, independent of whether cavosurface acid-etching was performed and the depth at which the microhardness was measured.

Nanoleakage results

All of the samples were analysed for silver infiltration via SEM. Samples restored with Silorane showed low (Figure 1) or no infiltration (Figure 2) of silver nitrate, whereas samples restored with Clearfil SE Bond/Z350XT showed moderate infiltration (Figure 3 and 4). The group restored with Clearfil SE Bond/Z350 XT, without previous acid-etching, showed infiltration with greater continuity and Water Trees (Figure 5).

DISCUSSION

The first hypothesis of this study, that acid-etching would influence the quality of the bond strength on the pulpal wall, was found to be partially correct. Statistically lower microtensile bond strength results were observed only for the groups restored with Clearfil SE Bond/Z350 XT without acid etching. The two-step self-etching adhesive system has good clinical performance when the adhesive is bound to dentin, but not to enamel.^{10,22} Selective etching has been shown to increase the bond strength of enamel,²³ improve the marginal sealing, and reduce the incidence of cracks.^{24,25} Acid-etching of the substrate increases the longevity of the restoration, by reducing degradation of the tooth/restoration interface, compensating for the characteristically poor penetration of the adhesive into the enamel,^{17,18} and reducing the infiltration into and degradation of the internal walls. These previous findings are consistent with our observation that the bond strength of dentin after artificial aging was reduced in the absence of acid-etching of the cavosurface enamel.

The study of the restoration under simulated aging showed that enamel etching was necessary for optimal use of the Clearfil SE Bond, to prevent the hybrid layer from degrading and forming water trees. Clearfil SE Bond can form a dense polymer network that imposes a certain resistance to water penetration.²⁶ Compared to other adhesive systems, Clearfil SE Bond reportedly

provides satisfactory wettability in smear layer-covered dentin and the lowest contact angle in smear layer-free dentin.²⁷ Nevertheless, these properties were not sufficient to promote good marginal sealing after artificial aging without acid-etching, probably due to lower interfacial stability caused by infiltration of the hybrid layer.

In contrast, the Silorane adhesive composite showed no difference in behaviour regardless of whether the enamel was conditioned. This two-step bonding system consists of a separately photoactivated primer and adhesive, which form a hybrid layer of 10 to 20 μm .²⁸ The primer and the bond exhibit conversions of over 90% and nearly 70%, respectively²⁹. These high DCs lead to a more robust polymeric structure compared to partially polymerized adhesives, which are more permeable to fluid movement.³⁰ Although Clearfil SE Bond also has a high DC,²⁹ the highly hydrophobic nature of the Silorane bond likely provides better sealing to dentin³¹ and creates an interface that is less prone to weakening.³² The thick hybrid layer formed by the Silorane adhesive system may act as an elastic buffer,³³ which would compensate for the polymerization shrinkage of the composite and the stress generated by artificial aging. Due to its thinner hybrid layer and lower elasticity, Clearfil SE Bond is less able to resist these stresses.

The second hypothesis of this study, that Silorane would present superior mechanical properties, was rejected. The Silorane restorative system showed significantly lower microhardness values than the Clearfil/Z350 XT system, regardless of enamel etching and the depth at which the microhardness was tested. The difference between the composites is mainly due to the type and amount of filler and the composition of the organic matrix.^{34,35} The Silorane composite resin has fewer filler particles,^{28,36} which are irregular in shape but consistent in size, with a homogeneous distribution,²⁸ which explains the lower values of hardness. In contrast, the Z350 XT composite has higher hardness due to its high content of inorganic nanoparticulate filler,³⁶ which undergoes strong intermolecular interactions within the monomer mixture.³⁷

Our third hypothesis, that nanoleakage would not differ between the two tested restorative systems, was rejected. These images showed little or no infiltration of silver nitrate in the Silorane restorative system, but moderate infiltration in the Clearfil/Z350 XT system, which also exhibited water trees in the absence of acid-etching. Infiltration of silver ions in the latter system can be explained by the highly hydrophilic composition of the adhesive, which contains HEMA.^{28,38} The hydrophilicity increases the risk of hydrolytic degradation and reduces resistance to thermomechanical aging. Although the Silorane adhesive also contains the hydrophilic HEMA, the elastic buffering effect³³ of the thick hybrid layer may have protected it from artificial aging, lowering the degradation.

CONCLUSION

Whereas acid-etching of the enamel substrate did not influence the behaviour of the Silorane restorative system, it did increase the microtensile bond strength of the Clearfil SE Plus/Z350 XT restorative system, improving its performance under thermo mechanical aging. The Z350XT composite resin also had greater hardness than the Silorane composite resin. Silorane restorative system showed little or no infiltration whereas Clearfil SE Bond/Z350XT showed moderate infiltration and the Clearfil SE Bond/Z350 XT without acid etching also showed water trees within the hybrid layer.

ACKNOWLEDGEMENTS

Professor Flávio Henrique Baggio Aguiar, Professor Gisele Maria Marchi Baron, Professor Angela Alexandre Meira Dias, Professor Vanessa Cavali and Professor Adriano Fonseca de Lima are gratefully acknowledged for their contribution in this study.

REFERENCES

1. Cunha LG, Alonso RCB, Souza – Junior EJC, Neves ACEC, Correr – Sobrinho L, Sinhoreti MAC. Influence of the curing method on the post-polymerization shrinkage stress of a composite resin. *Journal of Applied Oral Science* 2008; **16**:266-70
2. Calheiros FC, Sadek FT, Boaro LC, Braga RR. Polymerization stress related to radiant exposure and its effect on microleakage of composite restorations. *Journal of Dentistry* 2007; **35**:946-52
3. Li H, Burrow MF, Tyas MJ. Nanoleakage patterns of four dentin bonding systems. *Dental Materials* 2000; **16**: 48-56
4. Silva ALF, Pereira GDS, Dias CTS, Paulillo LAMS. Effect of the composite photoactivation mode on Microtensile bond strength and Knoop microhardness. *Dental Materials* 2006; **22**:203-10
5. Brandt WC, de Moraes RR, Correr – Sobrinho L, Sinhoreti MA, Consani S. Effect of different photo-activation methods on push-out force, hardness and cross-link density of resin composite restorations. *Dental Materials* 2008; **24**:846-50
6. Weinmann W, Thalacker C, Guggenberger R. Siloranes in dental composites. *Dental Materials* 2005; **21**: 68-74
7. Papadogiannis D, Kakaboura A, Palaghias G, Eliades G. Setting characteristics and cavity adaptation of low-shrinking resin composites. *Dental Materials* 2009; **25**: 1509-16
8. Palin WM, Fleming GJP, Nathwani H, Burke FJT, Randall RC. In vitro cuspal deflection and microleakage of maxillary premolars restored with novel low-shrink dental composites. *Dental Materials* 2005; **21**:324–35
9. Alonso RCB, Correr GM, Cunha LG, De Moraes Souto Pantoja CA, Puppim – Rontani RM, Sinhoreti MAC. Modulated photoactivation methods: effect on marginal and internal gap formation of restorations using different restorative

- composites. *Journal of Biomedical Material Research B Applied Biomaterials* 2007; **82**:346-51
10. Van Meerbeek B, De Munck J, Yoshida Y, Inoue S, Vargas M, Vijay P, et al. Adhesion to enamel and dentin: current status and future challenges. *Operative Dentistry* 2003; **28**:647-60. Buonocore memorial lecture
 11. De Munck J, Van Landuyt K, Peumans M, Poitevin A, Lambrechts P, Braem M *et al.* A critical review of the durability of adhesion to tooth tissue: Methods and results. *Journal of Dental Research* 2005; **84**:118-32
 12. Van Landuyt KL, Kanumilli P, De Munch J, Peumans M, Lambrechts P, Van Meerbeek B. Bond strength of a mild self-etch adhesive with and without prior acid-etching. *Journal of Dentistry* 2006; **34**:77-85
 13. Perdigão J, Gomes G, Gondo R, Fundingaland JW. In vitro bonding performance of all-in-one adhesives. Part 1 – Microtensile bond strengths. *Journal of Adhesive Dentistry* 2006; **8**: 367-73
 14. Knobloch LA, Gailey D, Azer S, Johnston WM, Clelland N, Kerby RE. Bond strengths of one- and two-step self-etch adhesive systems. *Journal of Prosthetic Dentistry* 2007; **97**:216-22
 15. Uekusa S, Tsubota K, Tonegawa M, Tsuchiya H, Iwasa M, Kawamoto R *et al.* Microtensile bond strengths of single-step self-etch adhesive systems to bovine teeth. *Journal of Oral Science* 2007; **49**: 183-89
 16. Bagis B, Turkarslan S, Tezvergil – Mutluay A, Uctasli S, Vallittu PK, Lassila LV. Effect of ultrasonic agitation on bond strength of self-etching adhesives to dentin. *Journal of Adhesive Dentistry* 2008; **10**:441-5
 17. Alexandre RS, Sundfeld RH, Giannini M, Lovadino JR. The influence of temperature of three adhesive systems on bonding to ground enamel. *Operative Dentistry* 2008; **33**: 259-68
 18. Watanabe T, Taubota K, Takamizawa T, Kurokawa H, Rikuta A, Ando S *et al.* Effect of prior acid etching on bonding durability of single-step adhesives. *Operative Dentistry* 2008; **33**:426-33

