Fabio Zovico Maxnuck Soares

Estudo comparativo de sistemas adesivos de fabricação nacional e importados: resistência de união à dentina, resistência à tração e micromorfologia

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

Área de Concentração: Materiais Dentários

Orientador: Prof. Dr. Leonardo Eloy Rodrigues Filho

São Paulo

2007

FOLHA DE APROVAÇÃO

Soares FZM. Estudo comparativo de sistemas adesivos de fabricação nacional e importados: resistência de união à dentina, resistência à tração e micromorfologia [Tese de Doutorado]. São Paulo: Faculdade de Odontologia da USP; 2007.

São Paulo, / /

Banca Examinadora

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

Titulação: _____

Julgamento: _____ Assinatura: _____

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

Titulação: _____

Julgamento: _____ Assinatura: _____

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

Titulação: _____

Julgamento: _____ Assinatura: _____

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

Titulação: _____

Julgamento: _____ Assinatura: _____

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

Titulação: _____

Julgamento: _____ Assinatura: _____

DEDICATÓRIA

À Rachel, por ter, junto comigo, realizado este trabalho, e pelo eterno amor, companheirismo e incondicional dedicação, sem sua presença na minha vida, não seria o que sou nem teria chegado até aqui.

AGRADECIMENTO ESPECIAL

Ao meu orientador, Professor Leonardo

Pessoa formidável, pelos anos de convivência durante os quais pude aprender com sua serenidade e sabedoria, a vencer e superar os desafios que se apresentaram.

Sempre o terei como exemplo a ser admirado e seguido por toda minha vida.

AGRADECIMENTOS

Aos meus pais e irmãos, Jorge, Vanda, Ric e Luiza, por serem meu porto seguro, por terem formado meu caráter e a pessoa que sou. Obrigado por uma vida acreditando e investindo em mim, tudo que eu sou e fiz foi por vocês.

À Professora Rosa Helena Miranda Grande, exemplo de competência, dedicação e liderança. Minha eterna gratidão pela ajuda, orientações e ensinamentos. Sua presença constante foi indispensável nestes anos de Pós Graduação.

Ao Professor Antônio Muench, não apenas pela ativa participação e diversas sugestões neste trabalho, mas pelo exemplo de dedicação nestes vários anos no Departamento.

Ao Professor José Fortunato Ferreira Santos pela total cooperação e disponibilidade com o uso do dispositivo utilizado, além das importantes sugestões oferecidas no desenvolvimento do trabalho.

Ao Professor Paulo Eduardo Capel Cardoso por toda ajuda e oportunidades. Saiba que você teve papel fundamental na minha formação como pesquisador, como orientador de iniciação científica, nos primeiros anos em que tive contato com a pesquisa científica.

À todos os Professores do Departamento de Biomateriais e Bioquímica Oral - Carlos Eduardo Francci, Fernando Neves Nogueira, Igor Studart Medeiros, Josete Barbosa Cruz Meira, Paulo Francisco César, Rafael Yagüe Ballester, Roberto Ruggiero Braga e Walter Gomes Miranda Júnior.

Ao Professor Elias Oliveira e ao Centro de Microscopia Eletrônica e Microanálise da ULBRA pela ajuda e realização da microscopia eletrônica de varredura

À colega de pós-graduação Sílvia Kenshima por ter gastado seu tempo me ensinando o preparo das amostras para microscopia

Aos amigos Sílvio e Antônio pela inestimável ajuda durante estes anos de trabalho no Departamento.

À Rosinha e à Mirtes, sempre alegres e dispostas a ajudar.

Ao Exército Brasileiro, em especial ao **Tenente-Coronel Elieser Fransico Marques Santos**, **Tenente-Coronel Alvaro Koji Imai**, **Tenente-Coronel Paulo Ubirajara Ribeiro Moraes** e **Capitão Anderson Schmidt** pela compreensão e

respaldo nas diversas vezes em que tive que me ausentar do serviço para conclusão deste trabalho.

Aos meus grandes e melhores amigos Léo, Jun, Takiy e Gus que estiveram comigo durante todos os bons e os maus momentos em quase dez anos de amizade.

Aos colegas de pós-graduação pelos ótimos momentos vividos juntos.

À CAPES pela bolsa concedida.

“O valor das coisas não está no tempo que elas duram,
mas na intensidade com que acontecem,
por isso existem momentos inesquecíveis
e pessoas incomparáveis.”

Fernando Pessoa.

Soares FZM. Estudo comparativo de sistemas adesivos de fabricação nacional e importados: resistência de união à dentina, resistência à tração e micromorfologia [Tese de Doutorado]. São Paulo: Faculdade de Odontologia da USP; 2007.

RESUMO

O objetivo deste trabalho foi comparar sistemas adesivos de fabricação nacional - Magic Bond DE (Vigodent), Master Bond (Biodinâmica) e Self Etch Bond (Vigodent) e similares importados - Adper Single Bond 2 (3M/ESPE) e Clearfil SE Bond (Kuraray) por meio da avaliação da resistência de união, resistência à tração e micromorfologia da interface. Para a avaliação da resistência de união foram utilizados vinte e cinco molares humanos hígidos (n=5). Os dentes foram preparados de modo a obterem-se superfícies planas em dentina, sobre as quais os sistemas adesivos foram aplicados seguindo as instruções dos fabricantes. Após 24 horas de armazenamento em água destilada a 37°C os dentes restaurados foram seccionados para obterem-se corpos-de-prova com área aderida de aproximadamente 0,8mm². Metade dos corpos-de-prova foi submetida imediatamente ao teste de microtração, com velocidade de 0,5 mm/min até o momento da fratura. Os demais corpos de prova foram armazenados por mais 6 meses antes da realização do teste. A resistência à tração foi avaliada em corpos-de-prova (n=10) usinados em forma de haltere, com secção transversal aproximada de 0,4 mm². O teste foi realizado em períodos idênticos aos do ensaio de microtração. Para a análise em microscopia eletrônica de varredura dois dentes foram preparados para cada sistema adesivo. Os valores obtidos foram submetidos à análise de variância e teste de correlação de Pearson. Os resultados obtidos no

teste de resistência de união mostraram que, em 24 horas, os sistemas Adper Single Bond 2 e Master Bond apresentaram médias superiores aos demais sistemas adesivos nacionais e inferiores ao sistema importado Clearfil SE Bond. Já após 6 meses, os dois sistemas importados foram superiores aos nacionais. Considerando os valores obtidos no teste de resistência à tração, os sistemas nacionais foram similares entre si nos dois momentos de avaliação. O sistema Clearfil SE Bond apresentou a maior média em 24 horas e média similar a dos sistemas nacionais após o armazenamento, com a maior redução nos valores de resistência à tração. O sistema Adper Single Bond 2 apresentou as menores médias nos dois períodos. Não foi encontrada correlação entre as variáveis resistência de união e resistência à tração. Na análise em microscopia eletrônica de varredura, interfaces defeituosas foram observadas para os sistemas adesivos nacionais, com exceção das formadas pelo sistema Master Bond. Os sistemas adesivos nacionais, exceto o Self Etch Bond, tiveram a durabilidade da união comprometida, o que não ocorreu com os similares importados. A resistência mecânica dos sistemas adesivos não influenciou a resistência de união proporcionada, em nenhum dos períodos avaliados.

Palavras-Chave: Adesivos dentinários; Dentina; Resistência à tração

Soares FZM. Comparative study of national and international adhesive systems: dentin bond strength, tensile strength and SEM [Tese de Doutorado]. São Paulo: Faculdade de Odontologia da USP; 2007.

ABSTRACT

The aim of this study was to compare national adhesive systems to similar imported materials by microtensile bond strength test, tensile strength and SEM evaluation. The adhesive systems evaluated were Magic Bond DE (Vigodent), Master Bond (Biodinâmica) and Self Etch Bond (Vigodent), from national manufacturer and similar imported materials Adper Single Bond 2 (3M/ESPE) and Clearfil SE Bond (Kuraray). For bond strength evaluation twenty five sound human molars were used, divided into five groups and prepared in order to obtain flat dentin surfaces in which the adhesive systems were applied following manufacturers instructions and resin blocks were made. After 24 hours of storage in distilled water at 37°C restorations teeth were sectioned in order to obtain specimen with a bonded area of around 0,8mm². Half of the specimen were immediately submitted to the test with a crosshead speed of 0,5 mm/min until fracture the other specimen were stored for additional 6 month prior to the test. Tensile strength was evaluated in adhesive dumbbell trimmed specimen with cross section area of around 0,4 mm². The test was performed at the same storage periods used in the bond strength test. For the SEM analysis two teeth with each material were prepared. The values were submitted to ANOVA and Pearson correlation. The results of bond strength showed that in 24 hours Adper Single Bond 2 and Master Bond produced higher values compared to the other systems and lower than Clearfil SE Bond. After 6 months the two imported materials were superior to the national adhesive systems. Regarding tensile strength the national adhesive systems

were similar to each other in both periods. Clearfil SE Bond showed the highest mean in 24 hours and after 6 months was similar to national adhesive systems. Adper Single Bond 2 showed the lower means in both periods. No correlation was found between bond strength and tensile strength. In SEM analysis defective interfaces were found to national adhesive systems excluding Master Bond. National adhesive systems bond strength longevity was compromised, excluding Self Etch Bond. After storage Clearfil SE Bond diminished tensile strength. In both storage times tensile strength did not influence bond strength.

Keywords: Dentin-bonding agents; Dentin; Tensile strength

SUMÁRIO

	p.
1 INTRODUÇÃO	14
2 REVISÃO DA LITERATURA	16
3 PROPOSIÇÃO	26
4 MATERIAL E MÉTODOS	27
4.1 Resistência de união	29
4.2 Resistência à tração do adesivo	33
4.3 Micromorfologia da Interface	38
4.4 Análise Estatística	41
5 RESULTADOS	43
5.1 Resistência de União	43
5.2 Resistência à tração do adesivo	49
5.3 Microscopia eletrônica de varredura	57
6 DISCUSSÃO	60
7 CONCLUSÕES	74
REFERÊNCIAS	75
APENDICES	84
ANEXO	

1 INTRODUÇÃO

Os anos após 1955 foram prodigiosos para a Odontologia, com participação marcante de visionários que, com propostas surpreendentes, revolucionaram a prática odontológica.

Os princípios biomecânicos dos preparos cavitários, razão maior da retenção das restaurações dentárias até então, foram confrontados com o desenvolvimento de materiais restauradores com propriedades de adesão aos tecidos dentários. O menor desgaste de estrutura dentária e especialmente, a possibilidade de restaurações imperceptíveis, são vantagens advindas do desenvolvimento destes materiais. A realização de restaurações adesivas, com resultados estéticos altamente satisfatórios, tem despertado grande fascínio entre os profissionais da Odontologia.

Assim, o estudo dos sistemas adesivos é destaque dentre as pesquisas na área de Materiais Dentários como um fenômeno mundial. O aprimoramento crescente dos sistemas adesivos é uma característica marcante da indústria de produtos odontológicos, que segue tendências não só da Odontologia, mas da vida moderna, que exige simplificação e rapidez, com manutenção da qualidade, o que exige o desenvolvimento de componentes complexos, patenteados, com fornecimento exclusivo. A indústria nacional diante da possibilidade de expandir sua atuação, ingressou no competitivo mercado de produtos odontológicos, em especial, de sistemas adesivos. No entanto, os sistemas adesivos de fabricação nacional não têm despertado grande interesse dos pesquisadores brasileiros, visto que, o número

de publicações com estes materiais é praticamente inexistente. Em contrapartida, o interesse dos profissionais por estes produtos pode ser surpreendente, diante de um atributo extremamente atrativo: o custo.

O preço de venda ao consumidor pode influenciar a escolha de um produto ou marca e, em razão disso, este aspecto deve ser considerado, especialmente diante da realidade econômica do país. Apesar disso, as evidências que suportam o uso seguro de sistemas adesivos de fabricação nacional e com baixo custo são escassas e assim, é necessário que seu desempenho seja investigado comparativamente aos produtos similares de custo mais elevado e de eficácia já demonstrada por estudos clínicos e laboratoriais.

São bastante comuns as avaliações laboratoriais dos sistemas adesivos, especialmente a resistência de união à dentina, substrato de complexidade desafiadora, sobretudo pela característica intrínseca de umidade, fator importante na longevidade da união adesiva. Assim, o estudo da resistência de união à dentina ao longo do tempo, passível de caracterizar alguma forma de degradação da interface adesiva, como a hidrolítica, é ainda instigante, igualmente à avaliação das características inerentes de resistência mecânica dos sistemas adesivos.

2 REVISÃO DA LITERATURA

A admiração pelo belo faz com que a estética seja uma aspiração da sociedade moderna. Isto tem reflexos diretos na prática odontológica, com o anseio por um sorriso perfeito, com dentes alinhados e cada vez mais brancos. Assim, as seculares restaurações de amálgama de prata têm sido preteridas àquelas realizadas com materiais com características estéticas similares às dos dentes.

O desejo por restaurações imperceptíveis, viabilizadas com a proposta do condicionamento ácido do esmalte (BUONOCORE, 1955), alavancou a indústria de produtos odontológicos no desenvolvimento de resinas compostas e de sistemas adesivos. A diversidade de produtos disponíveis na categoria de agentes de união, com o lançamento de novos e diferentes materiais, em velocidade surpreendente dificulta a realização, na mesma proporção, de pesquisas para a avaliação da qualidade da adesão produzida. Como consequência direta, a comercialização de produtos, em particular de sistemas adesivos, sem referencial de qualidade é uma perigosa realidade. O complexo processo de adesão à dentina faz com que o uso de produtos com propriedades desconhecidas represente um grande risco ao sucesso do procedimento restaurador.

