SANDRA KISS MOURA

**ESTUDO DA RESISTÊNCIA DA UNIÃO E MORFOLOGIA DE
ADESIVOS AUTOCONDICIONANTES AO ESMALTE EM
FUNÇÃO DO TEMPO DE ARMAZENAGEM**

São Paulo

2006

Sandra Kiss Moura

**Estudo da resistência da união e morfologia de adesivos autocondicionantes
ao esmalte em função do tempo de armazenagem**

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

Orientadora: Prof^a Dr^a Rosa Helena Miranda Grande

São Paulo
2006

FOLHA DE APROVAÇÃO

Moura SK. Estudo da resistência da união e morfologia de adesivos autocondicionantes ao esmalte em função do tempo de armazenagem [Tese de Doutorado]. São Paulo: Faculdade de Odontologia da USP; 2006.

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: _____

AGRADECIMENTOS

A Deus, pelo presente que é a vida, pela oportunidade de aprender e evoluir sempre.

Aos meus pais, Esmeraldino e Marlene, pelo amor incondicional e apoio constantes, em todos os momentos. Esta conquista também é de vocês, a quem dedico este trabalho. Aos meus irmãos, familiares e amigos pelo bem querer.

À Profª Drª Rosa Helena Miranda Grande, pela orientação, amizade e confiança. Querida "Roose", a correção minuciosa de cada relatório Fapesp, artigos, relatórios de iniciação científica das "pupilas", texto da Tese, foram exigentes, mas mostraram sua preocupação em incentivar o meu aperfeiçoamento, me fizeram enxergar mais longe, crescer e enfrentar novos desafios. Ao lado desta fortaleza de orientadora e coordenadora do programa de pós graduação, existe um ser humano muito especial, infinitamente grandioso, do bem, e que realmente se preocupa com a evolução dos que passam por seu caminho! Foi um prazer nossa convivência, muito obrigada por tudo!

Ao Prof Dr Alessandro Dourado Loguercio pelo tratamento estatístico realizado neste trabalho; **à Prof Drª Alessandra Reis** pelas sugestões no

planejamento e execução deste trabalho; à **Arlete Pellizzaro, Karen Dal-Bianco, Rafael Tiago Patzlaft**, pelo suporte no ensaio de resistência da união. Trabalhar com vocês no Projeto Integrado de Pesquisa foi uma experiência muito gratificante!

À **Marcela Riguera Pivetta e Andréa Damas Castilho**, eternas “pupilas”, com quem tive o prazer de conviver nestes anos, na co-orientação de sua iniciação científica FAPESP. Vocês despertaram a professora e cientista dentro de mim. Melhor do que contribuir para sua formação, foi nos tornarmos tão amigas! Vocês são sensacionais!

Aos professores do Departamento de Materiais Dentários da FOU SP, pelo conhecimento e pela convivência.

Ao Prof Dr Mario Fernando de Goes, Adriano L. Martins, Prof Dr Victor Elias Arana-Chavez, Clarice e Vinícius, Douglas Nesadal de Souza pelos esclarecimentos na microscopia eletrônica de varredura.

Ao Antonio Carlos Lascale e Silvio Peixoto Soares, pela presença constante em tantos trabalhos realizados neste período. Em especial, pela atenção dispensada com as “pupilas” Marcela e Andréa, na iniciação científica. Também pelos momentos de descontração.

À Rosa Cristina Nogueira e Mirtes Regina Martins F. Saduto pela torcida, pelos lembretes, por toda a ajuda na parte burocrática.

Aos colegas da Pós-graduação, gostaria de agradecer pelo convívio. Aos que foram contemporâneos e aos que estão chegando agora. Eu trabalhava em outra sala, mas, de alguma forma, sempre sentia vocês por perto.

Ao amigo Ricardo Ruiz Martuci. Nossa amizade se fortaleceu nestes anos de convivência. Um ser humano incomparável, a quem estimo profundamente!

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

Ao Serviço de Documentação Odontológica – SDO/FOUSP, pela revisão e formatação do texto.

À Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior, Capes, pela concessão da bolsa de doutorado.

À Fundação para o Amparo à Pesquisa do Estado de São Paulo, FAPESP, pelo **Auxílio Pesquisa 03/10416-8**, que subsidiou a compra de parte do material de consumo utilizado nesta tese, as horas da

microscopia eletrônica e a aquisição de um microcomputador para que eu pudesse trabalhar com privacidade.

À Fundação para o Amparo à Pesquisa do Estado de São Paulo, FAPESP, pelo **Auxílio Pesquisa 03/12192-0**, que subsidiou a aquisição da cortadeira ISOMET 1000 (Buhler, ILL, USA), utilizada nos trabalhos de iniciação científica da Marcela (bolsa FAPESP 04/14952-4) e da Andréa (bolsa FAPESP 05/50478-8), e outros no departamento.