19. Soares GP, Ambrosano GMB, Lima DANL, Marchi GM, Correr-Sobrinho L, Lovadino JR, *et al.*. Effect of light polymerization time, mode, and thermal and mechanical load cycling on microleakage in resin composite restorations. *Lasers in Medical Sciences* 2013; DOI 10.1007/s10103-012-1244-7
20. Porto ICCM, Aguiar FHB, Brandt WC, Liporoni PCS. Mechanical and physical properties of silorane and methacrylate-based composites. *Journal of Dentistry* 2013; <http://dx.doi.org/10.1016/j.jdent.2013.05.012>
21. Tay FR, Pashley DH, Suh BI, Carvalho RM, Itthagarun A. Single-step adhesives are permeable membranes. *Journal of Dentistry* 2002;**30**:371–82
22. Perdigão J, Lopes MM, & Gomes G (2008) In vitro bonding performance of self-etch adhesives: II—Ultramorphological evaluation. *Operative Dentistry* 2008; **33**:534-49
23. Lima AF, Silva VB, Soares GP, Marchi GM, Aguiar FHB, Lovadino JR. Influence of previous acid etching on interface morphology and bond strength of self-etching adhesive to cavosurface enamel. *European Journal of Dentistry* 2012; **6**:56-62
24. Van Meerbeek B, Kanumilli P, De Munk J, Van Landuyt K, Lambrechts P, & Peumans M. A randomized controlled study evaluating the effectiveness of a two-step self-etch adhesive with and without selective phosphoric acid etching of enamel. *Dental Materials* 2005; **21**: 375-83.
25. Ermis RB, Temel UB, Celik EU, & Kam O. Clinical performance of a two-step self-etch adhesive with additional enamel etching in Class III cavities. *Operative Dentistry* 2010; **35**:147-55.
26. Malacarne J, Carvalho RM, de Goes MF, Svizero N, Pashley DH, Tay FR, *et al.*. Water sorption/solubility of dental adhesive resins. *Dental Materials* 2006; **22**: 973-80
27. Aguilar-Mendoza JÁ, Rosales-Leal JI, Rodriguez-Valverde MA, Cabrerizo – Vilchez MA. Effect of acid etching on dentin wettability and roughness: self-etching primers versus phosphoric acid. *Journal of Biomedical Materials Research Part B: Applied Biomaterials* 2008; **84B**:277-285

28. Mine A, De Munck J, Van Ende A, Cardoso MV, Kuboki T, Yoshida Y *et al.* TEM characterization of a silorane composite bonded to enamel/dentin. *Dental Materials* 2010; **26**:524-32
29. Navarra CO, Cadenaro M, Armstrong SR, Jessop J, Antonioli F, Sergo V, *et al.* Degree of conversion of Filtek Silorane Adhesive System and Clearfil SE Bond within the hybrid layer and adhesive layer: an *in situ* Raman analysis. *Dental Materials* 2009; **25**:1178-85
30. Tay FR, Pashley DH, Hiraishi N, Imazato S, Rugeberg FA, Salz U, *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* 2005;**84**:891-6
31. Mine A, De Munck J, Van Ende A, Cardoso MV, Kuboki T, Yoshida Y, *et al.* TEM characterization of a silorane composite bonded to enamel/dentin. *Dental Materials* 2010; **26**:524-32
32. Sauro S, Pashley DH, Mannocci F, Tay FR, Pilecki IP, Sherriff M *et al.* Micropermeability of current self-etching and etch-and-rinse adhesives bonded to deep dentine: a comparison study using double-staining confocal microscopy technique. *European Journal of Oral Sciences* 2008; **116**:184-93
33. Van Ende A, Mine A, De Munck J, Poitevin A, Van Meerbeek B. Bonding of low-shrinking composite in high C-factor cavities. *Journal of Dentistry* 2012; **40**:295-303
34. Masouras K, Silikas N, Watts DC. Correlation of filler content and elastic properties of resin-composites. *Dental Materials* 2008; **24**:932–9.
35. Tchorz JP, Doll R, Wolkewitz M, Hellwig E, Hannig C. Microhardness of composite materials with different organic phases in deep class II cavities: an *in vitro* study. *Operative Dentistry*, 2011; **36**:502-11
36. Lien W, Vandewalle KS. Physical properties of a new silorane-based restorative system. *Dental Materials* 2010; **26**: 337-44

37. Sideridou I, Tserki V, Papanastasiou G. Effect of chemical structure on degree of conversion in light-cured dimethacrylate-based dental resins. *Biomaterials* 2002; **23**:1819–29
38. Van Landuyt KL, Snauwaert J, de Munck J, Peumans M, Yoshida Y, Poitevin A, *et al.* Systematic review of the chemical composition of contemporary dental adhesives. *Biomaterials* 2007; **28**:3757-85

Table 1: List of the materials used on this study

MARCA COMERCIAL	COMPONENTES	FABRICANTE
SCOTCHBOND ACID	• 35% phosphoric acid; • water; • poli(eter vinil)	3M PRODUTOS DENTÁRIOS LTDA – SUMARÉ – SP - BRASIL
SILORANE PRIMER	• 2-hidroxiethyl metacrilate (HEMA); • bisphenol-a-diglicidil eter dimetacrilate (BIS-GMA); • water; • etanol; • phosphoric acid-metacilóxic-hexilester; • silic treated with silane; • 1.6-hexanodiol dimetacrilate; • copolimer acrylic and itaconic acid; • (dimetilamine) etil metacrilata; • DL-Canforoquinone; • Phosfine acid	3M PRODUTOS DENTÁRIOS LTDA – SUMARÉ – SP - BRASIL.
SILORANE BOND	• dimetacrilate; • silic treated with silane; • trietilene glicol dimetacrilate (TEGDMA); • Phosphoric metacriloxi-hexilesters acid; • DL-canforoquinone; • 1.6-hexanodiol dimetacrilate	3M PRODUTOS DENTÁRIOS LTDA – SUMARÉ – SP - BRASIL.
SILORANE COMPOSITE FILTEK P90 A3	• 3,4- epoxiciclo hexiletilciclopilmetil siloxane; • bis-3,4 – epóxi ciclohexiletilfenilmetil silane; • Silanized quartz; • itriumfluoride; • canforoquinone	3M PRODUTOS DENTÁRIOS LTDA – SUMARÉ – SP - BRASIL
CLEARFIL SE BOND PRIMER	• 10-Metacrililoixi -decil dihidrogenado fosfatase (MDP); • HEMA; • Dimetacrilate hidrofílico; • Canforoquinone; • Terciary amine; • Water	KURARAY MEDICAL INC. OKAYAMA, JP
CLEARFIL SE BOND BOND	• HEMA; • 10-Metacrililoixi -decil dihidrogenado fosfatase (MDP); • Bis-GMA; • Dimetacrilate Hidrofílico; • Terciary amine; • Silic Coloidal silanized; • Canforoquinone.	KURARAY MEDICAL INC. OKAYAMA, JP
	• Bis-GMA • Bis-EMA6	

COMPOSITE FILTEK Z350 XT A3	• UDMA • TEGDMA • Silic • Canforoquinone	3M PRODUTOS DENTÁRIOS LTDA – SUMARÉ – SP - BRASIL
-----------------------------------	---	--

Table 2: List of the groups of this study where *CA = presence of acid etching* and *SA = absence of acid etching*. *PN = Silorane* and *CZ = Clearfil SE Bond/Z350*

GROUP	ENAMEL ACID ETCHING	RESTORATIVE SYSTEM	RESTORATIVE PROCEDURES
CAPN	PRESENT	SILORANE COMPOSITE	After drying with air jets, actively primer was applied to enamel and dentin for 15 seconds with a microbrush, gentle air for 10 seconds of 10 centimeters apart and curing for 10 seconds. Then the adhesive was applied with a microbrush across the cavity and gentle air jet for 10 seconds to 10 centimeters apart and curing for 10 seconds with halogen light unit QTH Lamp (Bisco, Schaumburg, Illinois, USA). The teeth were restored with Silorane composite resin in six increments cured for 40 seconds each with the same unit .
SAPN	ABSENCE	SILORANO COMPOSITE	
CACZ	PRESENT	CLEARFIL SE BOND/Z350 XT	it was actively applied the primer with a microbrush on enamel and dentin for 20 seconds and dried with gentle air for 10 seconds to 10 centimeters distance. Then applied an even layer of adhesive to enamel and dentin with a microbrush for 20 seconds and cured for 10 seconds. The teeth were restored with composite resin Z350XT in six increments and light cured for 40 seconds each with the same halogen light system used on Silorane composite groups.
SACZ	ABSENCE	CLEARFIL SE BOND/Z350 XT	

Table 3: Results of Tukey test to multiple comparisons for microtensile test.

Group	MÉDIA (MPa)	TUKEY
CACZ	25,66(±5,62)	A
SAPN	22,69(±5,52)	A
CAPN	21,71(±5,78)	A
SACZ	12,16(±4,33)	B

Table 4: Results of Knoop hardness test (KHN) for composite x Cavosuperficial enamel etching.