Desde a proposta de adesão ao substrato dentinário (FUSAYAMA et al., 1979) a evolução dos sistemas adesivos foi surpreendente, uma vez que a adesão, até este momento, era limitada ao esmalte, tecido homogêneo, altamente mineralizado e praticamente isento de umidade, permissor do uso de materiais hidrófobos. A complexidade da adesão à dentina, substrato dinâmico, de estrutura tubular, permeável, com umidade intrínseca e formação da camada de esfregaço

(‘smear layer’) quando cortada, determinou o desenvolvimento de materiais compatíveis com suas características.

Deste modo, os sistemas adesivos contemporâneos têm na sua composição monômeros hidrofílicos associados à dimetracrilatos hidrofóbicos com o propósito de facilitar a penetração do agente de união entre as fibrilas colágenas expostas pela ação de ácidos sobre o tecido dentinário, para culminar na formação da camada de interdifusão resina-dentina, usualmente designada como camada híbrida (NAKABAYASHI; KOJIMA; MASUHARA, 1982). Dependendo do tipo de sistema adesivo utilizado, esta estrutura terá características distintas e peculiares.

Os sistemas adesivos contemporâneos podem ser classificados em duas categorias segundo as etapas operatórias – sistemas “etch and rinse” (com condicionamento ácido e lavagem) e “self etch” (autocondicionantes) (VAN MEERBEEK et al., 2001). Os sistemas adesivos “etch and rinse” podem apresentar-se comercialmente em três frascos, com os componentes (ácido, primer e adesivo) fornecidos separadamente, constituindo os denominados sistemas de três etapas. Aqueles com os compostos hidrofílicos e hidrofóbicos (“*primer*” e adesivo) em um único frasco são chamados de sistemas de duas etapas. Analogamente, os sistemas “self etch” subdividem-se em materiais de duas etapas e passo único, consoantes à apresentação, respectivamente, em duas soluções distintas, “*primer*” e adesivo, e em versão simplificada, na qual, independente do número de soluções, a aplicação é feita em passo operatório único, por essa razão, nominados de sistemas de passo único.

Os sistemas autocondicionantes podem, ainda, ser classificados conforme sua acidez, em fortes, intermediários e suaves (VAN MEERBEEK et al., 2003). As diferenças de pH, pKa, capacidade tampão e concentração de ácido determinam o

potencial de desmineralização e, conseqüentemente, padrões de hibridização distintos.

Os sistemas autocondicionantes promovem a formação de camadas híbridas notoriamente mais delgadas comparadas àquelas formadas por sistemas “etch and rinse” (VAN MEERBEEK et al., 2003). Os prolongamentos formados no interior dos túbulos dentinários (*tags*) também são mais curtos e irregulares comparados aos obtidos com sistemas com condicionamento ácido prévio (KENSHIMA et al., 2006). A despeito destas diferenças, os dois tipos de sistemas têm resultado em elevados e similares valores de resistência de união (ARMSTRONG et al., 2003; SENAWONGSE et al., 2004). A espessura da camada híbrida, portanto, parece ter pouca influência na efetividade da união (DE MUNCK et al., 2003a; INOUE et al., 2001).

Contudo, a evolução dos sistemas adesivos está atrelado a ambigüidades preocupantes. Ao tempo em que a simplificação da técnica é obtida, a presença de monômeros hidrofílicos e acídicos nos sistemas de passo único, implica em grandes quantidades de água para permitir sua ionização e, como resultado final, é obtida uma camada híbrida mais hidrofílica e permeável (TAY; PASHLEY, 2003a).

Tais características permitem o trânsito de água na camada de adesivo, evento claramente visível em análises por microscopia de transmissão, após impregnação por nitrato de prata amoniacal (TAY; PASHLEY, 2003b; TAY et al., 2005). A presença de canais de água na camada de adesivo pode ser indicativa da possível degradação precoce da interface (TAY; PASHLEY, 2003b).

Outrossim, os sistemas “etch and rinse” têm suscitado inquietações acerca da durabilidade da adesão promovida, uma vez que a porção de dentina com fibrilas colágenas desprotegidas, resultante da discrepância entre a profundidade de

dentina desmineralizada e a infiltrada pelo adesivo (TITLEY et al., 1995), constitui uma porta ao enfraquecimento da união, pois é passível de sofrer degradação hidrolítica (HASHIMOTO et al., 2000), com conseqüente comprometimento da adesão. A presença de fibrilas colágenas sem proteção parece não ocorrer quando do uso de sistemas autocondicionantes, em função da simultânea dissolução da fase inorgânica da dentina e infiltração do monômero adesivo (HASHIMOTO et al., 2003).

Ademais, os sistemas autocondicionantes dispensam a etapa clínica da lavagem após condicionamento ácido do substrato e, com isso, as dificuldades inerentes à manutenção de níveis ótimos de umidade residual da dentina, para infiltração do sistema adesivo, são eliminadas (LOPES et al., 2002; TANUMIHARJA; BURROW; TYAS, 2000).

No entanto, são muitas as evidências da similaridade da resistência de união à dentina produzida pelos sistemas com condicionamento ácido e autocondicionantes, (CAN SAY et al., 2006; SADEK et al., 2005; SOARES et al., 2005; TOLEDANO et al., 2003; TOLEDANO et al., 2006a) ainda que com interfaces distintas.

As pesquisas acerca dos sistemas adesivos fundamentam-se principalmente em avaliações laboratoriais e clínicas da interação material/substrato dental: resistência de união, morfologia da interface e durabilidade da união (BRESCHI et al., 2003; CARRILHO et al., 2005a; HASHIMOTO et al., 2003; SANO et al., 1999; TOLEDANO et al., 2007; WANG; SPENCER, 2004).

Em que pese o fato de que os ensaios clínicos ofereçam a melhor resposta às hipóteses da pesquisa, fatores relativos a questões éticas, longo tempo necessário, alto custo (SUDSANGIAM; VAN NOORT, 1999), dificultam ou mesmo

inviabilizam estes estudos. Ademais, a interação de diversos fatores presentes na cavidade oral (VAN MEERBEEK et al., 2003) dificulta a identificação da razão pela qual ocorrem as falhas das restaurações. Assim, pesquisas laboratoriais têm sido utilizadas cada vez mais como parâmetro de avaliação do desempenho de sistemas adesivos (SUDSANGIAM; VAN NOORT, 1999; VAN MEERBEEK et al., 2003).

Neste sentido, os testes de resistência de união parecem ser consenso em informar a eficiência da adesão de sistemas adesivos (VAN NOORT et al., 1989). A resistência de união dos sistemas adesivos aos substratos dentários foi, por muitos anos, avaliada quantitativamente por meio dos testes mecânicos de tração e cisalhamento (SCHREINER et al., 1998). Contudo, o melhoramento dos materiais e da técnica de aplicação, decorrente do estudo minucioso das características do substrato, fez com que estes testes apresentassem limitações relativas ao número crescente de fraturas coesivas (PASHLEY et al., 1995b), não informativas da união real entre substrato/material e sim como provável consequência da distribuição não uniforme das tensões ao longo da interface adesiva (SANO, 2006).

O teste de microtração (SANO et al., 1994b) apregoado na tentativa de atenuar os inconvenientes previamente citados. Isto porque a carga de tração é aplicada à interface de união de secções diminutas com distribuição mais homogênea das tensões, com conseqüente verificação de altos valores de resistência de união.

O valor numérico mínimo de resistência de união ao substrato dentário a ser alcançado pelos sistemas adesivos em avaliações laboratoriais ainda é discutível. A comparação dos resultados é limitada entre os estudos devido às diferenças metodológicas para se mesurar a resistência de união, em especial, das variações na configuração e dimensão dos corpos de prova (SUDSANGIAM; VAN NOORT,

1999). Apesar disso, em estudos que utilizam o ensaio de microtração os valores superam os 20 MPa, valores obtidos inicialmente com o uso dos adesivos hidrofílicos em teste de tração convencional. Isto é decorrente não apenas da melhoria dos materiais, mas porque no ensaio de microtração as tensões se distribuem de forma mais uniforme e além disso a ocorrência de falhas na interface em uma área reduzida é menor, ou seja, quanto menor a área utilizada, maiores os valores de resistência de união (SANO et al., 1994b).

A importância de altos valores de resistência de união deve-se também à necessidade de suportar as forças geradas pela contração de polimerização das resinas compostas (DAVIDSON; DE GEE; FEILZER, 1984), permitindo assim um melhor selamento da cavidade.

Diversos trabalhos atestam a similaridade de valores de resistência de união dos sistemas adesivos “etch and rinse” e autocondicionantes de dois passos (CAN SAY et al., 2006; SADEK et al., 2005; SOARES et al., 2005; TOLEDANO et al., 2003; TOLEDANO et al., 2006a), embora o sistema autocondicionante pareça ser sensível aos efeitos da degradação da camada híbrida após períodos mais longos (ARMSTRONG et al., 2003).

A estabilidade da união ao longo do tempo é motivo de preocupação. A literatura tem informações consistentes para sustentar o fato de que união resina-dentina sofre deterioração ao longo do tempo (KOSHIRO et al., 2004). Fatores tais como a presença de fibrilas colágenas parcialmente ou mesmo não infiltradas (ARMSTRONG et al., 2003; HASHIMOTO et al., 2003; PASHLEY et al., 2004), somados a natureza hidrofílica do material, que favorece o trânsito de fluidos pelo adesivo (TAY et al., 2004) com conseqüente presença de microestruturas

preenchidas por água, usualmente referidas como "water-trees", no íntimo da camada de adesivo, favorecem a degradação (TAY; PASHLEY, 2003b).

Por conseguinte, a degradação da união adesiva é um fenômeno complexo e multifatorial, uma vez que a interface aderida é composta por diferentes estruturas, com características físicas, mecânicas e químicas marcadamente distintas. A percepção de tal fato motivou o desenvolvimento de estudos acerca do comportamento, em separado, de cada um dos distintos elementos da interface aderida (HASEGAWA et al., 1999; PASHLEY et al., 1995a; SANO et al., 1994a; SANO et al., 1995; TAKAHASHI et al., 2002), na investida de elucidar qual mais suscetível à degradação e, portanto, responsável pela queda em valores de resistência de união através do tempo (DE MUNCK et al., 2003b; HASHIMOTO et al., 2000; KOSHIRO et al., 2004; SANO et al., 1999; TOLEDANO et al., 2007).

Os reais mecanismos relativos à fragilidade da união adesiva decorrente do envelhecimento não foram ainda elucidados. Há indícios de que a porção resinosa da interface seja suscetível à degradação hidrolítica (CARRILHO et al., 2004; CARRILHO et al., 2005b; SANTERRE; SHAJII; LEUNG, 2001), opostamente ao pensamento anterior de que somente o colágeno não infiltrado representava o componente frágil da união (BURROW; SATOH; TAGAMI, 1996).

O aumento de porosidades na superfície da porção resinosa da camada híbrida parece desempenhar papel importante na redução da resistência da interface (SANO et al., 1999). A combinação da existência de fibrilas colágenas não infiltradas pelo material adesivo com a presença destas porosidades resulta na formação de uma camada híbrida permeável que, por conseguinte favorece a hidrólise dos seus componentes.

Por outro lado, a correlação entre os parâmetros resistência de união à dentina e resistência máxima à tração de sistemas adesivos, apontada por Takahashi et al. (2002), sustenta a sugestão da forte influência das propriedades mecânicas dos sistemas adesivos sobre união adesiva.

Assim, a redução das propriedades mecânicas do componente resinoso após envelhecimento pode influenciar fortemente a degradação da interface adesiva (CARRILHO et al., 2005b; YIU et al., 2004). Shono et al. (1999) aventaram a necessidade de investigações acerca da caracterização dos sistemas adesivos a fim de facultar, em última instância, maior durabilidade da união à dentina (SHONO et al., 1999).

Em um ensaio de envelhecimento, por imersão prolongada em água, uma representação laboratorial do envelhecimento, reduziu significativamente as propriedades mecânicas de sistemas adesivos, avaliada pelo parâmetro de resistência à tração (CARRILHO et al., 2004). O mesmo não foi verificado com a imersão em óleo mineral, supostamente pela obtenção de maiores graus de conversão e conseqüente melhoria das propriedades mecânicas do material.

Contudo a redução das propriedades mecânicas de sistemas adesivos parece ser material-dependente. Isto porque para um sistema autocondicionante submetido ao envelhecimento por imersão em água por um ano, não houve alteração em suas propriedades mecânicas, por outro lado, sistemas de frasco único, apresentaram redução significativa de valores (CARRILHO et al., 2005b)

Yiu et al. (2004) demonstraram em estudo laboratorial que, dentre diversas misturas experimentais de monômeros, ranqueadas pelo parâmetro de hidrofília, aquelas mais hidrofílicas apresentaram redução significativa dos valores de resistência máxima à tração, comparadas às menos hidrofílicas ou mais hidrófobas,

que permaneceram estáveis após o período de envelhecimento de doze meses. A correlação entre hidrofília e sorção de água é fundamentada na presença de um maior número de sítios polares ao longo da molécula que têm afinidade com a água. A relação entre sorção de água, hidrofília de monômeros funcionais e propriedades mecânicas já havia sido sugerida em anos anteriores (TANAKA et al., 1999).

Não obstante, a sorção de água pelo polímero não é regida somente pela hidrofília, mas também pela configuração espacial da estrutura polimérica na qual a presença de nanoporos, criados na massa do material durante a polimerização (SODERHOLM, 1984), favorece a entrada de água, sem relação alguma com a natureza polar do material (YIU et al., 2004). Outra importante informação advinda deste estudo refere-se ao período de maior suscetibilidade à degradação da resistência mecânica destes compostos, dado que acentuada redução dos valores foi verificada já após o primeiro mês do envelhecimento.

O efeito de plastificação do polímero propiciado pela água é apontado como a principal razão para a redução da resistência à tração dos sistemas adesivos após envelhecimento (CARRILHO et al., 2004; CARRILHO et al., 2005b; PAUL et al., 1999). No entanto, os fatores que influenciam a degradação dos sistemas adesivos não foram completamente elucidados.