“...Foram tantas coisas feitas, momentos fotografados pelas lentes da emoção, guardados num baú, chamado coração... E agora um formulário me interroga, me encosta na parede e grita: - Qual sua experiência? Essa pergunta ecoa no meu cérebro: experiência...experiência...Será que ser "plantador de sorrisos" é uma boa experiência?...

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

“Tudo vale à pena, se a alma não é pequena”

Fernando Pessoa

Moura SK. Estudo da resistência da união e morfologia de adesivos autocondicionantes ao esmalte em função do tempo de armazenagem [Tese de Doutorado]. São Paulo: Faculdade de Odontologia da USP; 2006.

RESUMO

O estudo objetivou avaliar a resistência da união de sistemas adesivos aplicados ao esmalte, bem como a morfologia do substrato condicionado e a qualidade da interface de união formada. Após o esmalte das superfícies lisas de molares receberem profilaxia com pedrapomes, abrasão por lixa ou desgaste por ponta de diamante, foram aplicados Scotchbond Multi-Purpose Plus (SBMP), Single Bond (SB), Clearfil SE Bond (CSE); OptiBond Solo Plus Self-Etch (OP) e Tyrian Self Priming Etching (TY). Os hemidentes “restaurados” com resina Filtek Z250 foram armazenados em água deionizada (24h/37°C), seccionados no formato de paralelogramo (área transversal aproximada de 0,8 mm²), aleatorizados em grupos (24h, 6 e 12 meses de armazenagem), e testados em microtração (0,5mm/min). Os valores médios de resistência da união (MPa) foram tratados por métodos de ANOVA e Tukey. Os resultados não mostraram diferenças significativas para os fatores Tratamento, Armazenagem, nem para as interações. Porém, houve diferença significante para o fator Adesivo ($p < 0,05$). Os padrões morfológicos do esmalte obtidos após o uso do agente condicionante dos sistemas SBMP e SB não foram influenciados pelo Tratamento. Os fatores Adesivo e Tratamento influenciaram no padrão dos sistemas CSE, OP e TY. Não foram observadas fendas nas interfaces dos sistemas SBMP e SB, independente dos outros fatores. Os sistemas OP e TY mostraram fendas em todas as condições, e o CSE após 12 meses no esmalte abrasionado por lixa. Com base nos resultados, conclui-se que o desempenho dos sistemas adesivos estudados está vinculado mais às características dos produtos do que ao tratamento realizado no esmalte ou armazenagem.

Palavras-Chave: esmalte, morfologia, adesão

Moura SK. Bond strength measurements and morphology of self-etch systems to enamel in function of storage time [Tese de Doutorado]. São Paulo: Faculdade de Odontologia da USP; 2006.

ABSTRACT

This study aimed to evaluate the resin-enamel bond strength, the etching pattern and the bonded interfaces provided by self-etch systems by means of scanning electron microscopy. The following adhesives systems (Scotchbond Multi-Purpose Plus [SBMP], Single Bond [SB], Clearfil SE Bond [CSE]; OptiBond Solo Plus Self-Etch [OP] or Tyrian Self Priming Etching [TY] were applied to sound enamel (after tooth prophylaxis), SiC paper or diamond bur-treated enamel. Resin composite build-ups (Filtek Z250) were bonded to the enamel surfaces. After storage in water (24h/37°C), the bonded samples were sectioned into beams (0.8mm²), randomly assigned into subgroups (24h, 6 and 12 months) and subjected to microtensile bond strength test (0.5 mm/min). The data was analyzed by ANOVA and Tukey's test. The main factors enamel Treatment and Storage as well as the interactions were not statistically significant. Significant differences were observed only for the main factor Adhesive ($p<0.05$). The Treatment did not affect the etching pattern of SBMP and SB; for CSE, OP and TY the morphology varied with the Treatment and Adhesive system. Gaps were not observed in the interfaces bonded with SBMP and SB, regardless of the Storage and Treatment. The adhesive CSE showed gaps after 12 months of storage for SiC paper, while this finding was observed for OP and TY in all conditions. Based on the results of the present investigation, it was concluded that the performance of some adhesive systems is influenced by the material's composition instead of surface treatment or storage.