Group	MÉDIA (KHN)	TUKEY
SACZ	96,398(±3,54)	A
CACZ	95,152(±6,76)	A
CAPN	66,613(±6,10)	B
SAPN	64,194(±4,63)	B

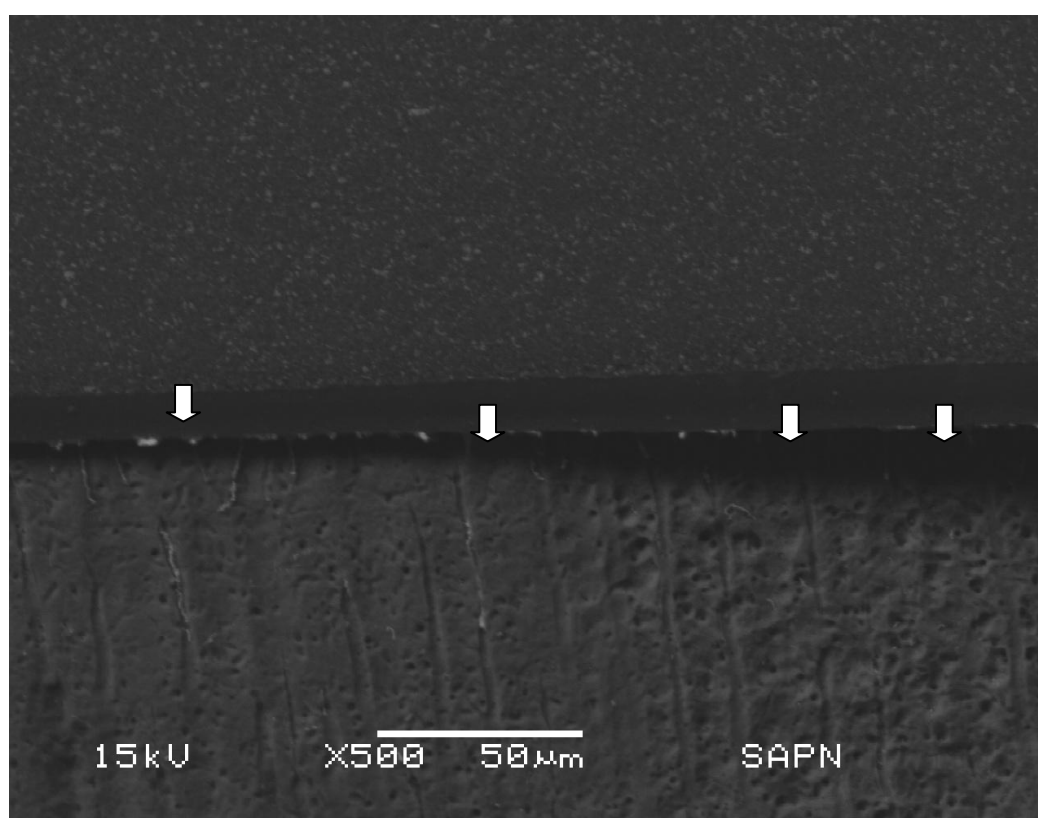


Figure 1: nanoleakage for the group Silorane without acid etching. The arrows show a little infiltration of silver nitrate.

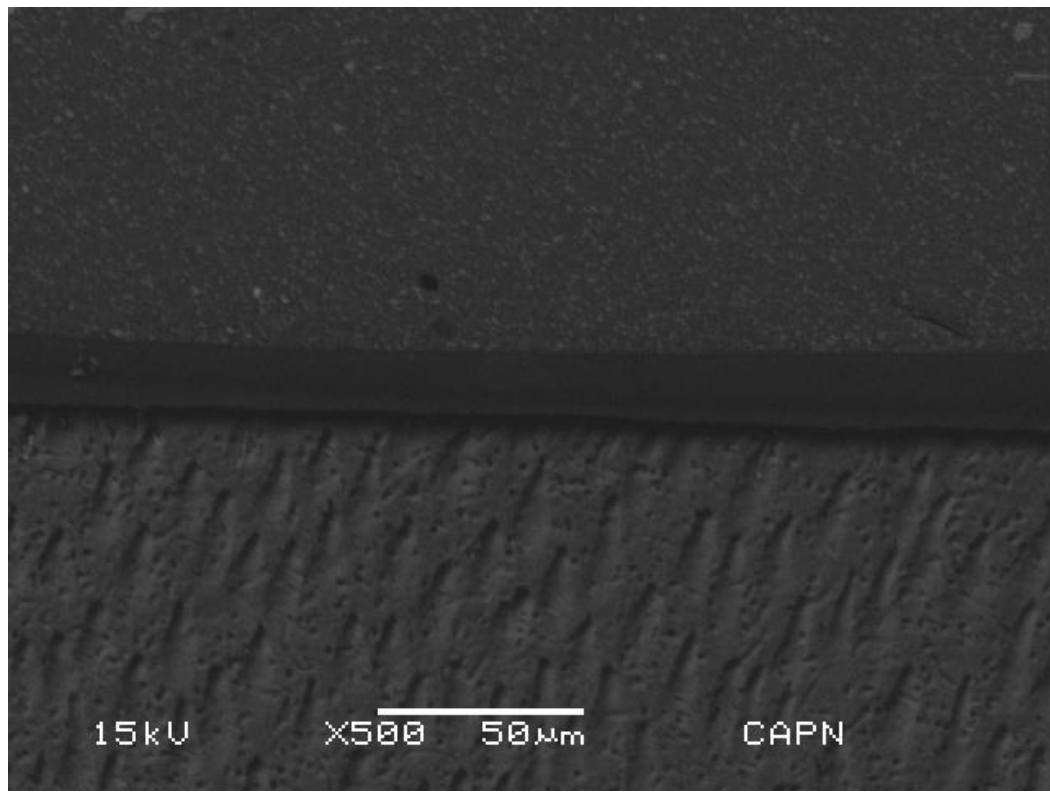


Figure 2: nanoleakage for the group Silorane with acid etching. This image shows no infiltration.

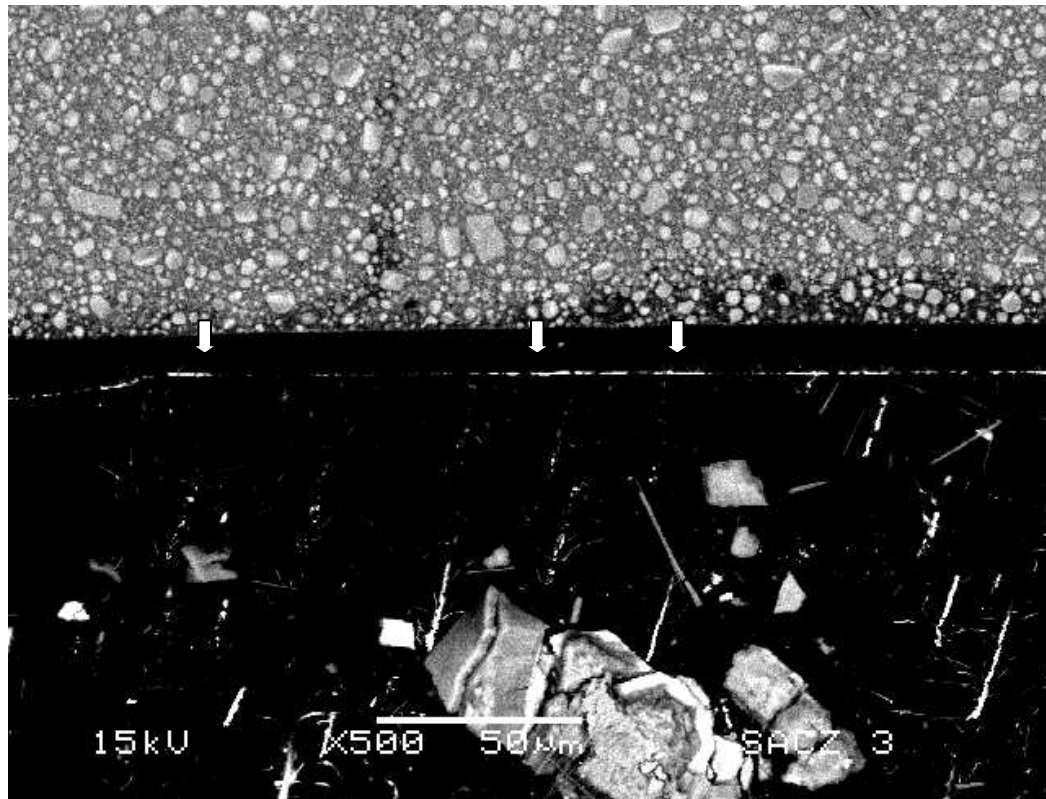


Figure 3: nanoleakage for the group Clearfil/Z350 XT without acid etching. The arrows show the moderate infiltration of silver nitrate.