Os sistemas adesivos contemporâneos são contemplados, quase que em sua totalidade, em inúmeras publicações. No entanto, existem materiais que estão à margem do interesse de pesquisadores e têm, portanto, desempenho absolutamente desconhecido.

Os sistemas adesivos fabricados no país não foram considerados em pesquisas até este momento, muito embora, sejam economicamente atrativos perante a realidade brasileira. Esta lacuna motivou o desenvolvimento do presente

estudo que teve por objetivo de inferir comparativamente o desempenho de sistemas adesivos de fabricação nacional e equivalentes importados, pela avaliação da resistência de união à dentina, resistência à tração do adesivo e características morfológicas da interface adesiva.

3 PROPOSIÇÃO

3.1 Objetivo geral

O objetivo deste estudo foi comparar a resistência de união à dentina e a resistência à tração do adesivo, imediatas e após armazenamento, e o padrão micromorfológico da interface adesiva de sistemas adesivos de fabricação nacional e de similares importados.

3.2 Objetivos específicos

Avaliar a resistência de união à dentina de sistemas adesivos, imediata e após armazenamento.

Avaliar a resistência à tração de sistemas adesivos, imediata e após armazenamento.

Verificar a relação entre as propriedades mecânicas de sistemas adesivos e a resistência de união à dentina, imediata e após armazenamento.

Avaliar o padrão micromorfológico da interface de união produzida pelos sistemas adesivos.

4 MATERIAL E MÉTODOS

O presente estudo avaliou comparativamente três parâmetros dos sistemas adesivos selecionados - resistência de união, resistência à tração e micromorfologia. A metodologia de cada um dos testes será apresentada separadamente, nesta ordem, para facilitar a compreensão.

O quadro 4.1 apresenta os sistemas adesivos selecionados para avaliação, classificados de acordo com a categoria, fabricante e a procedência.

Sistema adesivo	Categoria	Fabricante	Procedência
Magic Bond DE	“etch and rinse” de 2 etapas	Vigodent S/A Indústria e Comércio	Nacional
Master Bond	“etch and rinse” de 2 etapas	Biodinâmica Quím. e Farm. Ltda.	
Self-Etch Bond	“self etch” de 2 etapas	Vigodent S/A Indústria e Comércio	
Adper Single Bond 2	“etch and rinse” de 2 etapas	3M / ESPE Dental Products	Estrangeira
Clearfil SE Bond	“self etch” de 2 etapas	Kuraray Medical Inc.	

Quadro 4.1 - Nome comercial, categoria, fabricante e procedência dos sistemas adesivos avaliados

O quadro 4.2 apresenta a composição, protocolo de uso segundo as instruções dos fabricantes e lote dos sistemas adesivos avaliados.

Sistema Adesivo (nº de lote)	Composição*	Instruções*
Magic Bond DE 005 03 005 04	HEMA, dimetacrilatos, acrilato do ácido fosfínico, dióxido de silício altamente disperso, iniciadores e estabilizadores em uma solução alcoólica	-Condicionar com ácido fosfórico 37% por 15s. -Lavar com água. -Secar, evitando a desidratação da dentina. -Aplicar o material por 10 segundos. -Aplicar um jato de ar. -Fotoativar por 20s.
Master Bond 929/03 784/05	Bisfenol A bisglicidilmetacrilato, dimetacrilato de tetraetilenoglicol, metacrilato de hidroxietila, quinona de cânfora, fluoreto de sódio, álcool etílico	- Condicionar esmalte e dentina com Ataque Gel por 15 s. - Lavar abundantemente. Secar suavemente com jato de ar (não ressecar a dentina), a dentina deve apresentar um brilho de umidade. - Aplicar imediatamente o material sobre a superfície. - Fotoativar por 20s. -Aplicar nova camada da mesma forma e fotoativar 20 s.
Self Etch Bond Primer: 053 C5 Bond: 008 04	<i>Primer:</i> Hema, copolímero, monômero adesivo (MEP), dimetacrilatos, álcool, água, fotoiniciadores e estabilizantes. <i>Bond:</i> Monômero adesivo (MEP), HEMA, BisGMA, álcool, dimetacrilatos, Microfiller, fotoiniciadores e estabilizantes	-Aplicar <i>self-etch bond primer</i> de modo suave por 20s. -Leve jato de ar, tomando cuidado para não ressecar a cavidade. -Aplicar S.E. <i>bond</i> adesivo. -Breve jato de ar. -Fotoativação por 10s.
Adper Single Bond 2 5CP 5EC	Nanopartícula de sílica, BisGMA, HEMA, dimetacrilatos, etanol, água, inovador sistema fotoiniciador, copolímero funcional de metacrilato de ácidos poliacrílico e polialcenóico	-Condicionar com ácido fosfórico 37% por 15s. -Lavar com abundância. -Secar, deixando-se a cavidade úmida. -Aplicar 2 camadas consecutivas agitando gentilmente por 15s -Secar gentilmente. -Fotoativação por 10s.
Clearfil SE Bond Primer: 00756A 00525A Bond: 00528B 00793B	<i>Primer:</i> 10 (MDP), HEMA, dimetacrilato hidrofílico, d1-canforoquinona, N,N-Dietanol-p-toluidina, Água <i>Bond:</i> 10 (MDP), BIS-GMA, HEMA, dimetacrilato hidrofóbico, d1-canforoquinona, N,N-Dietanol-p-toluidina, Sílica coloidal silanizada	-Aplicar o <i>primer</i> deixando agir por 20s. -Leve jato de ar por 5s. -Aplicar <i>bond</i> . -Leve jato de ar. -Fotoativação por 10s.

*Informações fornecidas pelos fabricantes

Quadro 4.2 - Composição, instruções e lote dos materiais avaliados

4.1 Resistência de União

O protocolo de pesquisa recebeu aprovação prévia do CEP/FOUSP (Parecer nº 103/04) (Anexo A).

Foram selecionados para o estudo vinte e cinco molares humanos hígidos, obtidos do Banco de Dentes Humanos da Faculdade de Odontologia da Universidade de São Paulo, seguindo o critério de inclusão de ausência de lesões de cárie, trincas e restaurações (Figura 4.1 A).

Para avaliar a resistência de união promovida pelos sistemas adesivos, tanto imediata (24 horas) quanto após seis meses de armazenamento em água, foi empregada a metodologia de microtração, descrita a seguir.

4.1.1 preparo dos dentes

Os dentes tiveram suas porções oclusais e radiculares seccionadas com disco de diamante, sob refrigeração, em cortadora de precisão (Isomet 1000, Buehler) obtendo-se assim, superfície plana em dentina. Após essa etapa, o esmalte circundante foi removido com ponta de diamante (1093, KG Sorensen), sob refrigeração, em alta rotação.

Para obtenção de uma camada de esfregaço uniforme e padronizada, a superfície dentinária foi abrasionada em lixas d'água de granulações decrescentes (220, 320, 400) por 15 segundos e em lixa número 600 por 30 segundos.

4.1.2 restauração dos dentes

A etapa restauradora foi realizada em ambiente climatizado, com umidade relativa de 50% (± 5) e temperatura de 24°C (± 1).

Foram utilizados cinco dentes ($n=5$) para cada material, nos quais os sistemas adesivos foram aplicados sobre a superfície da dentina preparada, conforme as instruções dos fabricantes (Quadro 4.2).

Uma exceção foi feita para o sistema Self Etch Bond, para o qual o tempo de aplicação do “*primer*” foi duplicado (40 segundos). Isto porque não foi possível a obtenção de corpos-de-prova para o teste de microtração, durante o plano piloto, com os 20 segundos de aplicação recomendados pelo fabricante.

A fotoativação dos sistemas adesivos foi realizada pelo tempo recomendado pelos fabricantes (Quadro 4.2) com aparelho QHL 75 Curing Lite (Dentsply, EUA), com potência de 700 mW/cm², aferida a cada cinco dentes restaurados.

Após a aplicação e fotoativação dos produtos, foram construídos blocos de resina composta (Z100, 3M/ESPE) em porções fotoativadas por 40 segundos, até uma altura de aproximadamente 6 mm (Figura 4.1 B). Os dentes restaurados, designados por espécimes, foram então armazenados em água destilada a 37°C, por 24 horas.

4.1.3 preparo dos corpos-de-prova e ensaio de microtração

Os espécimes foram seccionados, em cortadora de precisão (Isomet 1000, Buehler), com disco de diamante, em dois sentidos (mesiodistal e vestibulolingual), perpendiculares ao plano oclusal (Figura 4.1 C), produzindo corpos-de-prova em forma tetragonal, compostos por resina composta e dentina, com área aderida de aproximadamente $0,8 \text{ mm}^2$ (Figura 4.1 D), mensurada com paquímetro digital (MT 00855, Uyustools Professional), com precisão de 0,01 mm.

Metade dos corpos-de-prova obtidos de cada espécime foram aleatoriamente selecionados e armazenados por 6 meses nas mesmas condições descritas para as 24 horas iniciais. Os demais corpos de prova foram imediatamente submetidos ao ensaio de microtração.

Para tanto, os corpos-de-prova foram fixados a dispositivos específicos (“Geraldini’s devices”), com cola à base de cianoacrilato (Super Bonder Gel, Henkel Loctite) e tracionados em máquina de ensaios (Kratos Dinamômetros) com velocidade de 0,5 mm/min até o momento da fratura (Figura 4.1 E). O mesmo procedimento foi realizado para os corpos-de-prova armazenados por 6 meses.

A carga de ruptura, fornecida em kgf, e a área dos corpos-de-prova permitiu a conversão dos valores para Mega Pascal (MPa).

O padrão de fratura de cada corpo de prova foi analisado em microscópio (HMV II, Shimadzu) com aumento de 400x (Figura 4.2) (REIS et al., 2003) e classificado em dois tipos: adesiva/mista e coesiva (dentina ou resina). Os valores de ruptura dos corpos-de-prova que apresentaram falhas do tipo adesiva/mista foram considerados no cálculo do valor médio de cada espécime.

Aos corpos-de-prova que se romperam antes do teste de tração foi imputado valor arbitrário igual a 4 MPa, aproximadamente metade dos valores mínimos que puderam ser mensurados, e estes foram incluídos no cálculo das médias de resistência de união (REIS et al., 2003).

Figura 4.1 - Seqüência para obtenção dos corpos de prova para o ensaio de microtração (Molar humano hígido (A), espécime antes do corte (B), aspecto do espécime após seqüência de cortes (C), corpo de prova de microtração (D), corpo de prova após fratura (E))

Figura 4.2 - Padrão de fratura da porção de dentina de um corpo de prova após ensaio, em 400x de aumento, apresentando fratura do tipo adesiva/mista

4.2 Resistência à tração do adesivo

Os mesmos sistemas adesivos nacionais avaliados no teste de resistência de união foram utilizados - Magic Bond DE (Vigodent), Master Bond (Biodinâmica), Self Etch Bond (Vigodent) assim como os similares importados Adper Single Bond 2 (3M ESPE) e Clearfil SE Bond (Kuraray).

A confecção dos corpos-de-prova nesta etapa do estudo foi realizada também em ambiente climatizado, nos mesmos parâmetros já descritos para o teste de microtração.

Para avaliar a resistência à tração dos materiais, foi realizado ensaio de tração em corpos-de-prova confeccionados exclusivamente com os sistemas adesivos. Tal propriedade foi mensurada após 24 horas e seis meses de armazenamento. Foram confeccionados 20 blocos com cada material, 10 por condição experimental (n=10).

No caso dos sistemas de dois frascos (Self Etch Bond e Clearfil SE Bond), apenas o “bond” foi utilizado, uma vez que, não foi possível a obtenção de corpos-de-prova utilizando a mistura “primer” e “bond”. Isto porque a polimerização ocorria de forma deficiente, resultando em blocos defeituosos e sem rigidez suficiente para permitir a sequência de obtenção dos corpos-de-prova.

O método empregado será detalhadamente descrito a seguir.

4.2.1 evaporação do solvente

Inicialmente, 5 gotas do adesivo foram dispensadas em casulo plástico (Figura 4.3 A) e sobre elas aplicado jato de ar comprimido, a uma distância de 30 cm, por 90 segundos (MALACARNE et al., 2006). Este tempo foi padronizado a partir da observação da perda da massa do material, verificada em balança analítica. Com noventa segundos de aplicação de jatos de ar nas mesmas condições, a perda de massa, atribuída à evaporação de solvente, era estabilizada após uma abrupta queda inicial, de forma que, com este tempo, garantiu-se a eliminação da maior parte do solvente e, portanto, a avaliação do material em uma condição mais próxima possível da ideal.

4.2.2 polimerização do adesivo

Após a etapa de evaporação do solvente, com auxílio de uma micropipeta (Pipetman P20, Gilson), o adesivo foi transferido para moldes de silicone de adição previamente confeccionados (Figura 4.3 B). Os moldes foram feitos a partir de blocos de resina composta em forma de paralelogramo, confeccionados em matriz, com as seguintes dimensões: 10 mm x 2 mm x 2 mm (Figura 4.3 C), sendo que cada molde foi utilizado na confecção de dez blocos.

Após a inserção (Figura 4.3 D), o conteúdo de adesivo era inspecionado para verificar a ausência de bolha de ar aprisionada que, quando constatada, era removida com o auxílio de uma sonda exploradora.

A fotoativação foi realizada com aparelho QHL 75 Curing Lite (Dentsply, EUA), com potência aproximada de 700 mW/cm^2 perfazendo um total de 80 segundos. Após 40 segundos de fotoativação, o bloco era retirado do molde a fotoativado por mais 40 segundos na face oposta àquela inicialmente irradiada (MALACARNE et al., 2006).

Após a fotoativação os blocos de adesivo (Figura 4.3 E) foram armazenados por 24 horas em água destilada a 37°C .