Keywords: enamel, micro morphology, adhesion

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

ANOVA	Análise de Variância
Bis-GMA	bisfenol-glicidil-metacrilato
BPDM	bifenil-dimetacrilato
cm	centímetro
cp	corpo-de-prova
CSE	Clearfil SE Bond
h	horas
HEMA	2-hidroxietil-metacrilato
IRU	índice de resistência da união
kgf	quilograma força
kV	quilovoltagem
MDP	10-metacriloiloxidecil dihidrogeno fosfato
MEV	microscopia eletrônica de varredura
mm	milímetro
mm/min	milímetro por minuto
mm ²	milímetro quadrado
MPa	Mega Pascal
mW/cm ²	mili Watt por centímetro quadrado
n	tamanho da amostra
NaOCl	hipoclorito de sódio
nm	nanometro
OP	OptiBond SOLO Self-Etching

P.A.	pró-análise
pH	potencial hidrogeniônico
pKa	constante de dissociação iônica
PP	cp perdido prematuramente
RU	resistência da união
RU	resistência da união
SB	Single Bond
SBMP	Scotchbond Multi Purpose Plus
SiC	carbeto de silício
TEGDMA	tri-etilglicol-glicidildimetacrilato
TY	Tyrian Self-Priming etching
v	velocidade
µm	micrometro

LISTA DE SÍMBOLOS

s	segundos
°C	graus Celsius
#	granulação
%	porcentagem
α	alfa
>	maior

SUMÁRIO

	p.
1	
INTRODUÇÃO	14
2	
REVISÃO DA LITERATURA	16
2.1	
A formação do esmalte	16
2.2	
Estrutura do esmalte	19
2.3	
O condicionamento ácido do esmalte	20
2.4	
Sistemas adesivos	24
2.5	
Estudos sobre sistemas autocondicionantes	28
3	
PROPOSIÇÃO	33
4	
MATERIAL E MÉTODOS	34
4.1	
Ensaio de resistência da união por microtração	34
4.2	
Análise em microscopia eletrônica de varredura (MEV)	41
4.2.1	
padrão de condicionamento	41
4.2.2	
interface de união	43
5	
RESULTADOS	46
5.1	
Ensaio de resistência da união por microtração	46
5.2	
Análise em microscopia eletrônica de varredura (MEV)	50
5.2.1	
padrão de condicionamento	50
5.2.2	
interface de união	56
6	
DISCUSSÃO	63
7	
CONCLUSÕES	75
REFERÊNCIAS	76
ANEXOS	87

1 INTRODUÇÃO

Os sistemas adesivos autocondicionantes (*self-etch*) representam uma realidade no mercado odontológico atual e o aumento de sua popularidade se deve à simplificação da técnica restauradora adesiva, pois combinam o condicionamento ácido e a aplicação do *primer*. Comparativamente aos sistemas adesivos convencionais (*etch&rinse*), os *self-etch* diferem em alguns aspectos, tais como o pH (potencial hidrogeniônico) do agente condicionador, pKa (constante de dissociação), tipo de monômero ácido, número de frascos e etapas, teor de água e de solventes, e a hidrofília da camada adesiva. De acordo com o número de procedimentos requeridos na técnica restauradora, os *self-etch* são classificados em uma ou duas etapas. Considerando a acidez (pH), eles são classificados em leves ($\text{pH} \geq 2$), moderados ($1 < \text{pH} < 2$) e severos ($\text{pH} \leq 1$).

Para que a utilização clínica dos *self-etch* seja efetiva, é fundamental que seu desempenho seja semelhante ou superior ao dos *etch&rinse*, quando aplicados em esmalte e dentina, pois ambos os substratos estão presentes na maioria das situações clínicas. Como os *primers* autocondicionantes são menos ácidos que o ácido fosfórico, utilizado nos sistemas *etch&rinse*, os primeiros questionamentos sobre a performance dos autocondicionantes voltaram-se para este aspecto, principalmente quando aplicados ao esmalte intacto. Nas diferentes situações clínicas, existem procedimentos em que o esmalte é desgastado durante a confecção do bisel ou no preparo das cavidades, o que tornaria o substrato mais receptivo para a ação dos agentes condicionadores e para a adesão. Em outras situações, como na colagem de bráquetes ortodônticos ou no selamento das fissuras, a adesão é feita em esmalte intacto, sem necessidade clínica de desgastes. Por isso, é importante conhecer o desempenho dos *self-etch* em esmalte desgastado ou não.

Os resultados de diferentes estudos com os sistemas *self-etch* em esmalte ainda são controversos. Alguns mostraram valores similares de resistência da união para os *self-etch* e os *etch&rinse*, quando a adesão é feita em esmalte desgastado, outros não observaram diferença no desempenho dos *self-etch* quando aplicados em esmalte desgastado ou não. Esta controvérsia pode ser explicada em parte pela maneira como o esmalte foi preparado, ponta de diamante ou abrasão por lixa, dois modos utilizados nos diferentes estudos. Acredita-se que o preparo com ponta de diamante exponha camadas mais profundas do esmalte, removendo o esmalte aprismático da superfície, comparativamente ao uso da lixa. Pode-se supor que o tipo de desgaste do esmalte influencie os valores da resistência da união dos *self-etch* ao esmalte.