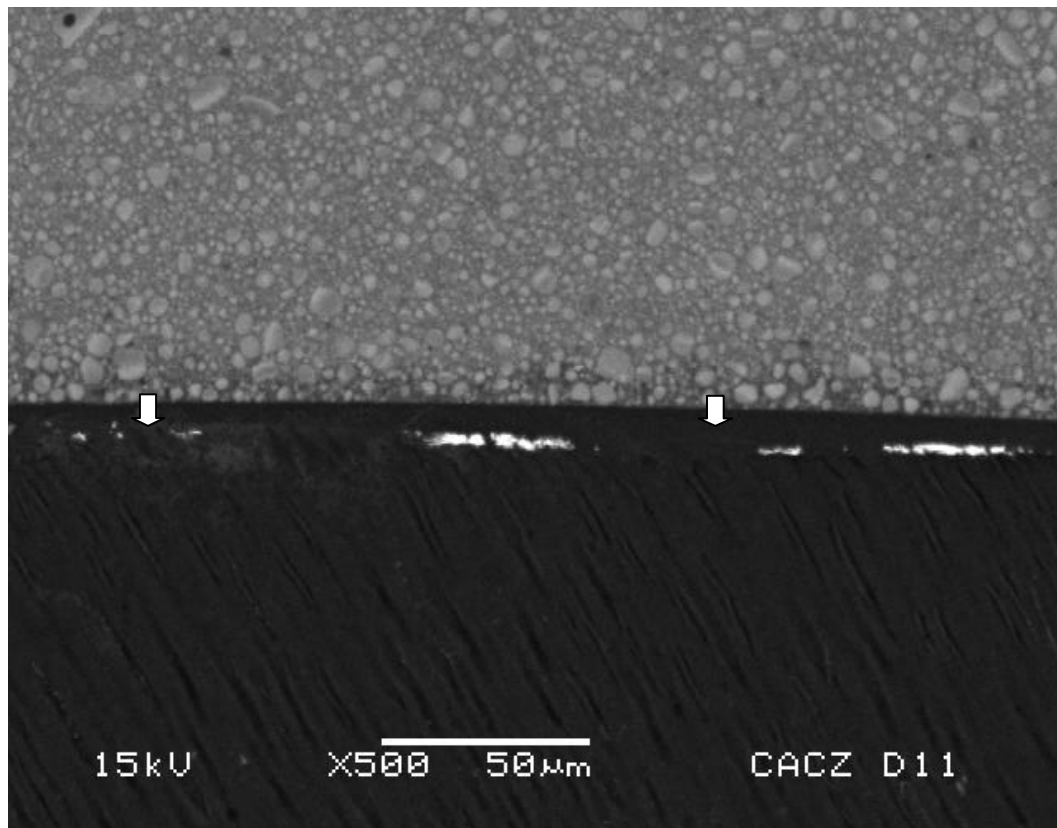


Figure 4: : nanoleakage for the group Clearfil/Z350 XT with acid etching. The arrows show the silver nitrate moderate infiltration in the hybrid layer.

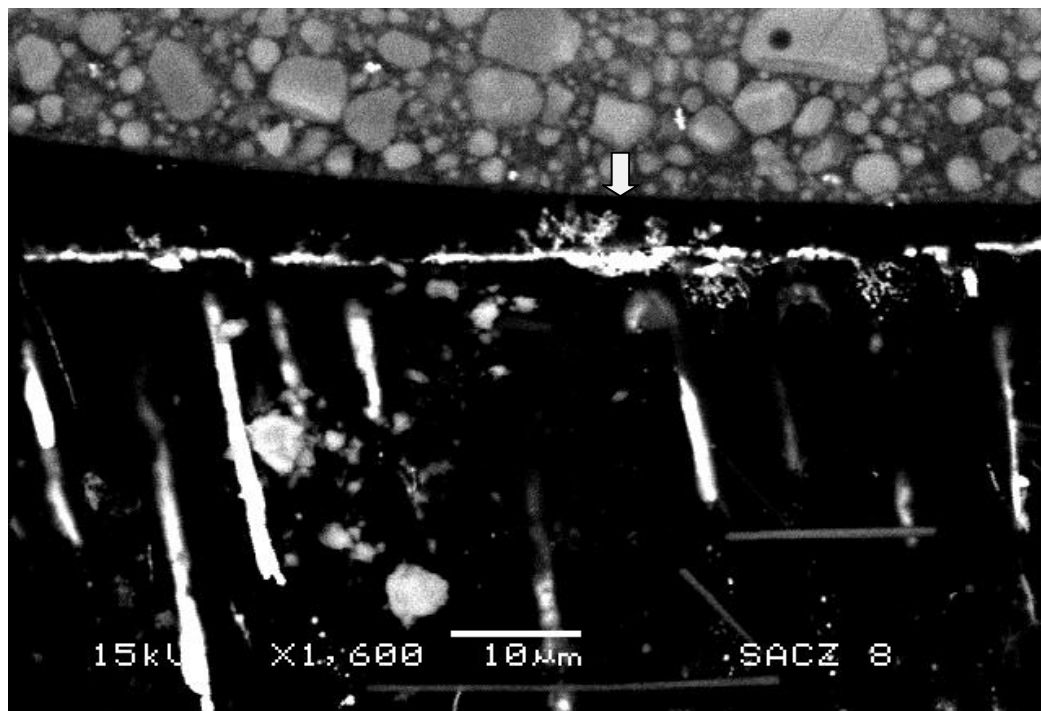


Figure 5: nanoleakage for the group Clearfil/Z350XT without acid etching. The arrow shows the presence of Water Tree

CONCLUSÃO

Pode-se concluir através dos resultados deste trabalho que o condicionamento ácido aumenta a resistência à união para o sistema restaurador Clearfil SE Bond/Z350 XT após envelhecimento termomecânico, mas não influencia na união do sistema restaurador Silorano/P90. Pode-se ainda afirmar que a resina composta Z350 possui microdureza maior que a resina composta Filtek P90. A análise de nanoinfiltração mostrou pouca ou nenhuma infiltração para os grupos restaurados com o sistema restaurador a base de silorano e infiltração moderada para os grupos restaurados com Clearfil SE Bond/Z350 XT, sendo que houve a formação de *Water Trees* apenas para o grupo restaurado com Clearfil SE Bond/Z350 XT sem o condicionamento ácido do ângulo cavosuperficial.

REFERÊNCIAS*

Alexandre RS, Sundfeld RH, Giannini M, Lovadino JR. The influence of temperature of three adhesive systems on bonding to ground enamel. **Oper Dent** 2008; 33: 259-268

Bagis B, Turkarslan S, Tezvergil – Mutluay A, Uctasli S, Vallittu PK, Lassila LV. Effect of ultrasonic agitation on bond strength of self-etching adhesives to dentin. **J Adhes Dent** 2008; 10:441-445

Brandt WC, de Moraes RR, Correr – Sobrinho L, Sinhoreti MA, Consani S. Effect of different photo-activation methods on push-out force, hardness and cross-link density of resin composite restorations. **Dent Mat** 2008; 24:846-850

Calheiros FC, Sadek FT, Boaro LC, Braga RR. Polymerization stress related to radiant exposure and its effect on microleakage of composite restorations. **J Dent** 2007; 35:946-952

Carvalho RM, Pereira JC, Yoshiyama M, Pashley DH. A review of polymerization contraction: the influence of stress development versus stress relief. **Oper Dent** 1996; 21:17-24

Cunha LG, Alonso RCB, Souza – Junior EJC, Neves ACEC, Correr – Sobrinho L, Sinhoreti MAC. Influence of the curing method on the post-polymerization shrinkage stress of a composite resin. **J Appl Oral Sci** 2008; 16:266-270

De Munck J, Van Landuyt K, Peumans M, Poitevin A, Lambrechts P, Braem M *et al.* A critical review of the durability of adhesion to tooth tissue: Methods and results. **J Dent Res** 2005; 84:118-132

Eick JD, Gwinnett AJ. Pashley DH, Robinson SJ. Current concepts on adhesion to dentin. **Crit Rev Oral Biol Med** 1997;8:306–335

Knobloch LA, Gailey D, Azer S, Johnston WM, Clelland N, Kerby RE. Bond strengths of one- and two-step self-etch adhesive systems. **J Prosthet Dent** 2007; 97:216-222

Li H, Burrow MF, Tyas MJ. Nanoleakage patterns of four dentin bonding systems. **Dent Mat**, v.16, p. 48-56, 2000

Lima AF, Silva VB, Soares GP, Marchi GM, Aguiar FHB, Lovadino JR. Influence of previous acid etching on interface morphology and bond strength of self-etching adhesive to cavosurface enamel. **Eur J Dent** 2012; 6:56-62

Palin WM, Fleming GJP, Nathwani H, Burke FJT, Randall RC. In vitro cuspal deflection and microleakage of maxillary premolars restored with novel low-shrink dental composites. **Dent Mater** 2005; 21:324–335

Papadogiannis D, Kakaboura A, Palaghias G, Eliades G. Setting characteristics and cavity adaptation of low-shrinking resin composites. **Dent Mat** 2009; 25: 1509-1516

Perdigão J, Gomes G, Gondo R, Fundingaland JW. In vitro bonding performance of all-in-one adhesives. Part 1 – Microtensile bond strengths. **J Adhes Dent** 2006; 8: 367-373

Porto ICCM, Aguiar FHB, Brandt WC, Liporoni PCS. Mechanical and physical properties of silorane and methacrylate-based composites. **J Dent** 2013; <http://dx.doi.org/10.1016/j.jdent.2013.05.012>

Sano H, Takatsu T, Ciucchi B, Horner JA, Matthews WG, Pashley DH. Nanoleakage: leakage within the hybrid layer. **Oper Dent** 1995; 20:18–25

Santini A, Miletic V. Comparison of the hybrid layer formed by Silorane adhesive, one – step self – etch and etch and rinse systems using confocal micro – Raman spectroscopy and SEM. **J Dent**, v. 36 683-691, 2008