4.2.3 usinagem dos blocos

Após armazenamento por 24 horas, os blocos foram usinados com ponta diamantada refrigerada (1093 FF, KG Sorensen) em turbina de alta rotação adaptada a equipamento para confecção de espécimes para microtração (Microspecimen Former, Universidade de Iowa) (DE MUNCK et al., 2005). Este dispositivo possui uma pinça que fixa o bloco, possibilitando movimentos de rotação em torno de seu longo eixo e, simultaneamente, deslocamento paralelo ao longo eixo do bloco (Figura 4.3 F e G). Desta forma, ao final da usinagem, obtiveram-se corpos-de-prova com formato de haltere (Figura 4.3 H), com sua porção central cilíndrica, com 4,5 mm de comprimento e $0,4 (\pm 0,1) \text{ mm}^2$ de secção transversal.

Concluída a usinagem, dez corpos-de-prova de cada material foram imediatamente submetidos ao ensaio de tração e os outros dez armazenados em água destilada a 37°C por seis meses.

4.2.4 ensaio de tração

Para o teste de tração os corpos-de-prova foram acomodados a dispositivos ("jigs") específicos, que propiciam perfeita adaptação do corpo-de-prova, sem a necessidade de colagem (Figura 4.3 I e J).

O conjunto corpo de prova-"jig" foi adaptado em máquina universal de testes (Instron, 5565) e tracionados com velocidade de 0,5 mm/min até o momento da fratura (Figura 4.3 K). Os valores foram convertidos a MPa para posterior análise estatística.

Figura 4.2.1 - Seqüência para obtenção dos corpos-de-prova para resistência à tração (Evaporação do solvente (A), transferência do adesivo com pipeta (B), molde de silicone utilizado para polimerização (C), inserção do adesivo no molde (D), bloco de adesivo (E), dispositivo para usinagem do bloco (F e G), corpo-de-prova com forma de haltere (H), dispositivo utilizado para o ensaio de tração (I e J), corpo-de-prova após ensaio (K)).

4.3 Micromorfologia da Interface

A análise da interface adesiva produzida pelos sistemas adesivos foi avaliada sob microscopia eletrônica de varredura. Para isto, dois espécimes representativos de cada sistema adesivo foram preparados conforme descrito a seguir

4.3.1 restauração e obtenção dos espécimes

Para a análise da micromorfologia da interface resina/dentina foram utilizados 10 molares humanos hígidos ($n=2$). Os dentes tiveram a porção radicular e coronária removidos com disco diamantado refrigerado em de cortadora de precisão (Isomet 1000, Buehler) de forma a expor superfície plana em dentina, livre de esmalte, da mesma forma como descrito para a resistência de união. Subseqüentemente, os dentes foram seccionados paralelamente ao plano oclusal, em intervalos de 1 mm, até a exposição da câmara pulpar obtendo-se assim discos de dentina com espessura de 1 mm. Os discos de dentina que apresentaram perfurações, devido à exposição da câmara pulpar, foram descartados.

A superfície oclusal dos discos foi identificada com uma marca de grafite para facilitar os procedimentos restauradores posteriores. Dois a três discos foram obtidos de cada dente.

Os discos de dentina foram abrasionados em lixa d'água de granulação 600 por 30 segundos, para formação de uma camada de esfregaço padronizada e a

seguir, foram aleatorizados para a aplicação dos sistemas adesivos, de acordo com as instruções dos fabricantes (Quadro 4.2).

Sobre as superfícies dentinárias hibridizadas, foi aplicada resina de baixa viscosidade, em camadas fotoativadas por 20 segundos com aparelho QHL 75 Curing Lite (Dentsply, EUA), com potência aproximada de 700 mW/cm^2 até uma altura aproximada de 4 mm.

Os discos de dentina “restaurados” foram transversalmente seccionados em cortadora de precisão (Isomet 1000, Buehler), gerando de 2 a 3 espécimes por disco, com a interface resina/dentina exposta.

4.3.2 fixação e desidratação dos espécimes

Os espécimes foram imediatamente imersos em solução de glutaraldeído a 2,5% com 2% de paraformaldeído por 12 horas a uma temperatura de 4°C . A seguir submetidos a banho de uma hora em solução tampão de cacodilato de sódio 0,1 M, pH 7,4 com três trocas da solução, e depois lavados em água destilada por 5 minutos.

A desidratação foi realizada pela imersão em soluções de etanol com concentrações crescentes de 25%, 50% e 75% por 20 minutos cada, 95% por 30 minutos e 100% por 1 hora. A etapa de desidratação foi finalizada com imersão em HMDS (hexametildisilazana) (PERDIGAO et al., 1995) por 10 minutos, em capela. Os espécimes foram então acondicionados por 12 horas em fracos identificados contendo sílica.

4.3.3 embebição, polimento e observação em MEV

Os espécimes foram colados com fita dupla face, a uma placa de vidro, com a interface aderida voltada para baixo, dispostos paralelamente e próximos uns aos outros, de forma que pudessem ser circundados com anéis de PVC de ½ polegada com 2 cm de altura. Os anéis foram então estabilizados com cera pegajosa e seu interior foi vaselinado para facilitar a posterior remoção dos blocos de resina contendo os espécimes.

Dentro dos anéis contendo os espécimes foi vertida resina epóxica (MX-4231, Redelease Ltda) e aguardada a polimerização por 24 horas.

Após o período de polimerização, os blocos de resina foram removidos dos anéis de PVC e submetidos a polimento com lixas d'água com irrigação em politriz (Ecomet). Inicialmente foi utilizada lixa d'água de número 240 por 30 segundos, seguida em seqüência decrescente de granulometria, de números 400, 600, 1200, 1500, 2000, 2500 e 4000.

Os espécimes foram observados em lupa estereoscópica com 25x de aumento (Stemi 2000, Carl Zeiss) para acompanhar o desgaste da interface após o uso de cada lixa. Além disso, foi utilizado banho em cuba de ultrassom (Limp Sonic LS-8D, Embrasol Tec) com água destilada por 5 minutos entre cada lixa, para certificar a remoção de quaisquer resíduos das lixas anteriores. Antes da última lixa (4000) a superfície de resina epóxica oposta à das interfaces foi desgastada até que o bloco ficasse com uma altura aproximada de 3 mm. Os espécimes foram submetidos a banho em cuba de ultrassom por dez minutos.

Após o polimento, os espécimes foram submetidos à desmineralização em HCl 1 N durante 30 segundos, seguido de lavagem com água destilada por 3 minutos e subsequente desproteinização em NaOCl a 2% durante 10 minutos, finalizando com nova lavagem em água destilada. Os espécimes foram acondicionados, em frascos identificados, com sílica por 24 horas, até o momento da metalização feita com liga Au Pd em aparelho MED 020 (Baltec AG, Balzers), com espessura de 15 nm.

A observação em MEV foi feita no Centro de Microscopia Eletrônica e Microanálise da ULBRA em microscópio eletrônico de varredura (XL20, Philips), nas condições 20 kV, spot 3,0 e WD 8, com magnificações de 5000 e 10000x.

4.4 Análise Estatística

Os dados obtidos no teste de resistência de união (apêndice b) foram submetidos à análise de variância de dois fatores (material e tempo) com parcelas subdivididas ("split plot"). O teste de comparação múltipla de Tukey foi utilizado para a comparação das médias de resistência de união, com nível de significância de 5%.

Adicionalmente os corpos-de-prova perdidos foram submetidos a teste de igualdade de proporções e teste exato de Fisher (apêndices c e d).

Os valores de resistência à tração (apêndice a) foram submetidos à análise de variância de dois fatores (material e tempo). A comparação de médias foi feita a partir da realização do teste de Tukey com níveis de significância de 1% e 5%.

Testes de correlação linear de Pearson e regressão simples foram realizados para verificar a possível relação entre as variáveis resistência de união e resistência à tração do adesivo e área de secção transversal e tensão de ruptura.

O programa GMC, versão 7.7 foi utilizado para todas as análises.

5 RESULTADOS

Os resultados obtidos são apresentados a seguir, separadamente para cada experimento (resistência de união, resistência à tração do adesivo e análise micromorfológica), no intuito de facilitar o entendimento.

5.1 Resistência de União

A Tabela 5.1 apresenta o número total de corpos-de-prova obtidos, testados e perdidos prematuramente de cada sistema adesivo, por condição experimental, no teste de microtração.

A apresentação, em separado, do número de corpos-de-prova perdidos que foram considerados na análise estatística, pode auxiliar a avaliação comparativa dos sistemas adesivos, evidenciando maior ou menor suscetibilidade do material a metodologia empregada.

Tabela 5.1 - Número total de corpos de prova obtidos, testados e perdidos por condição experimental

Sistema Adesivo	Total	Tempo de Armazenamento			
		24 horas		6 meses	
		Testados	Perdidos	Testados	Perdidos
Magic Bond DE	115	38	33	42	2
Master Bond	99	43	7	42	7
Self-Etch Bond	147	21	106	20	0
Adper Single Bond 2	122	57	5	60	0
Clearfil SE Bond	106	53	0	53	0

Contrastando a proporção de palitos perdidos de cada sistema adesivo, dois a dois pelo teste de igualdade entre proporções e teste exato de Fisher, observaram-se diferenças significantes. A Tabela 5.2 apresenta as proporções de corpos de prova perdidos, bem como, os contrastes entre elas.

Tabela 5.2 - Percentual de corpos de prova perdidos em 24 horas de cada sistema adesivo

Sistema adesivo	Corpos de prova perdidos (%)*
Magic Bond DE	28,7% ^c
Master Bond	7,1% ^b
Self Etch Bond	72,1% ^d
Adper Single Bond 2	4,1% ^b
Clearfil SE Bond	0% ^a

*Letras diferentes indicam diferença estatística significante a 5%

Foi bastante notória a perda de corpos-de-prova do sistema Self Etch Bond, predominantemente durante o seccionamento dos espécimes, ou seja, na condição de 24 horas. Este sistema apresentou proporção significantemente maior de corpos de prova perdidos comparado aos demais sistemas adesivos. O sistema Magic Bond DE também apresentou percentual de perdas elevado, no entanto, significativamente menor que o Self Etch Bond.

Para o sistema Clearfil SE Bond nenhum corpo de prova foi perdido enquanto os sistemas Master Bond e Adper Single Bond 2 apresentaram proporções semelhantes de perdas prematuras.

Após o período de armazenamento de 6 meses, poucas falhas prematuras foram observadas e estas foram exclusivas para os sistemas Master Bond e Magic

Bond DE. No entanto, é importante lembrar que o armazenamento foi realizado com os espécimes já seccionados (corpos de prova).

Considerando que os valores de resistência de união são representados somente pelos corpos de prova que apresentaram fraturas do tipo adesiva/mista, a distribuição dos corpos de prova testados, classificados de acordo com o tipo de fratura, por grupo experimental é apresentada na Tabela 5.3.

Tabela 5.3 - Modo de fratura por condição experimental

Sistema Adesivo	Tempo de Armazenamento			
	24 h		6 meses	
	Coesiva	Adesiva/mista	Coesiva	Adesiva/mista
Magic Bond DE	0	38	0	42
Master Bond	3	40	3	39
Self-Etch Bond	0	21	0	20
Adper Single Bond 2	1	56	4	56
Clearfil SE Bond	4	49	3	50

Independentemente do sistema adesivo ou momento da avaliação (24 horas ou 6 meses), a grande maioria das fraturas ocorreu de forma adesiva/mista (95,8%). Com os sistemas Magic Bond DE e Self Etch Bond não ocorreram fraturas coesivas (dentina ou resina) em nenhum dos dois momentos. Já com os outros sistemas, um pequeno número foi observado em ambos os períodos.

A área de secção transversal é outro fator importante no teste de microtração, visto que há estreita relação com os valores de resistência de união. Assim, a fim de permitir a comparação dos resultados obtidos para os materiais testados, foi realizada a verificação prévia da similaridade das áreas aderidas dos corpos de prova dos diferentes grupos experimentais por meio da análise de variância, hipótese aceita para todos os grupos ($p > 0,05$). As médias de área aderida,

bem como os respectivos desvios padrão para os grupos experimentais são apresentados na Tabela 5.4.

Tabela 5.4 - Médias e desvios padrão (mm²) da área aderida dos corpos de prova testados por condição experimental

Sistema Adesivo	Tempo de Armazenamento	
	24h	6 meses
Magic Bond DE	0,83 ± 0,02	0,90 ± 0,04
Master Bond	0,87 ± 0,03	0,92 ± 0,04
Self-Etch Bond	0,87 ± 0,03	0,86 ± 0,03
Adper Single Bond 2	0,87 ± 0,01	0,94 ± 0,03
Clearfil SE Bond	0,84 ± 0,03	0,90 ± 0,06

A Tabela 5.5 apresenta o resultado da análise de variância das médias de resistência de união considerando os fatores sistema adesivo (material) e período de armazenamento (tempo).

Tabela 5.5 - Análise de variância das médias de resistência de união

Fonte de variação	G.L.	Quadrados médios	R.Q.M.	P
Material (M)	4	1907,1267	38,63	0,0004
Resíduo I	20	49,3729		
Tempo (T)	1	1663,1351	82,83	0,0000
Interação (M x T)	4	212,1616	10,57	0,0010
Resíduo II	20	20,0797		
Variação Total	49			

Os dois fatores envolvidos (sistema adesivo e tempo) foram altamente significantes, bem como a sua interação (p=0,0010) (Tabela 5.5).

O fator tempo isoladamente mostrou-se significativo na redução das médias de resistência de união (p=0,0004), conforme ilustrado na Figura 5.1.