Outra consideração importante trata da durabilidade da adesão ao esmalte. Grande parte do sucesso adesivo foi observada para a técnica *etch&rinse* com adesivos hidrófobos, em procedimentos como restaurações em dentes anteriores e selantes em fissuras, acompanhados clinicamente por tempo superior a nove anos. Porém, com o desenvolvimento da técnica do condicionamento ácido total e da técnica da adesão úmida, os sistemas adesivos da atualidade tornaram-se cada vez mais hidrófilos. Além disto, o mecanismo de ação dos *self-etch* depende da ionização dos monômeros acídicos no momento da aplicação, necessitando, portanto, conter água em suas formulações. Então, surge um novo questionamento sobre a susceptibilidade dos *self-etch* à degradação hidrolítica ao longo do tempo.

Diante disto, o estudo da resistência da união de adesivos *self-etch* de diferentes acidez, em superfícies de esmalte desgastadas ou não, após diferentes tempos de armazenagem e a observação das características morfológicas do substrato nestes aspectos motivaram a realização desta pesquisa.

2 REVISÃO DA LITERATURA

2.1 A formação do esmalte

O esmalte é o tecido mineralizado de origem epitelial, que reveste a coroa dentária, constituído, em peso, por aproximadamente 96% de material inorgânico e em menor proporção por material orgânico e água (4%) (KATCHBURIAN; ARANA-CHAVEZ, 1999). O principal componente inorgânico é a apatita, na forma de carbonato-hidroxiapatita, onde o cálcio e o fosfato são os elementos químicos com maior proporção (BRUDEVOLD; SEADMANLT; SMITH, 1960). Em sua composição também existem quantidades variadas de sódio, magnésio, cloreto, potássio, flúor (KATCHBURIAN; ARANA-CHAVEZ, 1999).

Devido ao alto conteúdo de mineral, o esmalte é considerado o tecido mais duro do corpo humano (GWINNETT; KANCA, 1992). A formação dos tecidos duros do corpo consiste na produção celular de uma matriz orgânica passível de receber mineral (TEN CATE, 2001) e apresenta particularidades, dependendo do tecido considerado.

Katchburian e Arana-Chavez (1999) descreveram a amelogênese, que teria início na fase da odontogênese correspondente ao desenvolvimento da coroa. Os ameloblastos, inicialmente células indiferenciadas do epitélio interno do órgão do esmalte, passam por diversas fases da formação até a maturação pré-eruptiva (morfogenética, diferenciação, secretora, maturação e proteção).

Se na fase morfogenética é determinada a forma da coroa do dente, na fase de diferenciação, ocorre a inversão da polaridade das células do epitélio interno do órgão do esmalte, quando elas se transformam em pré-ameloblastos. Os pré-ameloblastos, que induzem

a diferenciação das células da periferia da papila dentária, gradualmente se diferenciam em ameloblastos, evento que se completa após a deposição da primeira camada de matriz orgânica de dentina. Os ameloblastos diferenciados irão originar a matriz orgânica do esmalte, na fase secretora, marcando o início da amelogênese propriamente dita, que se inicia nos vértices das futuras cúspides e bordas incisais e progride em direção à alça cervical.

A matriz orgânica do esmalte é composta basicamente por proteínas e distingue-se da matriz de outros tecidos mineralizados do corpo, pois não possui natureza conjuntiva (o colágeno não está presente em sua formação). Na matriz orgânica do esmalte recém-secretado são encontradas as amelogeninas, entre 85 a 90% do total das proteínas (BARTLETT; SIMMER, 1999) e as não-amelogeninas (enamelinas, tufelina, fosfoproteína glicosilada) e glicoproteínas (amelobastina, amelina e bainhalina). No final da fase secretora também são produzidas metaloproteinases, proteínas que posteriormente irão degradar a matriz e permitir a mineralização do esmalte.

A mineralização do esmalte tem início logo após o término da secreção da matriz orgânica. Os primeiros cristais de hidroxiapatita são depositados sobre a dentina do manto. Inicialmente forma-se uma camada delgada de esmalte, que pode atingir até 30 µm (micrometros) de espessura, onde os cristais se alinham perpendicularmente à superfície da dentina. Então, os ameloblastos desenvolvem projeções cônicas, os processos de Tomes e passam a orientar a deposição dos cristais em todo o esmalte (KATCHBURIAN; ARANA-CHAVEZ, 1999)

Com o desenvolvimento do processo de Tomes, os ameloblastos formam um esmalte estruturalmente diferente, onde se observa o arranjo dos cristais de mineral em unidades denominadas prismas (TEN CATE, 2001). Os processos de Tomes possuem uma face secretora (pólo secretor), por onde são liberados os grânulos que contém a matriz orgânica do esmalte, e outra face não secretora, onde não ocorre secreção de matriz. À medida que avança

a fase de secreção, parte do órgão do esmalte entra em colapso e se transforma numa camada delgada de células, que fica adjacente à de ameloblastos.