Silva ALF, Pereira GDS, Dias CTS, Paulillo LAMS. Effect of the composite photoactivation mode on Microtensile bond strength and Knoop microhardness. **Dent Mat** 2006; 22:203-210

Soares GP, Ambrosano GMB, Lima DANL, Marchi GM, Correr-Sobrinho L, Lovadino JR, *et al.*. Effect of light polymerization time, mode, and thermal and mechanical load cycling on microleakage in resin composite restorations. *Lasers in Medical Sciences* 2013; DOI 10.1007/s10103-012-1244-7

Souza-Júnior EJ, Araújo CTP, Prieto LT, Paulillo LAMS. Influence of LED curing source and selective enamel etching on dentin bond strength of self-etch adhesives in class I composite restorations. **Laser Med Sci** 2011; 27:1175-1182

Uekusa S, Tsubota K, Tonegawa M, Tsuchiya H, Iwasa M, Kawamoto R *et al.* Microtensile bond strengths of single-step self-etch adhesive systems to bovine teeth. **J Oral Sci** 2007; 49: 183-189

Van Landuyt KL, Kanumilli P, De Munch J, Peumans M, Lambrechts P, Van Meerbeek B. Bond strength of a mild self-etch adhesive with and without prior acid-etching. **J Dent** 2006; 34:77-85

Van Meerbeek B, De Munck J, Yoshida Y, Inoue S, Vargas M, Vijay P, *et al.* Adhesion to enamel and dentin: current status and future challenges. **Oper Dent** 2003; 28:647-660. Buonocore memorial lecture

Watanabe T, Tsubota K, Takamizawa T, Kurokawa H, Rikuta A, Ando S *et al.* Effect of prior acid etching on bonding durability of single-step adhesives. **Oper Dent** 2008; 33:426-433

Weinmann W, Thalacker C, Guggenberger R. Siloranes in dental composites. **Dent Mat** 2005; 21: 68-74

Zhengdi H, Yasushi S, Junji T. The effects of cavity size and incremental technique on micro-tensile bond strength of resin composite in Class I cavities. **Dent Mat**, v.23, p. 533-538,

APÊNDICE

MATERIAIS E MÉTODOS ILUSTRADOS

Materiais

Para a realização deste estudo foram utilizados os sistemas adesivos P90 e o Clearfil SE Bond (Figura 1A e 1B), as resinas compostas Filtek P90 e Filtek Z350 XT (Figura 2A e 2B), ácido fosfórico a 35% Scotchbond (Figura 3) e o aparelho fotoativador QTH (Figura 4).

Os materiais utilizados neste estudo estão descritos no quadro 1.:

Tabela 1: Materiais que foram usados nos ensaios mecânicos e nanoinfiltração

MARCA COMERCIAL	COMPONENTES	FABRICANTE
ÁCIDO SCOTCHBOND	- ácido fosfórico a 35%; - água; - poli(álcool vinil)	3M PRODUTOS DENTÁRIOS LTDA – SUMARÉ – SP - BRASIL
SISTEMA ADESIVO SIORANO PRIMER	2-hidroxietil metacrilato (HEMA); - bisfenol-a-diglicidil éter dimetacrilato (BIS-GMA); - água; - etanol; - ácido-metacilóxico-hexilester fosfórico; - silica tratada com silano; 1.6-hexanodiol dimetacrilato; - copolímero de acrílico e ácido itacônico; (dimetilamino) etil metacrilato; - DL-Canforoquinona; - óxido fosfina	3M PRODUTOS DENTÁRIOS LTDA – SUMARÉ – SP - BRASIL.
SISTEMA ADESIVO SIORANO BOND	- dimetacrilato substituído; - silica tratada com silano; - trietileno glicol dimetacrilato (TEGDMA); - ácido metacrilóxi-hexilesters fosfórico; - DL-canforoquinona; 1.6-hexanodiol dimetacrilato	3M PRODUTOS DENTÁRIOS LTDA – SUMARÉ – SP - BRASIL.
RESINA COMPOSTA FILTEK P90 A3	3,4- epoxiciclo hexetilciclopolidimetil siloxano; - bis-3,4 – epóxi ciclohexilfenilmetil silano; - quartzo silanizado; - itriumfluorido; - canforoquinona	3M PRODUTOS DENTÁRIOS LTDA – SUMARÉ – SP - BRASIL
CLEARFIL SE BOND PRIMER	10-Metacrilóxi -decil dihidrogenado fosfatase (MDP); - HEMA; - Dimetacrilato hidrofílico; - Canforoquinona; - Amina Terciária; - Água	KURARAY MEDICAL INC. OKAYAMA, JP
CLEARFIL SE BOND BOND	- HEMA; 10-Metacrilóxi -decil dihidrogenado fosfatase (MDP); - Bis-GMA; - Dimetacrilato Hidrofílico; - Amina terciária; - Sílica Coloidal silanizada; - Canforoquinona.	KURARAY MEDICAL INC. OKAYAMA, JP

RESINA COMPOSTA FILTEK Z350 XT A3	• Bis-GMA • Bis-EMA6 • UDMA • TEGDMA • Silica • Canforoquinona	3M PRODUTOS DENTÁRIOS LTDA – SUMARÉ – SP - BRASIL
---	---	--



Figura 1: Sistemas adesivos empregados, 1A: Sistema adesivo P90; 1B: Sistema adesivo Clearfil SE Bond

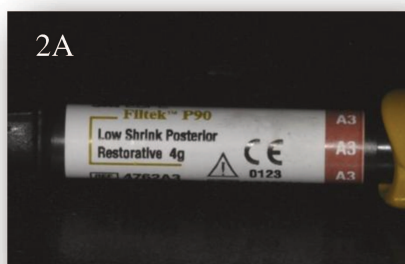


Figura 2: Resinas Compostas; 2A: Filtek P90; 2B: Filtek Z350 XT

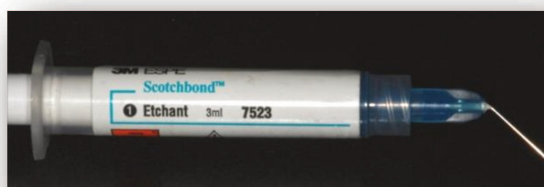


Figura 3: Ácido fosfórico 35% Scotchbond



Figura 4:Luz halógena QTH

Método

Aspectos éticos

Para a realização dessa pesquisa, foi solicitada a aprovação do Comitê de Ética em Pesquisa da FOP-UNICAMP afiliado a Comissão Nacional de Ética em Pesquisa – CONEP e aceita com o número de processo nº 089/2012. Os dentes foram provenientes de cirurgiões-dentistas da cidade de Piracicaba, com o devido termo de doação de dentes assinado para o projeto, em concordância com a resolução nº 196/96 do Conselho Nacional de Saúde. E ao terminar os procedimentos laboratoriais, os dentes foram descartados.

Obtenção dos dentes e preparo dos dentes

Neste estudo foram utilizados 76 terceiros molares recém extraídos (Figura 5), armazenados por período máximo de 24 horas, em solução timol 0,1% tamponado à temperatura de 37°C. A limpeza das superfícies externas foi realizada com cureta periodontal 5-6 (Duflex, SSWhite, Rio de Janeiro, RJ, Brasil) por meio de raspagem e jateamento com bicarbonato de sódio e água. Após a limpeza, os dentes ficaram armazenados em água destilada até o início da

realização do preparo cavitário. Os dentes foram incluídos em resina de poliestireno para facilitar a confecção do preparo cavitário (Figura 6). Em seguida a superfície oclusal foi planificada em politriz (Arotec Ind. Com., São Paulo, Brasil) através de lixa d'água número 400 (3M - 411Q 3M do Brasil- Sumaré, SP, Brasil) (Figura 7).

Após a planificação das cúspides (Figura 8), os dentes foram levados a máquina padronizadora de preparos cavitários (Figura 9), na qual foi realizado preparo tipo classe I com as dimensões: 5 mm no sentido mésio-distal, 4 mm no sentido vestibulo-lingual e 3 mm de profundidade (Figura 10). Os preparos foram realizados com broca carbide nº56 (KG Sorensen Ind. E Com. Ltda, Barueri, SP, Brasil) que foi substituída a cada 5 preparos.