Figura 5.1 - Médias e desvios padrão (MPa) em função do tempo de armazenamento

Considerando apenas fator material, os sistemas Adper Single Bond 2 e Clearfil SE Bond apresentaram as maiores médias comparadas as dos sistemas nacionais ($p < 0,05$). O sistema adesivo Magic Bond DE apresentou valores de resistência de união intermediários, visto que foram similares ($p > 0,05$) aos dos sistemas Master Bond e Self Etch Bond, os dois últimos diferentes entre si ($p < 0,05$). (Figura 5.2).

Letras diferentes indicam diferença estatística

Figura 5.2 - Médias e desvios padrão (MPa) em função do sistema adesivo

Finalmente, considerando a interação entre material e tempo, as médias de resistência de união à dentina e desvios padrão para cada sistema adesivo avaliado, nos dois tempos de armazenamento são mostradas na Tabela 5.6.

Tabela 5.6 - Médias de resistência de união à dentina (MPa) e desvios padrão por condição experimental*

Sistema Adesivo	Tempo de Armazenamento	
	24 horas	6 meses
Magic Bond DE	24,41 ± 7,38 ^c	10,31 ± 2,44 ^d
Master Bond	39,02 ± 7,23 ^b	12,74 ± 7,09 ^d
Self-Etch Bond	16,23 ± 5,1 ^{c, d}	12,50 ± 6,81 ^d
Adper Single Bond 2	40,42 ± 3,64 ^b	35,77 ± 4,47 ^b
Clearfil SE Bond	51,40 ± 8,21 ^a	42,49 ± 3,37 ^{a, b}
Tukey = 10,03		

*Letras diferentes indicam diferença estatística

Com relação à resistência de união imediata (24 horas), o sistema Master Bond foi semelhante ao equivalente importado Adper Single Bond 2 ($p>0,05$). Os demais sistemas de fabricação nacional (Magic Bond DE e Self Etch Bond) apresentaram valores semelhantes, porém o sistema autocondicionante apresentou os menores valores numéricos.

Os sistemas adesivos de fabricação nacional apresentaram valores numericamente inferiores aos estrangeiros, dos quais o Clearfil SE Bond apresentou as maiores médias de resistência de união ($p<0,05$).

No que se refere ao armazenamento por longo tempo (6 meses), a resistência de união dos sistemas adesivos nacionais foi semelhante para os três produtos ($p>0,05$) e significativamente inferiores a dos importados ($p<0,05$), que também foram similares entre si ($p>0,05$).

O sistema Master Bond apresentou a maior queda nos valores de resistência de união após o tempo de armazenamento, apresentando média após seis meses estatisticamente inferior a inicial ($p < 0,05$). O mesmo comportamento foi observado para o adesivo Magic Bond DE.

Os demais sistemas mostraram queda numérica nos valores de resistência de união, porém sem diferença estatística em relação aos valores iniciais ($p > 0,05$). A menor queda numérica na resistência de união após o armazenamento foi apresentada pelo sistema Self Etch Bond. No entanto, este material apresentou os menores valores de resistência de união na condição inicial (24 horas). O fato da diminuição de valores em função do tempo ser dependente do material determinou a significância da interação destes fatores.

5.2 Resistência à tração do adesivo

Diferentemente do observado no teste de resistência de união, foi verificada maior variação entre as médias de secção transversal dos corpos de prova dos diferentes materiais avaliados, diferenças estas que se mostraram significantes para o fator tempo ainda que num valor limítrofe ($p = 0,0468$) e para o fator material ($p = 0,0002$). As secções transversais médias e desvios padrão dos corpos de prova por condição experimental são apresentados na Tabela 5.7.

Tabela 5.7 - Secções transversais médias e desvios padrão (mm^2) por condição experimental

Sistema Adesivo	Secção transversal média (mm^2) $\pm$ D.P.	
	24 horas	6 meses
Magic Bond DE	$0,26 \pm 0,07$	$0,31 \pm 0,14$
Master Bond	$0,36 \pm 0,08$	$0,37 \pm 0,07$
Self-Etch Bond	$0,32 \pm 0,11$	$0,37 \pm 0,07$
Adper Single Bond 2	$0,27 \pm 0,08$	$0,37 \pm 0,07$
Clearfil SE Bond	$0,38 \pm 0,07$	$0,47 \pm 0,09$

Mesmo com a existência de correlação entre as variáveis área de secção transversal e tensão de ruptura para o sistema Magic Bond DE (Tabela 5.8), foi possível a análise dos resultados e a comparação dos valores de resistência à tração entre os diferentes grupos, independente das variações nas áreas de secção transversal. A Figura 5.3 apresenta os gráficos de dispersão entre estas variáveis considerando o sistema adesivo e momento da avaliação (24 horas e 6 meses).

Tabela 5.8 - r de Pearson para correlação entre área de secção transversal e tensão de ruptura por condição experimental

Sistema Adesivo	24 horas	6 meses
Magic Bond DE	-0,82	-0,77
Master Bond	-0,34	-0,13
Self-Etch Bond	0,21	-0,10
Adper Single Bond 2	-0,52	-0,31
Clearfil SE Bond	-0,31	-0,30

Figura 5.3 – Gráficos de dispersão entre as variáveis área de secção transversal e tensão de ruptura de acordo com o sistema adesivos e momento da avaliação (24 horas e 6 meses)

Da mesma forma como observado no teste de resistência de união, também para a resistência à tração do adesivo, ambos os fatores analisados (material e tempo de armazenamento) foram significantes, bem como a interação destes fatores ($p=0,0000$) (Tabela 5.9).

Tabela 5.9 - Análise de variância das médias de resistência à tração

Fonte de variação	G.L.	Quadrados médios	R.Q.M.	p
Tempo (T)	1	324,9463	5,61	0,0189
Material (M)	4	9125,4141	157,43	0,0000
Interação (M x T)	4	2495,9697	43,06	0,0000
Resíduo	90	57,9662		
Variação total	99			

O fator tempo foi significativo ($p=0,0189$) no decréscimo da resistência à tração após seis meses, apesar da pequena diferença numérica, como ilustrado na Figura 5.4.

Figura 5.4 - Médias de resistência à tração (MPa) em função do tempo de armazenamento

Na análise do fator material, independente do fator tempo, observou-se que o Clearfil SE Bond mostrou-se mecanicamente mais resistente que todos os demais

sistemas avaliados, visto que os valores de resistência à tração foram significativamente superiores para este material ($p<0,05$) (Figura 5.5).

Os sistemas adesivos de fabricação nacional tiveram desempenho similar e o Adper Single Bond 2 mostrou as menores médias de resistência à tração, significativamente inferiores às dos demais sistemas (Figura 5.5).

Letras diferentes indicam diferença estatística significativa

Figura 5.5 - Médias de resistência à tração (MPa) dos adesivos avaliados

Os valores médios de resistência à tração da interação material e tempo são mostrados na Figura 5.6 e na Tabela 5.10 que apresenta também, o contraste entre as médias, com significância de 5%.

Figura 5.6 - Médias de resistência à tração (MPa) por condição experimental

Tabela 5.10 - Médias de resistência à tração (MPa) e desvio padrão por condição experimental*

Sistema Adesivo	Tempo de Armazenamento	
	24 horas	6 meses
Magic Bond DE	51,45 ± 2,67 ^{b, c}	61,47 ± 14,1 ^b
Master Bond	51,64 ± 3,62 ^{b, c}	60,48 ± 8,03 ^{b, c}
Self-Etch Bond	49,59 ± 5,97 ^c	60,98 ± 5,05 ^b
Adper Single Bond 2	29,69 ± 5,23 ^d	22,72 ± 2,82 ^d
Clearfil SE Bond	107,26 ± 10,3 ^a	65,96 ± 9,66 ^b
Tukey = 11,08		

*Letras diferentes indicam diferença estatística, ao nível de 5%

Contrastando as médias segundo a interação dos fatores (material e tempo), verifica-se que o sistema Clearfil SE Bond apresentou o maior valor de resistência à tração em 24 horas, superior aos dos demais materiais ($p < 0,05$). Os sistemas adesivos nacionais apresentaram médias numericamente próximas, sem diferenças estatísticas significantes ($p > 0,05$).

Já o Adper Single Bond 2 mostrou-se mecanicamente mais fraco, visto que a média de resistência à tração deste material foi significativamente inferior a dos demais sistemas adesivos avaliados ($p < 0,05$).

Considerando a estabilidade da resistência à tração após seis meses de armazenamento em água, os materiais Magic Bond DE e Master Bond, de fabricação nacional, apresentaram comportamento similar, com aumento numérico das médias, porém não significativo ($p > 0,05$).

Dentro dessa tendência, o sistema Self Etch Bond apresentou uma particularidade, pois foi observada diferença estatística significativa entre os dois períodos ($p < 0,05$), sendo maior a resistência após seis meses. No entanto esta diferença só se mostra significativa ao nível de 5% pois aplicando maior rigor estatístico, os valores passam a ser semelhantes nos períodos de 24 horas e 6 meses ($p > 0,01$), o que não modifica a análise dos demais materiais. Assim, a análise com nível de significância de 1% é apresentada na Tabela 5.11.

Tabela 5.11 - Resistência à tração (MPa) e desvio padrão por condição experimental*

Sistema Adesivo	Tempo de Armazenamento	
	24 horas	6 meses
Magic Bond DE	51,45 $\pm$ 2,67 ^b	61,47 $\pm$ 14,1 ^b
Master Bond	51,64 $\pm$ 3,62 ^b	60,48 $\pm$ 8,03 ^b
Self-Etch Bond	49,59 $\pm$ 5,97 ^b	60,98 $\pm$ 5,05 ^b
Adper Single Bond 2 2	29,69 $\pm$ 5,23 ^c	22,72 $\pm$ 2,82 ^c
Clearfil SE Bond	107,26 $\pm$ 10,3 ^a	65,96 $\pm$ 9,66 ^b
Tukey = 12,94		

*Letras diferentes indicam diferença estatística, ao nível de 1%

Os sistemas adesivos de origem estrangeira (Adper Single Bond 2 e Clearfil SE Bond) mostraram tendências diferenciadas. Enquanto o Adper Single Bond 2, inicialmente com média menor, apresentou estabilidade frente ao armazenamento, pois, embora se verifique uma redução numérica, não foi observada diferença

estatística significativa entre os dois momentos ($p>0,05$), o Clearfil SE Bond sofreu um evidente decréscimo nos valores de resistência à tração, com diferença significativa entre os dois momentos de avaliação ($p<0,01$). Mesmo assim, após seis meses de armazenamento, a média de resistência à tração para este material foi superior a do Adper Single Bond 2.

Este material (Adper Single Bond 2) apresentou-se, na comparação dos valores de resistência à tração após o período 6 meses média estatisticamente inferior aos demais sistemas adesivos ($p<0,01$), da mesma forma como observado na avaliação imediata (24 horas).

A correlação entre a resistência de união à dentina e a resistência à tração em 24 horas ($r=0,528$) não foi significativa, da mesma forma como não foi verificada relação entre os dois parâmetros avaliados após o período de armazenamento ($r=-0,371$) (Figura 5.7).

Figura 5.7 - Relação entre resistência de união à dentina e resistência à tração

5.3 Microscopia eletrônica de varredura

As imagens em MEV mostraram interações com o substrato dentinário em padrões distintos para os diferentes sistemas adesivos, como mostram as Figuras 5.8 a 5.12.

Para os sistemas adesivos estrangeiros, as características micromorfológicas estão de acordo com aquelas já descritas na literatura - padrão de hibridização uniforme, camada híbrida notoriamente mais delgada para o sistema autocondicionante, que também apresentou “tags” resinosos mais curtos e cilíndricos em comparação ao Adper Single Bond 2, com estas estruturas evidentemente mais longas e ligeiramente cônicas (Figuras 5.8 e 5.9).

Dentre os sistemas adesivos nacionais, o Master Bond parece ter um padrão de hibridização uniforme, semelhante ao apresentado pelo sistema importado similar Adper Single Bond 2, com formação de “tags” e “microtags” resinosos bem evidentes nas imagens (Figura 5.10).

Por outro lado, os sistemas Magic Bond DE e Self Etch Bond apresentaram formação de camadas híbridas mais heterogêneas, aparentemente mais delgadas em comparação ao Adper Single Bond 2, e com a presença freqüente de “gaps” ou fendas no topo desta estrutura, na transição com a camada de resina adesiva. Com relação aos prolongamentos resinosos (“tags”), tais estruturas aparecem bastante evidentes, inclusive com a formação de prolongamentos laterais (“microtags”) (Figuras 5.11 e 5.12).

Figura 5.8 - Micrografia da interface do Adper Single Bond 2 em magnificações de 5000 e 10000X respectivamente

Figura 5.9 - Micrografia da interface do Clearfil SE Bond em magnificações de 5000 e 10000X respectivamente

Figura 5.10 - Micrografia da interface do Master Bond em magnificações de 5000 e 10000X respectivamente

Figura 5.11 - Micrografia da interface do Magic Bond DE em magnificação de 5000X, mostrando "gaps" no topo da camada híbrida (setas)

Figura 5.12 - Micrografia da interface do Self Etch Bond em magnificação de 5000 e 10000X respectivamente, mostrando "gaps" no topo da camada híbrida (setas)

6 DISCUSSÃO

A diversidade de produtos disponíveis, eventualmente sem adequado respaldo científico acerca do seu desempenho, faz com que a decisão de escolha de um sistema adesivo possa ser fortemente influenciada pelo atributo do valor de venda ao consumidor. Considerando a realidade sócio-econômica brasileira, sistemas adesivos não dispendiosos são altamente desejáveis. Produtos de fabricação nacional, isentos da alta carga tributária que incide sobre a importação, facultam vantagens financeiras, muito embora propriedades de manipulação, qualidade e estabilidade da adesão proporcionada são atributos fundamentais que se sobrepõem ao custo.

Todavia, são desconhecidas informações relativas à interação com o substrato dentinário, à estabilidade da união e às propriedades mecânicas intrínsecas dos sistemas adesivos de fabricação nacional, características usualmente consideradas na avaliação dos sistemas adesivos importados, sobre os quais incidem inúmeras pesquisas.