A amelogênese prossegue até a deposição das últimas camadas, quando a atividade dos ameloblastos diminui e eles não mais apresentam os processos de Tomes. Assim, as camadas superficiais do esmalte serão de estrutura aprismática. Esta estrutura também caracteriza a primeira camada de esmalte formada junto à dentina, por ameloblastos que ainda não possuíam processos de Tomes.

Após deposição da camada aprismática na superfície da coroa dental, os ameloblastos sofrem alterações morfológicas e tem início a fase de maturação pré-eruptiva, que se caracteriza pela remoção de parte da matriz orgânica pelas metaloproteinases, pelo crescimento dos cristais de hidroxiapatita em largura e espessura e pelo aumento do conteúdo mineral do esmalte. Ao final desta fase, a estrutura do esmalte irá apresentar menos de 1% de material orgânico em peso. (DEAKINS; VOLKER, 1941; LEFEVRE; MANLY, 1938).

Segue-se a fase de proteção, quando os ameloblastos produzem uma matriz semelhante à lâmina basal, que separa o esmalte recém-formado do tecido conjuntivo adjacente, e o protege da reabsorção e deposição do cimento, até a erupção dentária. A exposição do esmalte na cavidade bucal levará à maturação pós-eruptiva, aumentando o seu conteúdo mineral; com o passar da idade, o conteúdo de água e material orgânico irão diminuir ainda mais e a cristalinidade irá aumentar.

2.2 Estrutura do esmalte

O esmalte é um tecido que apresenta estrutura altamente organizada. O esmalte maduro é acelular, quase desprovido de material orgânico, porém é um sistema ativo, que participa de uma variedade de reações com o meio bucal, como o transporte de íons e soluções (saliva), os processos de desmineralização-remineralização e as reações de superfície com compostos orgânicos e bacterianos, que o caracterizam como sendo um tecido dinâmico (KATCHBURIAN; ARANA-CHAVEZ, 1999).

Estruturalmente, o esmalte apresenta como sua maior unidade o prisma de esmalte. Os prismas encontram-se dispostos em direção mais ou menos perpendicular à superfície dos dentes decíduos e com um ângulo de 30 a 60° nos dentes permanentes. Os prismas exibem um trajeto sinuoso da junção amelodentinária à superfície da coroa. Na região dos vértices das cúspides, eles se entrecruzam em relação ao longo eixo da cúspide (EINSPÄHR; BUGG, 1981).

Cada prisma é constituído por bilhões de cristais de apatita, que por sua vez são formados por um agregado ordenado de subunidades denominadas células elementares (EINSPÄHR; BUGG, 1981). Os cristais são placas finas e alongadas, com seção hexagonal (comprimento médio de 0,5 μm , largura de 20 a 60 nm e espessura de 30 a 90 nm), sendo que pode haver cerca de 500 cristalitos por μm^2 .

A disposição dos cristais no esmalte é bastante característica: existe uma região central ou cabeça do prisma ou região prismática (o longo eixo do cristal é paralelo ao longo eixo do prisma, ou seja, segue a mesma direção da movimentação dos ameloblastos na fase secretora); e região periférica ou cauda do prisma ou região interprismática (o longo eixo do cristal é inclinado em relação ao longo eixo do prisma). As regiões prismática e interprismática

apresentam a mesma composição mineral e quase o mesmo conteúdo orgânico, apenas que os cristais têm diferente orientação ou disposição devido ao fato do pólo secretor (ou face secretora) do processo de Tomes possuir menor diâmetro do que o processo de Tomes em si (KATCHBURIAN; ARANA-CHAVEZ, 1999).

A camada aprismática do esmalte, medindo ao redor de 30µm de espessura pode ser observada em 70% da dentição permanente e na totalidade da dentição decídua (GWINNETT; MATSUI, 1967). De acordo com alguns autores ela é encontrada com maior frequência na região de fissuras e na cervical dos dentes permanentes, e recobre toda a coroa dos dentes decíduos (RIPA; GWINNETT; BUONOCORE, 1966).

A composição e estrutura do esmalte são responsáveis por propriedades físicas peculiares a este tecido, tais como dureza (CALDWELL et al., 1957), friabilidade (TYLDESLEY, 1950), translucidez.

Mas, além das características do substrato envolvido na adesão, é importante também conhecer o material que será utilizado para promovê-la.

2.3 O condicionamento ácido do esmalte

A união do material resinoso ao esmalte tornou-se possível após o desenvolvimento da técnica do condicionamento ácido (BUONOCORE, 1955). A primeira aplicação clínica deste procedimento foi para selar as regiões de fissuras dos dentes permanentes (CUETO; BUONOCORE, 1967; SILVERSTONE, 1974). Desde então, a aplicação do condicionamento ácido se estendeu para outras situações clínicas, em superfícies de esmalte desgastadas ou não.