Figura 5: Terceiros molares limpos para serem incluídos em resina de poliestireno



Figura 6: Dentes incluídos em resina de poliestireno utilizando tubos de PVC com diâmetro de 2,5 cm

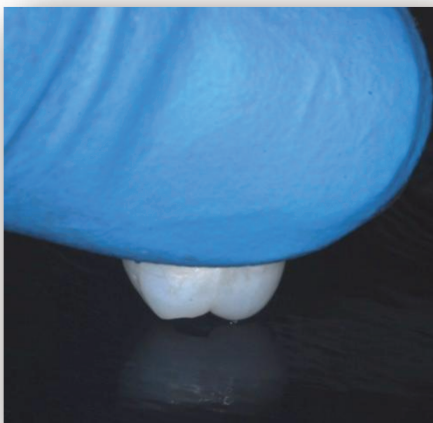


Figura 7: Planificação das cúspides

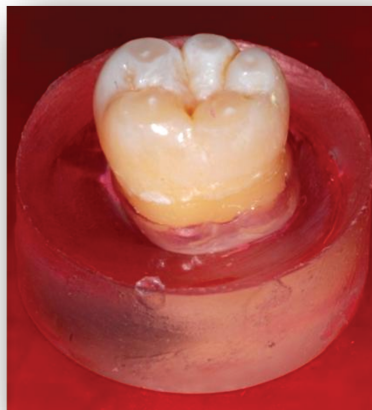


Figura 8: Cúspides planificadas

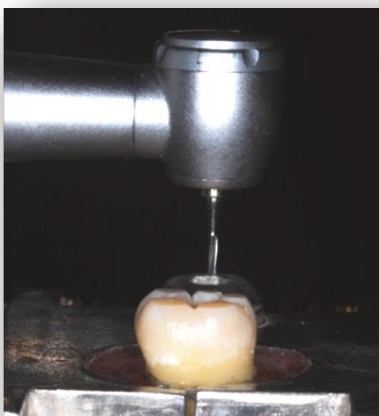


Figura 9: Realização do preparo cavitário

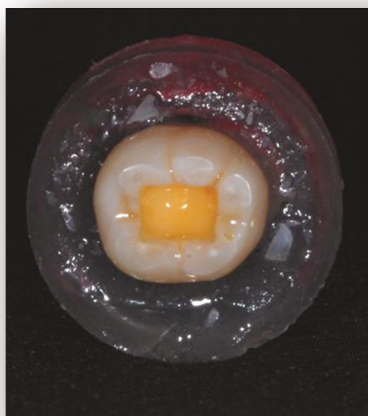


Figura 10: Dente preparado com as dimensões 5x4x3

Seleção dos grupos experimentais

Para cada ensaio mecânico (microtração e microdureza) foram utilizados 32 dentes humanos ($n=8$), sendo que para a nanoinfiltração foram utilizados 12 dentes ($n=3$) de acordo com os grupos descritos no quadro 2.

Tabela 2: grupos experimentais para os Ensaios Mecânicos, nos quais CC = com condicionamento ácido e SC = sem condicionamento ácido, e PN = sistema restaurador Filtek P90 e CZ = sistema restaurador Clearfil SE Bond/Z350

GRUPO	CONDICIONAMENTO DO CAVOSUPERFICIAL	SISTEMA RESTAURADOR
CCPN	PRESENTE	SILORANO PRIMER/P90
CCCZ	PRESENTE	CLEARFIL SE BOND/Z350 XT
SCPN	AUSENTE	SILORANO PRIMER/P90
SCCZ	AUSENTE	CLEARFIL SE BOND/Z350 XT

Procedimentos Restauradores

Em metade das amostras, aleatorizado por sorteio, foi realizado previamente o condicionamento ácido do ângulo cavosuperficial com ácido fosfórico 35% por 30 segundos (Figura 11), em seguida a superfície foi lavada abundantemente com água por 30 segundos e secada com jatos de ar.

Clearfil SE Bond/Z350 XT: foi feita a secagem do esmalte e dentina com papel absorvente, aplicação de modo ativo do primer com pincel tipo microbrush no esmalte e dentina por 20 segundos e depois secado com leve jato de ar por 10 segundos a 10 centímetros de distância. Foi aplicado uma camada uniforme do adesivo sobre esmalte e dentina com pincel tipo microbrush por 20 segundos e polimerizado por 10 segundos. Os dentes foram restaurados com resina composta Z350XT em seis incrementos e fotoativados por 40 segundos cada incremento com o mesmo o aparelho de luz halógena utilizada para o sistema P90 (Figura 12A, B, C e D, e E).

Silorano Primer/P90: Após a secagem com jatos de ar, foi aplicado ativamente o primer em esmalte e dentina por 15 segundos com pincel tipo microbrush, leve jato de ar por 10 segundos a 10 centímetros de distância e fotoativação por 10 segundos. Em seguida foi aplicado o adesivo com pincel tipo microbrush em toda a cavidade e ténue jato de ar por 10 segundos a 10

centímetros de distância e fotoativação por 10 segundos com aparelho de luz halógena QTH (Bisco, Schaumburg, Illinois, USA). Os dentes foram restaurados com a resina composta Filtek P90 em seis incrementos fotoativados por 40 segundos cada com o mesmo aparelho fotoativador (Figura 13A, B, C, D e E).

Posteriormente, os dentes restaurados foram mantidos em ambiente com umidade relativa a 37°C por 24 horas.

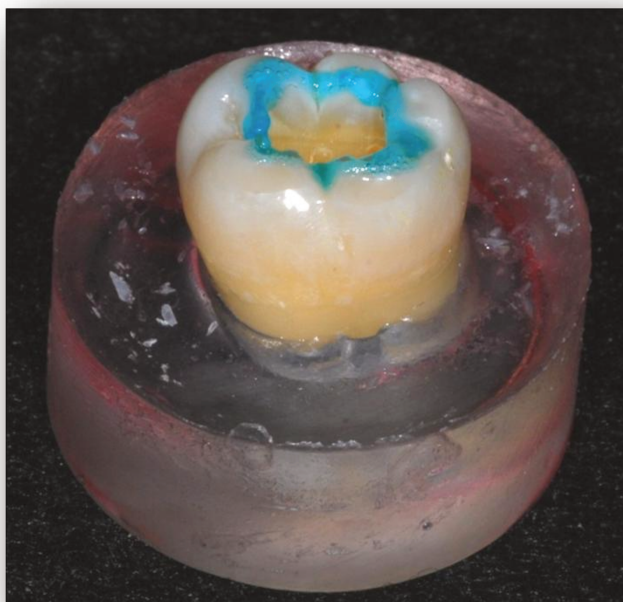


Figura 11: condicionamento ácido do ângulo cavosuperficial



Figura 12: Procedimento restaurador. 12A: Primer do sistema adesivo Clearfil SE Bond. Foi realizada a aplicação ativa. 12B Bond do sistema adesivo Clearfil SE Bond. Foi realizada a aplicação de uma camada uniforme do Bond.

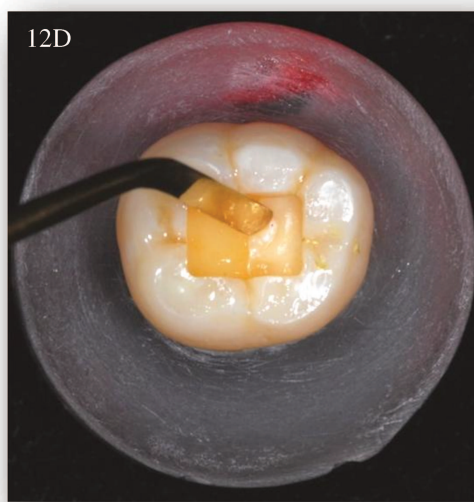


Figura 12: Procedimento restaurador. 12C: Fotoativação do sistema adesivo. 12D: Restauração com resina composta Filtek Z350 XT pelo método incremental.

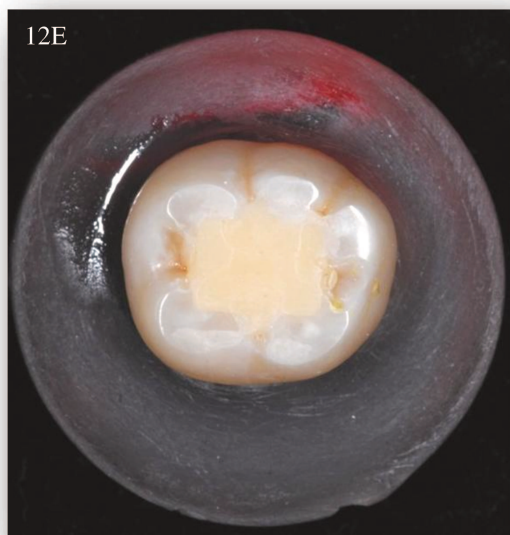


Figura 12: Procedimento restaurador. 12E Restauração concluída.

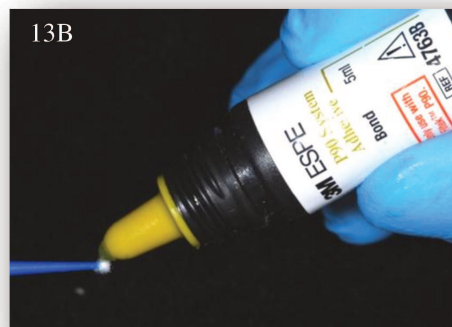


Figura 13: Procedimento restaurador. 13A: Primer do sistema adesivo P90. Foi realizada a aplicação ativa de 1 camada e fotoativada por 10 segundos. 13B Bond do sistema adesivo P90. Foi realizada a aplicação de 1 camada em toda a cavidade do Bond.

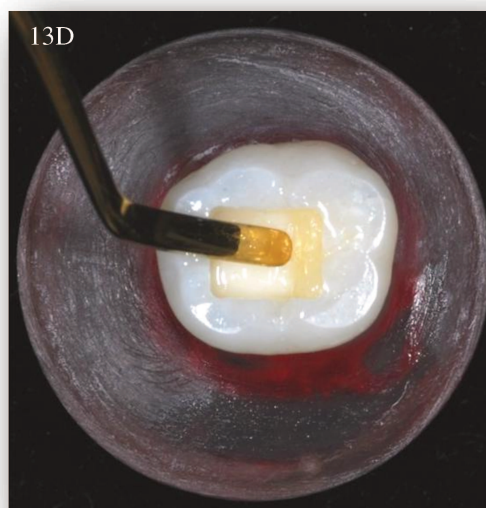


Figura 13: Procedimento restaurador. 13C: Fotoativação do sistema adesivo. 13D: Restauração com resina composta Filtek P90 pelo método incremental.