Os testes de resistência de união têm sido utilizados efetivamente há muito tempo no intuito de avaliar os sistemas adesivos (BURROW; NOPNAKEEPPONG; PHRUKKANON, 2002; VAN NOORT et al., 1989).

A opção pelo teste de microtração para avaliar a resistência de união de distintos materiais aos substratos dentários deve-se, fundamentalmente, à distribuição mais uniforme de tensões ao longo da interface adesiva de secções diminutas, em espécimes em forma de ampulheta ou de palitos (CARDOSO et al., 2002; PASHLEY et al., 1999; PHRUKKANON; BURROW; TYAS, 1998a; SHONO et al., 1997). Diferentemente do que ocorre quando da realização dos testes

convencionais de tração e de cisalhamento (SUDSANGIAM; VAN NOORT, 1999; VAN NOORT et al., 1989).

Altos valores de resistência de união são característicos nos testes de microtração, sendo a resistência da interface inversamente proporcional à área de superfície aderida (SANO et al., 1994b). Dessa forma, a semelhança das áreas de secção transversal dos corpos de prova que compõem os grupos experimentais em comparação é um requisito indispensável à metodologia de microtração, pois variações significativas podem impossibilitar a comparação dos resultados. Este quesito deve ser testado em todo ensaio de microtração e assim foi feito no presente estudo.

A inclusão dos corpos de prova (palitos) que sofreram fratura durante o procedimento de corte ou após o período de armazenamento tem forte influência nos resultados do estudo, reduzindo os valores médios de resistência de união. Além disso, estes são indicativos de maior suscetibilidade da interface de união à técnica de obtenção dos espécimes, maior variabilidade de ação no substrato ou maior sensibilidade ao armazenamento, informações valiosas que são perdidas quando da simples exclusão destes espécimes, desvirtuando os resultados (PHRUKKANON; BURROW; TYAS, 1998a, 1998b). Esta conduta pode ainda, interferir na comparação de resultados de diferentes estudos.

No presente estudo, o percentual de corpos de prova perdidos alcançou 72,1% para o sistema Self Etch Bond, que apresentou a menor média de resistência de união no período inicial da avaliação, momento no qual, estes corpos de prova foram incluídos, visto que após armazenamento, não foram verificadas perdas para este material. O sistema Magic Bond DE também apresentou elevado percentual de corpos de prova perdidos, os quais foram verificados nos dois momentos de

avaliação, similarmente ao sistema Master Bond que, no entanto, apresentou percentual total de perdas inferior. Este material (Master Bond), no entanto apresentou o maior número de corpos-se-prova perdidos no segundo momento da avaliação.

O sistema Clearfil SE Bond não apresentou perdas em nenhum momento, enquanto o Adper Single Bond 2 as apresentou somente no período inicial, em percentual similar ao equivalente nacional Master Bond, que no entanto também sofreu perdas após o período de armazenamento.

Os sistemas adesivos importados Adper Single Bond 2 e Clearfil SE Bond atingiram valores de resistência de união muito superiores à faixa de 17 a 20 MPa (DE CASTRO et al., 2003; MALLMANN et al., 2003; REIS et al., 2004; TOLEDANO et al., 2003), considerados limítrofes para suportar as tensões geradas pela contração de polimerização das resinas compostas (DAVIDSON; DE GEE; FEILZER, 1984), mesmo nos testes de tração convencional, onde a distribuição de tensões é bem menos uniforme (SANO, 2006; SANO et al., 1994b).

Este resultado, altamente previsível diante daqueles apresentados pela literatura vigente, justifica a escolha destes sistemas adesivos como referenciais na comparação dos produtos nacionais. Os elevados valores de resistência de união dos sistemas Adper Single Bond 2 e Clearfil SE Bond faz com que estes materiais sejam comumente incluídos em pesquisas comparativas (LOGUERCIO et al., 2006; TOLEDANO et al., 2006b), até mesmo como controle (PERDIGAO et al., 2006).

Embora com médias de resistência de união diferentes no momento inicial (24 horas), estes sistemas apresentaram valores similares para a resistência de união após envelhecimento, corroborando estudos anteriores (FRANKENBERGER;

TAY, 2005; TOLEDANO et al., 2006b), muito embora com redução numérica de 11,5% e 17,3%, após o período de 6 meses de armazenamento.

Por outro lado, os sistemas adesivos nacionais correspondentes, Magic Bond DE e Self Etch Bond, apresentaram valores de resistência de união significativamente inferiores, independente do momento da avaliação. Apesar da similaridade das estratégias de adesão dos sistemas importados Adper Single Bond 2 e Clearfil SE Bond, respectivamente, tais produtos nacionais diferem claramente quanto à interação com o substrato dentinário, possivelmente em razão do tipo e proporção dos componentes que os constituem, dos quais o conhecimento é restrito às informações disponibilizadas pelos fabricantes. Sabe-se por exemplo, que para sistemas adesivos “etch and rinse”, não somente a qualidade ou tipo de solvente utilizado, mas também a proporção empregada na mistura pode influenciar no modo como a dentina desmineralizada é preenchida pelo material (HIRAISHI et al., 2005).

Já o sistema Master Bond apresentou desempenho distinto, visto que, na avaliação imediata (24 horas) foram obtidos valores de resistência de união similares aos do equivalente importado Adper Single Bond 2, satisfazendo a exigência primária dos sistemas adesivos contemporâneos de apresentarem elevada resistência de união. No entanto, mostrou-se ser o sistema mais sensível à influência negativa do armazenamento, dado que sofreu a maior queda dos valores de resistência de união, fato que pode corresponder à deterioração bastante prematura deste material em condições clínicas, apesar dos valores iniciais. Assim, após o armazenamento, apresentou valores de resistência de união inferiores aos sistemas Adper Single Bond 2 e Clearfil SE Bond, eleitos para a comparação. Analogamente, após o período de envelhecimento, foi o material que apresentou maior número de corpos de prova perdidos (7), evidenciando significativo decréscimo da resistência

da interface adesiva, uma vez que o armazenamento foi realizado com os espécimes já cortados e que, portanto, romperam-se durante a manipulação necessária nos procedimentos de mensuração e colagem e não durante o corte.

De forma similar, o sistema Magic Bond DE também sofreu influência do período de armazenamento apresentando perda de corpos de prova após seis meses (2) e redução significativa dos valores de resistência de união. Além do mais, este material também se mostrou sensível à metodologia do teste, diante do expressivo percentual de corpos de prova perdidos no momento inicial (28,7%).

Exclui-se deste comportamento o sistema Self Etch Bond, para o qual os valores de resistência de união foram similares nos dois períodos de avaliação que, no entanto, foram muito baixos desde o início (24 horas). Ademais, a vulnerabilidade da união proporcionada por este material é evidenciada pela observação do grande número de corpos de prova perdidos antes do ensaio, em sua maioria durante o seccionamento dos espécimes, quando foi comum inclusive a perda de dentes inteiros dos quais, o bloco de resina composta se destacava inteiramente com a ação do disco de corte. Faz-se necessário esclarecer que, neste caso, diante da impossibilidade da obtenção de corpos de prova, o dente era desprezado e nenhum valor era atribuído, diferentemente de quando o rompimento ocorria já com os espécimes configurados em forma de palitos (corpos de prova). A indisponibilidade de estudos prévios impossibilita a comparação dos resultados obtidos com este material.

Os monômeros presentes nos sistemas adesivos autocondicionantes são passíveis de degradação, provocada pelo caráter ácido destes materiais (SALZ et al., 2005). O HEMA (hidroxietilmetacrilato) e especialmente seus derivados fosfatados, como o MEP (metacriloetil dihidrogenio fosfato), são particularmente

susceptíveis a essa degradação (VAN DIJK-WOLTHUIS et al., 1997), que provoca a quebra da ligação química entre carbono e oxigênio presentes na molécula, reação esta que muda totalmente a composição química do “primer”. O sistema Self Etch Bond apresenta “primer” ácido com pH 0,7 e ainda possui o MEP como monômero funcional, o que poderia fazer supor que seja suscetível a este tipo de degradação e conseqüentemente tenha comportamento semelhante ao descrito acima, com baixa resistência de união.

De modo geral, a análise dos resultados de resistência de união evidencia que os sistemas adesivos nacionais, com a exceção do Master Bond no período inicial, apresentaram valores inferiores àqueles obtidos com os correspondentes importados Adper Single Bond 2 e Clearfil SE Bond. Adicionalmente, após o período de envelhecimento, é evidente a redução significativa da resistência de união, com valores finais de aproximadamente metade dos referenciais 20 MPa, o que denota a instabilidade e vulnerabilidade da união produzida pelos sistemas adesivos de fabricação nacional.

Os baixos valores de resistência de união, assim como a sensibilidade à metodologia do teste e instabilidade da união, não estão necessariamente associados a baixas propriedades mecânicas destes sistemas, como poderia se supor a partir de estudos anteriores que têm correlacionado estas variáveis (CARRILHO et al., 2004; CARRILHO et al., 2005b; TAKAHASHI et al., 2002).

Contrariamente àquilo que seria de se esperar, os valores de resistência à tração dos produtos nacionais foram similares entre si e superiores aos do importado Adper Single Bond 2, que mostrou, no entanto, as menores médias de resistência à tração e ainda assim, elevados valores de resistência de união, parâmetros que não apresentaram correlação significativa.

Cabe lembrar que somente a resina adesiva ('bond') dos sistemas autocondicionantes foi utilizada na confecção dos espécimes utilizados no teste de resistência à tração. Isto porque, provavelmente, a camada de resina adesiva é o componente da interface mais solicitado, diferentemente do "primer" infiltrado na dentina. Além disso, a impossibilidade de polimerização satisfatória da mistura "primer" e 'bond', justifica a metodologia adotada. Isso, portanto, deve ser considerado na interpretação dos valores de resistência à tração obtidos neste estudo.

As avaliações das propriedades mecânicas dos sistemas adesivos, especialmente a resistência à tração do material, têm sido sugeridas no intuito de verificar as alterações frente ao armazenamento, além do possível comprometimento da união ao substrato aderente (CARRILHO et al., 2004).

Esta preocupação é devida, em parte, ao fato de que atualmente a adesão ao substrato dentinário tem como estratégia a incorporação de monômeros hidrofílicos em sua composição (NAKABAYASHI; ASHIZAWA; NAKAMURA, 1992; YIU et al., 2006). Em contrapartida, a sorção de água e conseqüente degradação hidrolítica estão também associadas a esta característica de hidrofília (ITO et al., 2005). Por conseguinte, isto tem motivado especulações acerca da possibilidade da deterioração das propriedades mecânicas da resina adesiva, bem como, da redução da resistência de união ao longo do tempo.

Ainda que as informações acerca das propriedades mecânicas dos sistemas adesivos sejam incontestavelmente valiosas, não devem ser consideradas de forma isolada, dado os múltiplos fatores que interferem na imediata e duradoura adesão ao substrato dentinário. Particularmente neste estudo, opostamente aos anteriores (CARRILHO et al., 2004; CARRILHO et al., 2005b; TAKAHASHI et al.,

2002), não foi verificada correlação entre os valores de resistência de união e os de resistência à tração, possivelmente em razão de diferenças metodológicas, bem como, dos próprios materiais testados.

O sistema adesivo Adper Single Bond 2 apresenta, em um único frasco, componentes hidrófilos e hidrófobos, que constituíram, assim, os corpos de prova confeccionados para o teste de resistência à tração. Pode-se supor que a presença de polímeros hidrófilos na composição dos espécimes torne-os mais suscetíveis a degradação quando do armazenamento em água (YIU et al., 2004), uma vez que, os menores valores de resistência à tração foram obtidos para este material. Ademais, certamente em razão da sua composição e da possível presença de solvente residual, este material é passível a maior sorção de água e solubilidade, comparado ao Clearfil SE Bond (MALACARNE et al., 2006), do qual somente a resina adesiva foi utilizada.

Embora o Adper Single Bond 2 tenha se mantido estável ao longo do tempo de armazenamento, os valores de resistência à tração para este sistema adesivo foram, independente do momento da avaliação, significativamente inferiores àqueles encontrados para os demais materiais, contrariando achados de Carrilho et al. (2004, 2005b), os quais apontam também significativa redução da resistência mecânica, já após três meses de armazenamento em água. A sensibilidade deste material à ação da água talvez tenha se manifestado já após 24 horas, o que poderia explicar os baixos valores de resistência à tração

Como era de se esperar, o sistema autocondicionante Clearfil SE Bond apresentou os maiores valores imediatos de resistência à tração. Isto porque, para a confecção dos corpos de prova foi utilizado somente o componente hidrófobo do conjunto de dois frascos (“primer” e “bond”). Assim, pode-se inferir que a baixa

solubilidade do material (MALACARNE et al., 2006) tenha possibilitado elevados valores iniciais e após seis meses de armazenamento em água que, mesmo com redução significativa (38,5%), foram similares aos dos demais materiais e superiores aos do Adper Single Bond 2.

Os valores de resistência à tração encontrados para o Clearfil SE Bond, neste estudo, foram muito superiores aos encontrados por Carrilho et al. (2004, 2005b) para o sistema Clearfil Liner Bond 2V, do mesmo fabricante. Os dois sistemas apresentam atuação similar sobre a dentina, mas com monômeros funcionais distintos (Phenil P e 10-MDP). No entanto, a superioridade dos valores observados no presente estudo deve-se, primordialmente, à marcantes diferenças na metodologia empregada na confecção dos corpos de prova, dado que nas pesquisas anteriores, não apenas o componente hidrófobo, mas uma mistura também do hidrófilo (“primer”) foi utilizada, aumentando a sensibilidade do material quando imerso em água. Além disso, os corpos de prova foram recortados manualmente até a forma de ampulheta, enquanto no presente, a usinagem foi feita com a utilização de equipamento específico, permitindo a obtenção de espécimes com configuração mais homogênea, embora tenha trazido uma variação na área de secção transversal, que, no entanto, não influenciou significativamente os resultados.