Silverstone et al. (1975) observaram que o ácido fosfórico age na superfície do esmalte dental de duas maneiras. Inicialmente, pela alteração do contorno superficial da região, ao remover totalmente uma camada de aproximadamente 10µm, em que se encontram os cristais quimicamente não reativos e a película adquirida, elevando a energia livre da superfície (CARVALHO, 1998). Concomitantemente, o ácido transforma o esmalte subjacente, em profundidade média de 20 a 30µm, em um tecido altamente poroso por meio da remoção seletiva do mineral, o que, por sua vez, leva ao aumento da área de superfície disponível para a adesão.

Outros ácidos foram estudados para esta finalidade, dentre os quais destacam-se o ácido clorídrico, que promovia a dissolução não seletiva do esmalte e por isso não criava retenções (GWINNETT, 1971), o ácido maléico a 10%, que produzia padrões pouco retentivos e valores reduzidos de resistência da união ao esmalte (ORTEGA; SOUZA: FRANCO, 1997; TRIOLO et al., 1993). A preferência pelo ácido fosfórico para o condicionamento do esmalte deveu-se principalmente à rapidez de sua ação, pois produzia porosidades em tempo clínico satisfatório, com bons resultados de retenção. (CARVALHO, 1998).

Na reação do ácido fosfórico com o esmalte dental (hidroxiapatita-carbonatada) ocorre a liberação do carbonato, na forma de dióxido de carbono, com desprendimento concomitante de cálcio e fósforo do tecido dental e formação de irregularidades (VAN MEERBEEK et al.; 2003a). Num modelo teórico (CHOW; BROW, 1973), diagrama quaternário de fase, foi observado que o ácido fosfórico em concentração superior a 50% dissolvia pouco a apatita, pois esta concentração favorecia a formação de produtos da reação de forma muito rápida, dificultando a difusão de prótons e limitando a penetração do ácido no tecido. Por outro lado, quando a concentração era inferior a 30%, ocorria a formação de fosfato dicálcio-dihidratado em maior quantidade, um produto parcialmente solúvel em água, que prejudicaria a união

mecânica do material resinoso ao esmalte. Já o ácido fosfórico na concentração entre 30 e 40% (SILVERSTONE, 1974) levava à formação de pequena quantidade de fosfato monocalcício-monohidratado como principal produto da reação, altamente solúvel em água e facilmente removido, o que favorecia a penetração do material resinoso nas irregularidades criadas no substrato. Por isso, a maioria dos produtos comercializados com ácido fosfórico atualmente possui concentração entre 32 e 37% (PERDIGÃO et al., 1996).

O tempo de condicionamento do esmalte sofreu modificações ao longo dos anos. Alguns estudos (BARKMEIER; SHAFFER; GWINNETT, 1986) comparativos não observaram valores de resistência da união significativamente diferentes em esmalte quando ele era condicionado por 15 ou 60 segundos. Também foi constatado que, comparativamente ao tempo de 60 segundos, a utilização de 15 segundos para o condicionamento seria suficiente para produzir as microporosidades nos substratos, fato previamente observado em estudos que compararam o efeito do tempo de condicionamento em dentes permanentes e decíduos (NORDENVALL; BRANNSTROM; MALMGREN, 1980). Então, foi estabelecido o uso de ácido fosfórico entre 15 e 30 segundos para o condicionamento do esmalte (GUBA; COCHRAN; SWATZ, 1994).

Inicialmente os ácidos eram comercializados na forma líquida. Com o intuito de melhor delimitar a área a ser condicionada, os fabricantes alteraram a consistência do produto para gel ou semigel, pela adição de espessantes, como 3,5% de dióxido de silício (sílica) ou hidroxixelulose (GUBA; COCHRAN; SWATZ, 1994). Os ácidos que possuem a sílica como espessante deixam precipitados sobre as superfícies condicionadas, caso a lavagem subsequente à sua aplicação não seja abundante e por tempo igual ou superior ao tempo de ação do ácido. Já a utilização de espessantes poliméricos (hidroxixelulose) deixa o ácido numa consistência semigel, com a vantagem de não formar resíduos na superfície (DE GOES et al., 1995). É fundamental que após a aplicação do ácido a superfície condicionada seja

lavada abundantemente com água. Esta etapa tem a finalidade de remover o ácido, seus espessantes e os subprodutos da reação com o esmalte dental.