Figura 13: Procedimento restaurador.
13E Restauração concluída.

Preparo dos espécimes para ciclagem termomecânica

Finalizadas as restaurações, as amostras foram levadas à máquina de ciclagem termomecânica MSFT (Elquip, São Carlos, SP, Brasil) (Figura 14), dispostas em uma câmara na qual foram submetidas a 200.000 ciclos com carga de 80N à frequência de 2Hz aplicada perpendicularmente e no centro da restauração, e ciclagem térmica por enchimento da câmara por 30 segundos e 15 segundos de drenagem, com temperaturas variando entre 5 e 55°C.



Figura 14: Máquina termomecânica na qual foi realizado o envelhecimento artificial

Obtenção dos espécimes para o ensaio de microtração

Para o ensaio de microtração, as coroas dentais foram separadas da porção radicular através de seccionamento perpendicular ao longo eixo do dente utilizando disco diamantado dupla face (KG Sorensen Ind. E Com. Ltda, Barueri, SP, Brasil) (Figura 15).

As coroas foram fixadas em placas de acrílico com cera pegajosa (New Wax, Thechnew Com. e Ind. Ltda., Rio de Janeiro, RJ, Brasil) (Figura 16). O conjunto foi devidamente fixado na cortadeira metalográfica de precisão (Isomet 1000, BUEHLER Ltda. Lake Buff, IL, USA) (Figura 17), na qual um disco diamantado de alta concentração (Extec Corp., Enfield, CT, USA), girando em baixa velocidade, sob irrigação constante com água destilada, realizou cortes seriados, perpendicularmente ao longo eixo da coroa, sendo realizadas cinco secções no sentido vestibulo-lingual e quatro no sentido mésio-distal, obtendo palitos de 0,9X0,9 mm da interface de união na parede pulpar (Figura 18). Os

palitos foram mantidos em ambiente com umidade relativa até a realização do ensaio de microtração.

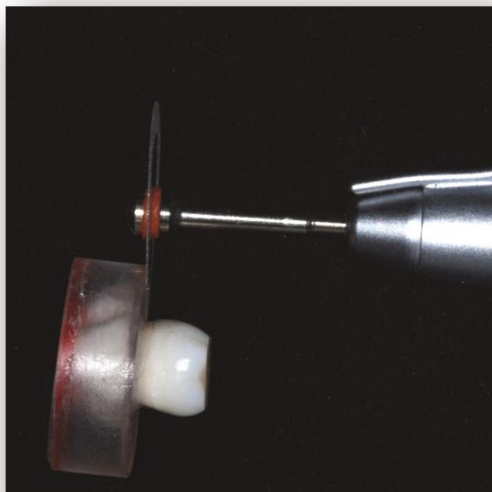


Figura 15: Separação da coroa e raiz com disco diamantado dupla face.

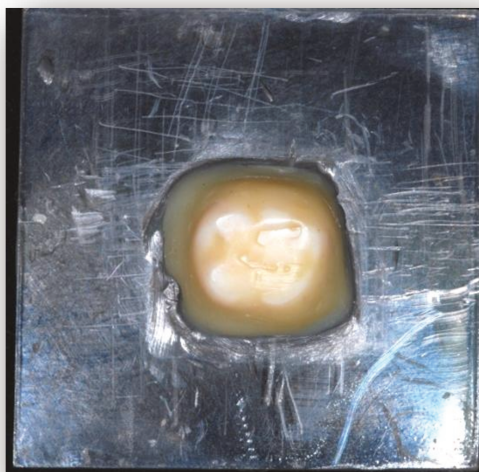


Figura 16: Coroa fixada em placa de acrílico utilizando cera pegajosa.

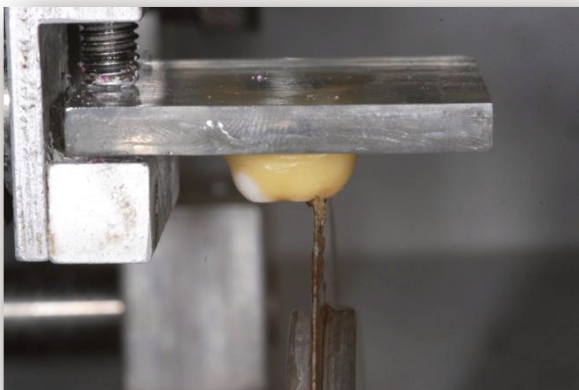


Figura 17: Realização de cortes em cortadeira metalográfica de precisão.



Figura 18: Obtenção de palitos com 0,9x0,9 mm

Ensaio mecânico de resistência à microtração

Todos os palitos provenientes de um mesmo dente foram levados à máquina de ensaio universal (Emic Equipamentos e Sistemas de Ensaio LTDA, São José dos Pinhais. PR - Brasil) (Figura 19) e o ensaio foi conduzido com célula

de carga, Serial N°- UK 222, weight 1,2 Kg, Bolt Torque 25 nm, ± 500 N, na velocidade de 0,5mm/min, até a ruptura (Figura 20). A força necessária para causar a ruptura dos corpos-de-prova, em quilograma-força (kgf), foi anotada e as dimensões da interface adesiva dos espécimes foram aferidas com paquímetro digital (Utustools professional MT-00855, USA) para o cálculo da área. A resistência à fratura, em Mega Pascal (MPa), foi calculada de acordo com a fórmula matemática: $R = F(\text{kgf}) \times 0,098/A$ (R = resistência de união em MPa, F = força em quilograma-força (kgf) e A = área).

Para análise do modo de fratura, os palitos fraturados foram levados ao Microscópio Eletrônico de Varredura e as mesmas foram classificadas em adesiva, mista, coesiva em dentina ou coesiva em resina.

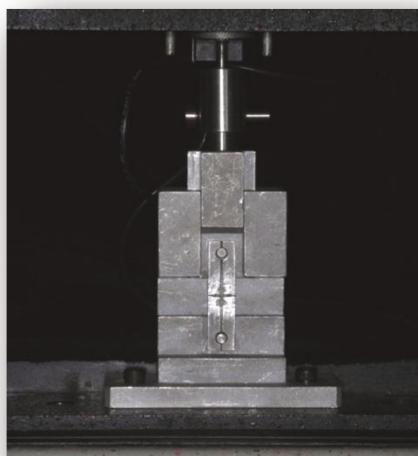


Figura 19: Palito fixado no dispositivo de microtração para realização do ensaio.

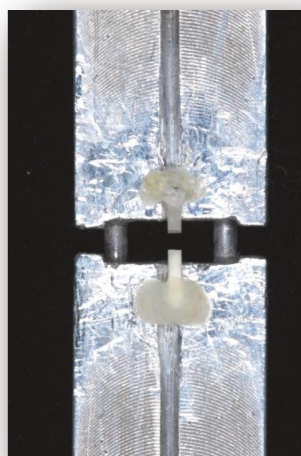


Figura 20: Realização do ensaio até a ruptura do palito.

Confecção dos corpos para análise da microdureza

Os 32 dentes tiveram suas coroas separadas de suas porções radiculares como descrito anteriormente. As coroas foram levadas para cortadeira metalográfica, na qual foi realizado um corte no centro da restauração no sentido

mésio-distal paralelo ao longo eixo do dente, obtendo-se duas hemicoroas (Figura 21).

As 2 hemicoroas foram incluídas em mesmo cilindro de resina de poliestireno com o intuito de facilitar a leitura no microdurômetro (Figura 22). A face contendo a restauração recebeu acabamento com lixas de carbeto de silício números 600, 1000 e 2000 e polimento com pasta diamantada de granulações de 6, 3, 1, e 0,5 μm com discos de feltro em politriz giratória com refrigeração à água. Entre cada lixa e cada pasta, as amostras foram colocadas em cuba ultrasônica com água destilada por 5 minutos para remoção de detritos.

Para mensuração da microdureza Knoop, foram realizadas 3 identações sob carga de 25g em 20 segundos de penetração (HMV-2000, Shimadzu, Japan) em 3 níveis de profundidade (topo, meio e base), 100 μm , 1500 μm e 2900 μm do topo, e 25 μm das paredes mesial e distal (Figura 23).

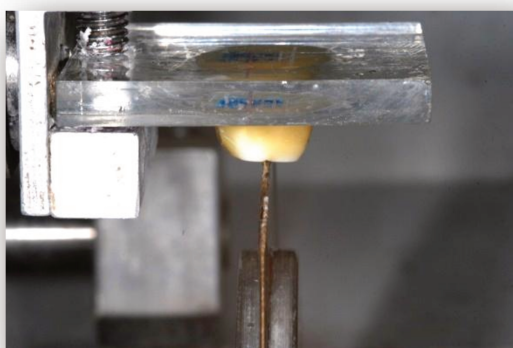


Figura 21: Corte no sentido mésio-distal dividindo a coroa em duas hemicoroas.



Figura 22: Hemicoroas incluídas em resina de poliestireno.