Isto porque, a variabilidade verificada nas áreas de secção transversal só foi correlacionada aos valores de resistência à tração do sistema adesivo Magic Bond DE que, todavia, apresentou médias dentro da variabilidade verificada para os demais grupos. Pode-se supor que o material pode ter influenciado a variação do diâmetro dos corpos-de-prova por oferecer maior ou menor resistência ao desgaste durante o processo de usinagem. Um estudo anterior descreve a utilização do

mesmo aparato para a confecção de corpos de prova de adesivo obtendo resultados semelhantes ao presente estudo (YIU et al., 2004), porém não traz informações no tocante à área transversal dos espécimes. Adicionalmente, foi característicaa todos os materiais o aumento de diâmetro dos corpos-de-prova após o período de 6 meses, o que pode indicar possível expansão higroscópica sofrida durante o armazenamento em água.

O dispositivo utilizado no ensaio de tração permite a perfeita adaptação do corpo-de-prova em forma de altere. A curvatura produzida na usinagem do corpo-de-prova é exatamente a mesma do perfil do dispositivo, permitindo um encaixe passivo, sem a necessidade de colagem. Isto favorece a homogeneidade de distribuição de tensões dentro da porção cilíndrica do corpo-de-prova durante o ensaio, fazendo com que todos falhassem dentro da mesma, geralmente no meio, denotando a uniformidade de ensaio.

De qualquer forma, a redução significativa das propriedades mecânicas do Clearfil SE Bond após envelhecimento demonstraram uma grande sensibilidade do material quando exposto à umidade. Ao que parece, no entanto, sem denotar baixa qualidade mecânica do material, uma vez que, mesmo com grande variação entre os valores iniciais e finais, estes não diferiram dos sistemas de fabricação nacional e foram próximos aos encontrados por Takahashi et al. (2002).

Os sistemas adesivos fabricados no país apresentaram resultados interessantes e extremamente instigantes, uma vez que os valores de resistência à tração mantiveram-se estáveis durante o período de armazenamento. A estabilidade apresentada por estes materiais pode estar ligada a diversos fatores que, no entanto, atuam de maneira distinta para cada material. No período de armazenamento a ação plastificante do meio aquoso pode ter propiciado o

relaxamento das tensões induzidas no interior da massa do polímero, conseqüentes da contração de polimerização (TAKESHIGE et al., 2006), haja vista que a fotoativação, apesar de ter sido feita em moldes de silicone e, portanto em uma condição com um baixo fator cavitário, foi realizada com considerável densidade de potência pelo período de 80 segundos, o que pode ter provocado tensões residuais no adesivo polimerizado.

Outro fator que pode explicar a estabilidade destes materiais frente ao armazenamento é a polimerização pós-cura ou adicional. A conversão adicional de monômeros resinosos já foi apontada anteriormente como fator responsável pela melhora nas propriedades mecânicas de compósitos (FERRACANE; CONDON, 1992; FERRACANE; GREENER, 1986; FERRACANE; BERGE; CONDON, 1998; PEUTZFELDT; ASMUSSEN, 2000).

Ademais, as características dos polímeros odontológicos estão intrinsecamente ligadas à sua formulação. As propriedades mecânicas são diretamente dependentes não só dos tipos de monômeros empregados em sua formulação (YIU et al., 2004), mas também da proporção de cada um na mistura (PAUL et al., 1999).¹ presença e quantidade de solvente e mesmo, o tipo de fotoiniciador presente pode influenciar em suas propriedades (SUN; CHAE, 2000). Os resultados do presente estudo também sugerem que a alteração das propriedades mecânicas dos sistemas adesivos é material dependente, corroborando os achados de estudos prévios (CARRILHO et al., 2004; CARRILHO et al., 2005b; YIU et al., 2004).

Isso denota que, mesmo com características mecânicas próximas às do Clearfil SE Bond após seis meses, a resistência da união proporcionada pelos

sistemas nacionais é baixa. Ademais, ressalta a multifatoriedade da interação com o substrato dentinário.

Além disso, a repercussão do armazenamento na queda da resistência de união parece estar mais relacionada com a suscetibilidade da camada híbrida do que do adesivo propriamente dito, uma vez que o sistema Clearfil SE Bond, que apresentou queda significativa da resistência à tração, não teve sua resistência de união comprometida quando da imersão em água. Reciprocamente, os sistemas nacionais mantiveram estáveis os valores de resistência à tração, mas apresentaram queda na resistência de união.

As razões apontadas para a estabilidade da união estabelecida pelo sistema autocondicionante Clearfil SE Bond podem estar relacionadas não apenas à infiltração de monômeros em toda a extensão de dentina desmineralizada (TOLEDANO et al., 2001), pois os dois fenômenos ocorrem simultaneamente, mas especialmente pela possibilidade de interação química entre o monômero funcional 10-MDP e a hidroxiapatita, formando sais de cálcio pouco solúveis que influenciam positivamente a longevidade da união (INOUE et al., 2005; YOSHIDA et al., 2004; YOSHIDA et al., 2001).

As alterações provocadas pelo envelhecimento parecem não influenciar intensamente o sistema Adper Single Bond 2. Mesmo que os valores de resistência à tração tenham sido inferiores aos demais sistemas adesivos, esses se mantiveram estáveis assim como os de resistência de união. É coerente observar, no entanto, que nos dois parâmetros avaliados, mesmo sem significância estatística, ocorreu redução de valores, evidenciando o efeito deletério da água, que pode se manifestar mais claramente, em períodos mais longos (DE MUNCK et al., 2003b).

As imagens obtidas em microscopia eletrônica de varredura são valiosas em apontar indícios explicativos das análises quantitativas

Nas imagens obtidas para os sistemas Self Etch Bond e Magic Bond DE são observadas fendas ou “gaps” no topo da camada híbrida, na transição com o material adesivo, o que pode explicar a vulnerabilidade da união. Este padrão não foi visualizado quando da classificação do tipo de fratura nos espécimes submetidos ao teste de microtração, uma vez que esta foi realizada com aumento de 400x, o que não permitiu a diferenciação precisa da porção da interface aderida em que as fraturas adesivas e adesivas/mista ocorreram.

O topo e a base da camada híbrida são regiões onde usualmente se observam falhas da união (NAKABAYASHI; WATANABE; ARAO, 1998) sendo apontadas como responsáveis pelo enfraquecimento da interface frente ao armazenamento (BURROW; SATOH; TAGAMI, 1996; NAKABAYASHI; TAKARADA, 1992). Fendas (“gaps”) no topo das camadas híbridas formadas pelos sistemas Magic Bond DE e Self Etch Bond são nitidamente visualizadas nas fotomicrografias (Figuras 5.11 e 5.12). Estas falhas podem explicar o baixo desempenho destes dois sistemas adesivos no teste de resistência de união, especialmente porque as amostras foram preparadas imediatamente após o procedimento adesivo, sem a influência do armazenamento.

Os parâmetros quantitativos avaliados, resistência de união à dentina e resistência à tração, não apresentaram correlação significativa, evidenciando a importância da interação do sistema adesivo com o substrato dentinário na obtenção e manutenção de elevados valores de resistência adesiva. Ademais, a degradação da união parece estar relacionada a fatores ignorados pela metodologia e limitações da pesquisa.

Ainda que os resultados de estudos laboratoriais não possam ser diretamente extrapolados para a situação clínica, em razão das limitações metodológicas intrínsecas, podem, todavia, aventar o comportamento dos materiais (DE MUNCK et al., 2005) e, com isso, sustentar sua indicação para uso clínico ou, opostamente, cautela na aquisição de produtos sem validação prévia.

Assim, em que pese o grande atrativo dos sistemas adesivos nacionais em razão do custo inferior aos importados, a previsão da performance clínica destes sistemas é obscura, não apenas diante dos resultados obtidos mas também, devido à falta de informações precisas acerca do método de aplicação, do que depende o sucesso da técnica adesiva.

7 CONCLUSÕES

Considerando as limitações impostas pela metodologia, tendo em vista os resultados dos experimentos, pode-se concluir que:

7.1 A resistência de união imediata dos sistemas adesivos nacionais foi inferior a dos estrangeiros, exceto para o Master Bond.

7.2 Os sistemas adesivos nacionais tiveram a durabilidade da união comprometida, o que não ocorreu com os produtos importados e com o sistema Self Etch Bond.

7.3 Os sistemas adesivos nacionais apresentaram propriedades mecânicas similares no momento inicial de avaliação e foram inferiores ao sistema Clearfil SE Bond e superiores ao Adper Single Bond 2.

7.4 Após armazenamento em água, apenas o sistema Clearfil SE Bond teve sua resistência à tração comprometida. Os sistemas adesivos nacionais permaneceram estáveis.

7.5 Para todos os sistemas avaliados, a resistência mecânica não influenciou na resistência de união proporcionada, em nenhum dos períodos avaliados.

7.6 Interfaces irregulares e defeituosas foram observadas para os sistemas adesivos nacionais, com exceção do Master Bond. Estas características não foram observadas nas interfaces formadas com os sistemas adesivos importados.

REFERÊNCIAS¹

Armstrong SR, Vargas MA, Fang Q, Laffoon JE. Microtensile bond strength of a total-etch 3-step, total-etch 2-step, self-etch 2-step, and a self-etch 1-step dentin bonding system through 15-month water storage. *J Adhes Dent* 2003;5(1):47-56.

Breschi L, Perdigao J, Lopes MM, Gobbi P, Mazzotti G. Morphological study of resin-dentin bonding with TEM and in-lens FESEM. *Am J Dent* 2003;16(4):267-74.

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

Burrow MF, Nopnakeepong U, Phrukkanon S. A comparison of microtensile bond strengths of several dentin bonding systems to primary and permanent dentin. *Dent Mater* 2002;18(3):239-45.

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

Can Say E, Nakajima M, Senawongse P, Soyman M, Ozer F, Ogata M, et al. Microtensile bond strength of a filled vs unfilled adhesive to dentin using self-etch and total-etch technique. *J Dent* 2006;34(4):283-91.

Cardoso PE, Sadek FT, Goracci C, Ferrari M. Adhesion testing with the microtensile method: effects of dental substrate and adhesive system on bond strength measurements. *J Adhes Dent* 2002;4(4):291-7.

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

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

Carrilho MR, Tay FR, Pashley DH, Tjaderhane L, Carvalho RM. Mechanical stability of resin-dentin bond components. *Dent Mater* 2005b;21(3):232-41.

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

Davidson CL, de Gee AJ, Feilzer A. The competition between the composite-dentin bond strength and the polymerization contraction stress. *J Dent Res* 1984;63(12):1396-9.

de Castro FL, de Andrade MF, Duarte Junior SL, Vaz LG, Ahid FJ. Effect of 2% chlorhexidine on microtensile bond strength of composite to dentin. *J Adhes Dent* 2003;5(2):129-38.

De Munck J, Van Landuyt K, Peumans M, Poitevin A, Lambrechts P, Braem M, et al. A critical review of the durability of adhesion to tooth tissue: methods and results. *J Dent Res* 2005;84(2):118-32.

De Munck J, Van Meerbeek B, Satoshi I, Vargas M, Yoshida Y, Armstrong S, et al. Microtensile bond strengths of one- and two-step self-etch adhesives to bur-cut enamel and dentin. *Am J Dent* 2003a;16(6):414-20.

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

Ferracane JL, Berge HX, Condon JR. In vitro aging of dental composites in water--effect of degree of conversion, filler volume, and filler/matrix coupling. *J Biomed Mater Res* 1998;42(3):465-72.

Ferracane JL, Condon JR. Post-cure heat treatments for composites: properties and fractography. *Dent Mater* 1992;8(5):290-5.

Ferracane JL, Greener EH. The effect of resin formulation on the degree of conversion and mechanical properties of dental restorative resins. *J Biomed Mater Res* 1986;20(1):121-31.

Frankenberger R, Tay FR. Self-etch vs etch-and-rinse adhesives: effect of thermo-mechanical fatigue loading on marginal quality of bonded resin composite restorations. *Dent Mater* 2005;21(5):397-412.

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

Hasegawa T, Itoh K, Koike T, Yukitani W, Hisamitsu H, Wakumoto S, et al. Effect of mechanical properties of resin composites on the efficacy of the dentin bonding system. *Oper Dent* 1999;24(6):323-30.

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

Hashimoto M, Ohno H, Sano H, Kaga M, Oguchi H. In vitro degradation of resin-dentin bonds analyzed by microtensile bond test, scanning and transmission electron microscopy. *Biomaterials* 2003;24(21):3795-803.

Hiraishi N, Nishiyama N, Ikemura K, Yau JY, King NM, Tagami J, et al. Water concentration in self-etching primers affects their aggressiveness and bonding efficacy to dentin. *J Dent Res* 2005;84(7):653-8.

Inoue S, Koshiro K, Yoshida Y, De Munck J, Nagakane K, Suzuki K, et al. Hydrolytic stability of self-etch adhesives bonded to dentin. *J Dent Res* 2005;84(12):1160-4.

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

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

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

Koshiro K, Inoue S, Tanaka T, Koase K, Fujita M, Hashimoto M, et al. In vivo degradation of resin-dentin bonds produced by a self-etch vs. a total-etch adhesive system. *Eur J Oral Sci* 2004;112(4):368-75.

Loguercio AD, Reis A, Bortoli G, Patzlaft R, Kenshima S, Rodrigues Filho LE, et al. Influence of adhesive systems on interfacial dentin gap formation in vitro. *Oper Dent* 2006;31(4):431-41.

Lopes GC, Baratieri LN, de Andrada MA, Vieira LC. Dental adhesion: present state of the art and future perspectives. *Quintessence Int* 2002;33(3):213-24.