Estudos micromorfológicos permitiram constatar que a aplicação do ácido fosfórico sobre o esmalte promove a dissolução seletiva nos prismas, o que resulta em topografias superficiais ou padrões de condicionamento variados (SILVERSTONE et al., 1975): remoção preferencial da parte central do prisma (tipo I), da parte interprismática (tipo II) ou mista das anteriores (tipo III). Posteriormente, outros dois padrões foram descritos: a ausência de padrão definido, com aspecto de quebra-cabeça, denominado tipo IV, e um padrão predominantemente liso, tipo V (GALIL; WRIGHT, 1979; CARSTENSEN, 1992). Retief (1975) observou maior frequência do padrão III na camada aprismática, que também seria mais resistente à ação do ácido (RIPA; GWINNETT; BUONOCORE, 1966; WHITTAKER, 1982; NATHANSON; BODKIN; EVANS, 1982).

Ainda existem dúvidas sobre o porquê de se observar diversos padrões de condicionamento no esmalte. Os padrões resultantes podem variar com o dente (HOBSON; RUGG-GUNN; BOOTH, 2002), concentração (CARSTENSEN, 1992), tempo de condicionamento ácido (GARDNER; HOBSON, 2001; KODATA; MORI; MIYAKAWA, 1993), se a superfície do esmalte for preparada ou não (GARCIA-GODOY; GWINNETT, 1991). O plano de corte dos prismas também pode interferir nas características do condicionamento, ou seja, o desgaste perpendicular à direção do prisma parece favorecer mais o condicionamento do esmalte que o desgaste na direção paralela (POOLE; JOHNSON, 1967; RETIEF, 1975).

Contudo, a adesão ao esmalte não ocorre em função apenas das características estruturais do substrato e da ação do ácido. Talvez o aspecto mais relevante envolvido nos procedimentos adesivos, seja exatamente o sistema adesivo empregado para promover a união.

2.4 Sistemas adesivos

Na mesma época em que Buonocore (1955) desenvolvia o condicionamento ácido do esmalte, um novo material era desenvolvido por Bowen (1956). Da associação entre resinas epóxicas e resinas acrílicas, surgiu o Bis-GMA (bisfenol A-glicidil-metacrilato), um monômero que apresentava ligações cruzadas e consistia numa matriz polimérica orgânica, insolúvel e de alta viscosidade. Posteriormente foram adicionadas partículas inorgânicas tratadas por silano a esta matriz orgânica, resultando no desenvolvimento das resinas compostas.

Então, surgiu a idéia de utilizar um adesivo sobre o esmalte condicionado, e este consistia no próprio Bis-GMA, matriz orgânica da resina composta. Para que ele apresentasse menor viscosidade e molhamento das superfícies de esmalte, foram adicionados diluentes (monômeros de baixo peso molecular), como o TEG-DMA (tri-etilglicol-glicidildimetacrilato). Desta forma, ao penetrar por capilaridade nos poros do esmalte criados pelo condicionamento ácido e se polimerizar, o adesivo formava prolongamentos de resina ou *tags*, que favoreciam a união micromecânica do material resinoso ao esmalte. Gwinnett e Buonocore (1965) estão entre os pesquisadores pioneiros a descreverem a penetração e polimerização dos monômeros resinosos nos espaços criados pelo condicionamento ácido no esmalte, o mecanismo mais aceito para explicar a adesão mecânica do material resinoso ao substrato dental.

Se os procedimentos restauradores se restringissem apenas à superfície do esmalte, agentes de união com caráter hidrofóbico, presentes no mercado há quase 50 anos e comercializados principalmente como selantes para fissuras, poderiam ser utilizados irrestritamente. A alta taxa de retenção dos selantes ao longo do tempo atesta a eficácia clínica

da aplicação de agentes de união hidrofóbicos sobre o esmalte condicionado (POULSEN; BEIRUTI; SADAT, 2001; SIMONSEN, 2002).

Porém, devido às diferentes características morfológicas e funcionais entre o esmalte e a dentina, os sistemas adesivos evoluíram muito e passaram a apresentar caráter hidrofílico, para poder penetrar pelas porosidades do substrato dentinário, uma vez que a grande maioria dos procedimentos adesivos envolve os dois substratos de forma concomitante. A dentina é um substrato muito heterogêneo, o que dificulta a adesão (PASHLEY, 1991; PERDIGÃO et al., 1994); já o esmalte é considerado um tecido em que a adesão do material resinoso é tida como procedimento clinicamente estável (KUGEL; FERRARI, 2000).

O primeiro sistema adesivo aplicado com sucesso em dentina, na técnica do condicionamento ácido total (FUSAYAMA et al., 1979), foi descrito por Nakabayashi; Kojima e Masuhara (1982) e combinava ácido cítrico a 10% com cloreto férrico a 3% (solução 10:3), para o condicionamento do esmalte e da dentina. Desta maneira, a camada de esfregaço (*smear layer*) era removida e a dentina desmineralizada em até cinco micrometros para a penetração e polimerização do adesivo ao redor das fibrilas de colágeno.