Figura 23: Ensaio de microdureza Knoop com 3 identações em 3 níveis de profundidade.

Confecção dos corpos para análise da nanoinfiltração

Para a análise da nanoinfiltração, foram usados 12 dentes ($n=3$) que foram levados À cortadeira metalográfica, na qual foram realizados 3 cortes no sentido méso-distal obtendo-se 2 fatias obtidas de cada dente restaurado (Figura 24). Essas fatias de 1 mm de espessura foram imersas em solução de nitrato de prata com 10 gramas de cristais de nitrato, adicionando 10 mL de água ionizada e posterior aplicação de gotas de hidróxido de amônio a 28%. As amostras foram

imersas em nitrato de prata amoniacal por 24 horas (Figura 25A e 25B), lavadas e imersas em solução reveladora por 8 horas e, depois, incluídas em resina de poliestireno (Figura 26).

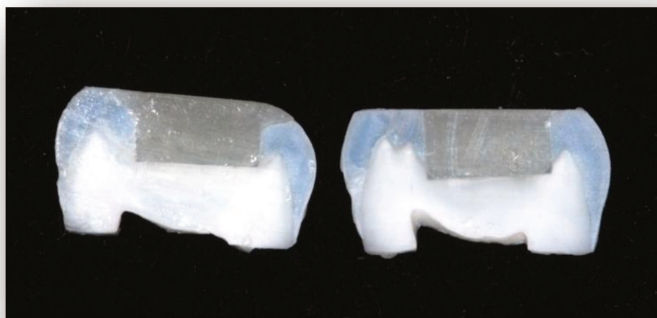


Figura 24: Fatias de 1mm de espessura que serão utilizadas na avaliação qualitativa da nanoinfiltração

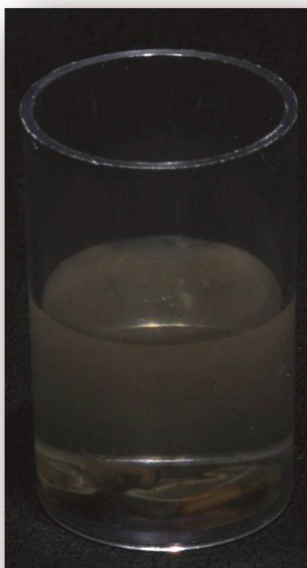


Figura 25A: Fatias imersas em solução de nitrato de prata amoniacal. 25B: Fatias imersas em solução reveladora.

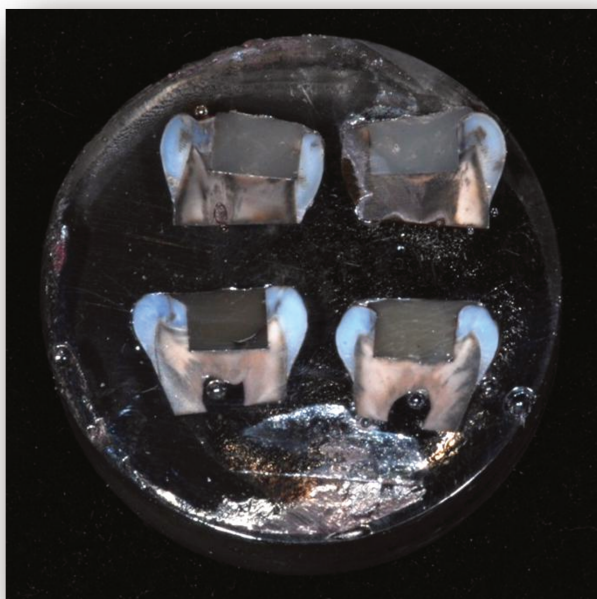


Figura 26: Fatias incluídas em resina de poliestireno para a realização do polimento.

Análise dos espécimes em MEV

Para análise em Microscópio Eletrônico de Varredura, as fatias foram desgastadas com as lixas d'água 600, 1200 e 2000 em politriz metalográfica (Figura 27A e B). Depois de desgastadas, as amostras foram polidas com discos de feltro e pastas diamantadas em granulação decrescente de 3, 1 e 0,25 μm (Figura 28A e B). Entre cada granulação de lixa e de pasta, as amostras foram levadas À cuba de ultra-som (Ultrasound Ultrason 1440 D- Odontobrás Ind. E Com. Med. Odont. Ltda, Rio Preto, SP, Brasil) por 10 minutos para remoção de detritos.

As amostras foram secadas em papel absorvente e, para desmineralização, foi aplicada solução de ácido fosfórico a 85% por 30 segundos, seguida de lavagem em água destilada. Para a desproteinização, foi utilizada solução de hipoclorito de sódio a 10% por 10 minutos. Sucessivamente, foi realizada a lavagem com água destilada e a secagem ocorreu a temperatura ambiente. Posteriormente, as amostras foram desidratadas em álcool etílico absoluto em

concentrações crescentes (25%, 50%, 75%, 90% e 100%) por 10 minutos em cada concentração.

As amostras foram cobertas com carbono (BalTec-SCD 050-SputterCoater) (Figura 29) para serem observadas em MEV (JEOL JSM – 5600 L V), operando em alto vácuo numa potência de 20 KV, no qual foram obtidas imagens em elétrons retroespalhados. As imagens foram gravadas para avaliar a área infiltrada utilizando o software Image J. no qual foi avaliada a infiltração de prata.



Figura 27: Desgaste das amostras com lixas d'água em politriz. 27A: posicionamento da amostra na politriz. 27B: seqüência das lixas utilizadas (600, 1200 e 2000).

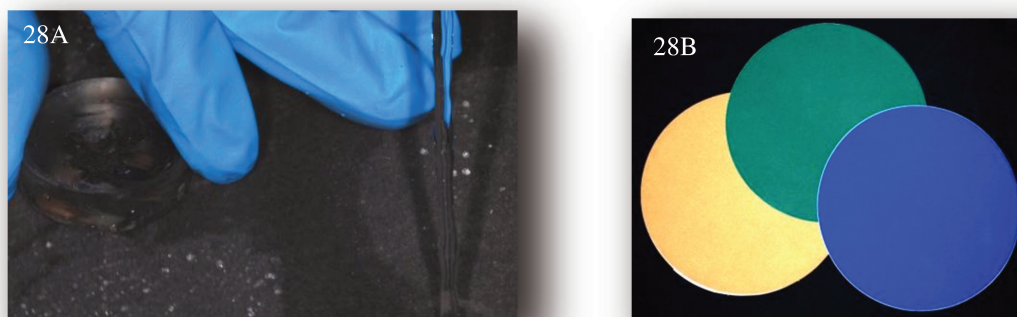


Figura 28: Polimento das amostras com discos de feltro. 28A: posicionamento da amostra na politriz. 28B: seqüência dos discos de feltro (Top, Ram e Supra).



Figura 29: Amostras recobertas com carbono para avaliação em MEV

ANEXO 1

30/04/13

Comitê de Ética em Pesquisa - Certificado



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



CERTIFICADO

O Comitê de Ética em Pesquisa da FOP-UNICAMP certifica que o projeto de pesquisa **"Influência do condicionamento ácido do ângulo cavosuperficial nas propriedades mecânicas e nanoinfiltração de restaurações em compósitos posterior após envelhecimento termomecânico"**, protocolo nº 089/2012, dos pesquisadores Luis Alexandre Maffei Sartini Paulillo e Erick Kamiya Coppini, satisfaz as exigências do Conselho Nacional de Saúde - Ministério da Saúde para as pesquisas em seres humanos e foi aprovado por este comitê em 08/11/2012.

The Ethics Committee in Research of the School of Dentistry of Piracicaba - State University of Campinas, certify that the project **"Influence of cavosuperficial enamel acid-etching in the mechanical properties and nanoleakage in posterior composite restorations after thermomechanical artificial aging"**, register number 089/2012, of Luis Alexandre Maffei Sartini Paulillo and Erick Kamiya Coppini, comply with the recommendations of the National Health Council - Ministry of Health of Brazil for research in human subjects and therefore was approved by this committee at 11/08/2012.


Profa. Dra. Livia Maria Andaló Tenuta
Secretária
CEP/FOP/UNICAMP


Prof. Dr. Jacks Jorge Junior
Coordenador
CEP/FOP/UNICAMP

Nota: O título do protocolo aparece como fornecido pelos pesquisadores, sem qualquer edição.
Notice: The title of the project appears as provided by the authors, without editing.

ANEXO 2

Submission Confirmation for Journal of Dentistry

De: ees.jjod.0.273fc6.475466f9@eesmail.elsevier.com em nome de Journal of Dentistry (JoD@elsevier.com)

Enviada: quinta-feira, 13 de fevereiro de 2014 20:17:03

Para: erickcoppini@hotmail.com; erick_coppini@hotmail.com

Dear Mr. Coppini,

Your submission entitled "Influence of enamel acid-etching on mechanical properties and nanoleakage of resin composite restorations after thermomechanical aging" has been received by the Journal of Dentistry.

You will be able to check on the progress of your paper by logging on to Elsevier Editorial System as an author. The URL is <http://ees.elsevier.com/jjod/>.

Your manuscript will be given a reference number once an Editor has been assigned.

Thank you for submitting your work to this journal.

Kind regards,

Matt Walmsley
Journal Manager
Journal of Dentistry