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

Mallmann A, Zovico F, Soares M, Placido E, Ferrari M, Cardoso PE. Microtensile dentin bond strength of self-etching and single-bottle adhesive systems in different cavity configurations. *J Adhes Dent* 2003;5(2):121-7.

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

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

Nakabayashi N, Takarada K. Effect of HEMA on bonding to dentin. *Dent Mater* 1992;8(2):125-30.

Nakabayashi N, Watanabe A, Arao T. A tensile test to facilitate identification of defects in dentine bonded specimens. *J Dent* 1998;26(4):379-85.

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

Pashley DH, Ciucchi B, Sano H, Carvalho RM, Russell CM. Bond strength versus dentine structure: a modelling approach. *Arch Oral Biol* 1995a;40(12):1109-18.

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

Pashley DH, Tay FR, Yiu C, Hashimoto M, Breschi L, Carvalho RM, et al. Collagen degradation by host-derived enzymes during aging. *J Dent Res* 2004;83(3):216-21.

Paul SJ, Leach M, Rueggeberg FA, Pashley DH. Effect of water content on the physical properties of model dentine primer and bonding resins. *J Dent* 1999;27(3):209-14.

Perdigao J, Gomes G, Gondo R, Fundingsland JW. In vitro bonding performance of all-in-one adhesives. Part I--microtensile bond strengths. *J Adhes Dent* 2006;8(6):367-73.

Perdigao J, Lambrechts P, Van Meerbeek B, Vanherle G, Lopes AL. Field emission SEM comparison of four postfixation drying techniques for human dentin. *J Biomed Mater Res* 1995;29(9):1111-20.

Peutzfeldt A, Asmussen E. The effect of postcuring on quantity of remaining double bonds, mechanical properties, and in vitro wear of two resin composites. *J Dent* 2000;28(6):447-52.

Phrukkanon S, Burrow MF, Tyas MJ. Effect of cross-sectional surface area on bond strengths between resin and dentin. *Dent Mater* 1998a;14(2):120-8.

Phrukkanon S, Burrow MF, Tyas MJ. The influence of cross-sectional shape and surface area on the microtensile bond test. *Dent Mater* 1998b;14(3):212-21.

Reis A, Loguercio AD, Azevedo CL, de Carvalho RM, da Julio Singer M, Grande RH. Moisture spectrum of demineralized dentin for adhesive systems with different solvent bases. *J Adhes Dent* 2003;5(3):183-92.

Reis A, Rocha de Oliveira Carrilho M, Schroeder M, Tancredo LL, Dourado Loguercio A. The influence of storage time and cutting speed on microtensile bond strength. *J Adhes Dent* 2004;6(1):7-11.

Sadek FT, Goracci C, Cardoso PE, Tay FR, Ferrari M. Microtensile bond strength of current dentin adhesives measured immediately and 24 hours after application. *J Adhes Dent* 2005;7(4):297-302.

Salz U, Zimmermann J, Zeuner F, Moszner N. Hydrolytic stability of self-etching adhesive systems. *J Adhes Dent* 2005;7(2):107-16.

Sano H. Microtensile testing, nanoleakage, and biodegradation of resin-dentin bonds. *J Dent Res* 2006;85(1):11-4.

Sano H, Ciucchi B, Matthews WG, Pashley DH. Tensile properties of mineralized and demineralized human and bovine dentin. *J Dent Res* 1994a;73(6):1205-11.

Sano H, Shono T, Sonoda H, Takatsu T, Ciucchi B, Carvalho R, et al. Relationship between surface area for adhesion and tensile bond strength--evaluation of a micro-tensile bond test. *Dent Mater* 1994b;10(4):236-40.

Sano H, Takatsu T, Ciucchi B, Russell CM, Pashley DH. Tensile properties of resin-infiltrated demineralized human dentin. *J Dent Res* 1995;74(4):1093-102.

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

Santerre JP, Shajii L, Leung BW. Relation of dental composite formulations to their degradation and the release of hydrolyzed polymeric-resin-derived products. *Crit Rev Oral Biol Med* 2001;12(2):136-51.

Schreiner RF, Chappell RP, Glaros AG, Eick JD. Microtensile testing of dentin adhesives. *Dent Mater* 1998;14(3):194-201.

Senawongse P, Harnirattisai C, Shimada Y, Tagami J. Effective bond strength of current adhesive systems on deciduous and permanent dentin. *Oper Dent* 2004;29(2):196-202.

Shono Y, Terashita M, Pashley EL, Brewer PD, Pashley DH. Effects of cross-sectional area on resin-enamel tensile bond strength. *Dent Mater* 1997;13(5):290-6.

Shono Y, Terashita M, Shimada J, Kozono Y, Carvalho RM, Russell CM, et al. Durability of resin-dentin bonds. *J Adhes Dent* 1999;1(3):211-8.

Soares FZ, Rocha Rde O, Raggio DP, Sadek FT, Cardoso PE. Microtensile bond strength of different adhesive systems to primary and permanent dentin. *Pediatr Dent* 2005;27(6):457-62.

Soderholm KJ. Water sorption in a bis(GMA)/TEGDMA resin. *J Biomed Mater Res* 1984;18(3):271-9.

Sudsangiam S, van Noort R. Do dentin bond strength tests serve a useful purpose? *J Adhes Dent* 1999;1(1):57-67.

Sun GJ, Chae KH. Properties of 2,3-butanedione and 1-phenyl-1,2-propanedione as new photosensitizers for visible light cured dental resin composites. *Polymer* 2000;41(16):6205-6121.

Takahashi A, Sato Y, Uno S, Pereira PN, Sano H. Effects of mechanical properties of adhesive resins on bond strength to dentin. *Dent Mater* 2002;18(3):263-8.

Takeshige F, Kawakami Y, Hayashi M, Ebisu S. Fatigue behavior of resin composites in aqueous environments. *Dent Mater* 2006;23(7):893-9.

Tanaka J, Ishikawa K, Yatani H, Yamashita A, Suzuki K. Correlation of dentin bond durability with water absorption of bonding layer. *Dent Mater J* 1999;18(1):11-8.

Tanumiharja M, Burrow MF, Tyas MJ. Microtensile bond strengths of seven dentin adhesive systems. *Dent Mater* 2000;16(3):180-7.

Tay FR, Frankenberger R, Krejci I, Bouillaguet S, Pashley DH, Carvalho RM, et al. Single-bottle adhesives behave as permeable membranes after polymerization. I. In vivo evidence. *J Dent* 2004;32(8):611-21.

Tay FR, Pashley DH. Have dentin adhesives become too hydrophilic? *J Can Dent Assoc* 2003a;69(11):726-31.

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

Tay FR, Pashley DH, Suh BI, Hiraishi N, Yiu CK. Water treeing in simplified dentin adhesives--deja vu? *Oper Dent* 2005;30(5):561-79.

Titley KC, Smith DC, Chernecky R, Maric B, Chan A. An SEM examination of etched dentin and the structure of the hybrid layer. *J Can Dent Assoc* 1995;61(10):887-94.

Toledano M, Osorio R, Albaladejo A, Aguilera FS, Osorio E. Differential effect of in vitro degradation on resin-dentin bonds produced by self-etch versus total-etch adhesives. *J Biomed Mater Res A* 2006a;77(1):128-35.

Toledano M, Osorio R, Albaladejo A, Aguilera FS, Tay FR, Ferrari M. Effect of cyclic loading on the microtensile bond strengths of total-etch and self-etch adhesives. *Oper Dent* 2006b;31(1):25-32.

Toledano M, Osorio R, Ceballos L, Fuentes MV, Fernandes CA, Tay FR, et al. Microtensile bond strength of several adhesive systems to different dentin depths. *Am J Dent* 2003;16(5):292-8.

Toledano M, Osorio R, de Leonardi G, Rosales-Leal JI, Ceballos L, Cabrerizo-Vilchez MA. Influence of self-etching primer on the resin adhesion to enamel and dentin. *Am J Dent* 2001;14(4):205-10.

Toledano M, Osorio R, Osorio E, Aguilera FS, Yamauti M, Pashley DH, et al. Durability of resin-dentin bonds: Effects of direct/indirect exposure and storage media. *Dent Mater* 2007;23(7):885-92.

van Dijk-Wolthuis WN, van Steenberghe MJ, Underberg WJ, Hennink WE. Degradation kinetics of methacrylated dextrans in aqueous solution. *J Pharm Sci* 1997;86(4):413-7.

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

Van Meerbeek B, Vargas S, Inoue S, Yoshida Y, Peumans M, Lambrechts P, et al. Adhesive and cements to promote preservation dentistry. *Oper Dent* 2001;Suppl 6:119-24.

Van Noort R, Noroozi S, Howard IC, Cardew G. A critique of bond strength measurements. *J Dent* 1989;17(2):61-7.

Wang Y, Spencer P. Effect of acid etching time and technique on interfacial characteristics of the adhesive-dentin bond using differential staining. *Eur J Oral Sci* 2004;112(3):293-9.

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

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

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

Yoshida Y, Van Meerbeek B, Nakayama Y, Yoshioka M, Snauwaert J, Abe Y, et al. Adhesion to and decalcification of hydroxyapatite by carboxylic acids. J Dent Res 2001;80(6):1565-9.

Apêndice A - Resistência à tração – Dados Originais

Material	Tempo de armazenamento			
	24 h		6 meses	
	Área	Mpa	area	Mpa
Adper Single Bond 2	0,23	37,67	0,21	26,78
	0,27	25,10	0,31	26,42
	0,18	35,22	0,29	21,47
	0,30	28,25	0,40	22,29
	0,30	26,31	0,23	20,98
	0,28	22,89	0,33	20,98
	0,31	32,08	0,24	25,17
	0,26	24,98	0,27	18,29
	0,15	36,11	0,23	24,40
	0,43	28,27	0,31	20,45
Master Bond		54,86	0,36	71,28
	0,41	49,13	0,49	58,01
	0,48	52,74	0,44	46,16
	0,36	49,14	0,37	68,18
	0,26	50,34	0,41	59,96
	0,26	60,33	0,38	70,83
	0,33	49,64	0,30	61,71
	0,47	51,38	0,27	58,46
	0,37	50,61	0,33	51,71
	0,37	48,25	0,31	58,50
Self Etch Bond	0,32	58,52	0,32	68,27
	0,17	45,21	0,43	54,03
	0,30	59,76	0,15	59,97
	0,37	52,18	0,26	55,33
	0,17	44,84	0,32	61,87
	0,40	44,08	0,53	55,14
	0,48	50,89	0,43	64,29
	0,24	48,70	0,37	59,26
	0,32	42,06	0,28	66,23
	0,45	49,71	0,50	65,35
Magic Bond DE	0,37	50,08	0,38	60,89
	0,31	48,75	0,20	61,42
	0,20	52,32	0,53	35,46
	0,26	49,57	0,20	61,42
	0,35	48,39	0,26	56,48
	0,30	48,39	0,23	72,35
	0,21	54,02	0,26	64,94
	0,23	54,37	0,57	43,54
	0,17	54,87	0,24	76,35
	0,22	53,78	0,26	81,84
Clearfil SE Bond	0,44	127,39	0,26	71,62
	0,47	88,44	0,44	70,58
	0,36	112,85	0,41	59,24
	0,31	106,63	0,50	70,42
	0,35	105,96	0,41	70,08
	0,27	112,25	0,50	68,47
	0,33	107,85	0,55	64,76
	0,37	108,29	0,53	78,35
	0,42	107,29	0,55	42,82
	0,47	95,59	0,57	63,24

Apêndice B – Resistência de União à dentina – Dados originais

Material	Tempo de Armazenamento	
	24h	6 meses
Adper Single Bond 2	43,98	41,82
	38,10	37,76
	42,63	29,69
	42,17	35,13
	35,22	34,44
Master Bond	41,52	16,53
	46,61	9,09
	36,67	23,43
	27,75	6,87
	42,57	7,78
Self Etch Bond	21,37	17,67
	15,68	16,98
	21,53	17,67
	11,71	4,00
	10,86	6,21
Magic Bond DE	28,71	9,59
	17,40	6,93
	34,99	13,36
	18,54	9,81
	22,43	11,84
Clearfil SE Bond	38,61	37,74
	48,38	41,03
	57,16	46,77
	53,81	42,98
	59,02	43,93

Apêndice C – Teste de igualdade entre proporções

Teste de igualdade entre duas proporções						
	Magic X Master	Magic X Self Etch	Magic X Single	Master X Self Etch	Master X Single	Self Etch X Single
Proporção da 1a amostra (p1)	0,2870	0,2870	0,2870	0,0707	0,0707	0,7211
Proporção da 2a amostra (p2)	0,0707	0,7211	0,041	0,7211	0,041	0,041
Diferença entre as proporções	0,2162	0,4341	0,2460	0,6504	0,0297	0,6801
Valor de z	4,046	6,9875	5,1579	10,038	0,9697	11,2798
Probabilidade de igualdade (p1=p2)	0,00%	0,00%	0,00%	0,00%	16,61%	0,00%

Apêndice D – Teste exato de Fisher

Teste exato de Fisher				
Probabilidade total (Fisher)	Magic X Clearfil	Máster X Clearfil	Self X Clearfil	Single X Clearfil
	0,0014%	0,7053%	0,0000%	4,6385%

Anexo A – Parecer do comitê de ética

UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO
FACULDADE DE ODONTOLOGIA**PARECER DE APROVAÇÃO**
Protocolo 103/04

O Grupo de Trabalho indicado pelo Comitê de Ética em Pesquisa, **APROVOU** o protocolo de pesquisa *“Avaliação da resistência de união a dentina de sistemas adesivos “single-bottle” e “self-etching primer” existentes no mercado nacional”*, de responsabilidade do Pesquisador **Fabio Zovico Maxnuck Soares**, sob orientação da Profa. Dra. **Rosa Helena Miranda Grande**.

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

São Paulo, 26 de julho de 2004

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