Desde então, a evolução dos sistemas adesivos tem sido no sentido de desenvolver produtos com características hidrofílicas, compatíveis com o substrato naturalmente úmido da dentina, pela adição de solventes orgânicos e monômeros hidrofílicos de baixo peso molecular, capazes de se infiltrar pelos espaços interfibrilares da dentina condicionada, se polimerizar e formar a camada híbrida (NAKABAYASHI; KOJIMA; MASUHARA, 1982; CARVALHO et al., 2004). Outra tendência observada aponta para a diminuição dos passos operatórios, no intuito de minimizar possíveis erros no controle da umidade, procedimento subjetivo e não padronizado entre os cirurgiões dentistas.

Os sistemas adesivos da atualidade podem ser classificados em pelo menos uma das categorias (VAN MEERBEEK et al., 2003a): *etch&rinse* ou *self-etch*.

O grupo ***etch&rinse* ou condicionamento total** representa os sistemas adesivos que preconizam o condicionamento ácido do esmalte e da dentina, com remoção completa da *smear layer*, previamente à aplicação do *primer* e adesivo. Os primeiros produtos eram apresentados em três etapas (ácido, *primer*, adesivo), posteriormente simplificados para duas etapas (ácido e *primer*+adesivo).

O grupo ***self-etch* ou autocondicionante** é representado por sistemas adesivos que condicionam a *smear layer*, sem removê-la, desmineralizam o substrato parcialmente, e consideram o condicionamento e a infiltração do *primer* um processo concomitante. Os ***primers* autocondicionantes** contêm monômeros acídicos e derivados, monômeros hidrófilos e água, armazenados num frasco (*primer* ou condicionador propriamente dito) e um segundo frasco que contém monômeros hidrófilos e hidrófobos em concentrações balanceadas (*bond* ou adesivo). O condicionamento dos substratos é feito por um radical fosfato do monômero ácido, não requer lavagem, enquanto que o radical metacrilato da mesma molécula se copolimeriza com o adesivo e a resina composta (DE GOES, 2001). Versões ainda mais simplificadas chegaram ao mercado a partir de 1999 (FREY, 2000): os adesivos autocondicionantes de uma etapa (“***all-in-one***” ou “todos em um”), onde o *primer* ácido foi unido com o adesivo.

Os sistemas adesivos autocondicionantes consistem em misturas aquosas de monômeros acídicos, geralmente ésteres de ácido fosfórico, menos ácidos que o ácido fosfórico utilizado nos sistemas *etch&rinse* (TAY et al., 2000). Entre as vantagens apontadas, comparativamente aos sistemas *etch&rinse*, estão a técnica restauradora menos crítica no controle da umidade, menor sensibilidade pós-operatória e menor discrepância entre profundidade de desmineralização do substrato e infiltração do adesivo (PERDIGÃO; GERALDELI, 2003).

A acidez dos sistemas autocondicionantes pode ser obtida por meio de três estratégias (Yu et al., 1991). A primeira combina radicais do tipo metacrilatos com ácidos orgânicos (ácido policarboxílico ou ésteres de ácido fosfórico ou sulfônico). A segunda combina ácidos orgânicos ou inorgânicos com monômeros hidrofílicos não ácidos, em concentração de 5%. Finalmente, a terceira combina ácidos orgânicos ou inorgânicos com monômeros hidrofílicos ácidos. A acidez das soluções aumenta da primeira para a terceira estratégia. Os sistemas autocondicionantes atuais baseiam-se em modificações das duas primeiras estratégias, onde houve o aumento da concentração de monômeros ácidos no *primer* (CARVALHO, 1998).

O primeiro sistema autocondicionante introduzido no mercado foi o Scotchbond 2. O *primer* consistia numa solução aquosa de ácido maléico a 2,5%, água e HEMA (2-hidroxietil-metacrilato) a 55% e pH igual a 2 (SWIFT, 1998). Seu desempenho não foi satisfatório, pois a acidez do *primer* comprometia a vida útil de armazenagem da solução, pela deterioração do HEMA. Além disto, não havia evidência da copolimerização entre o ácido maléico e o HEMA.

Dentre os monômeros acídicos polimerizáveis, existem os fosfonados, derivados de radicais de ácido fosfórico, como o Fenil-P, em concentração ao redor de 20 a 30% (HAYAKAWA; KIKUTAKE; NEMOTO, 1998). O primeiro sistema autocondicionante com desempenho satisfatório consistia na solução aquosa de Fenil-P a 20% em HEMA a 30% (sistema 20P-30H), para adesão ao esmalte e dentina (WATANABE; NIKAIDO; NAKABAYASHI, 1990).

Outros monômeros acídicos específicos, derivados de radicais de ácido policarboxílico (4-MET, 10MDP) foram desenvolvidos e conferiram maior estabilidade às novas formulações de autocondicionantes, sugerindo inclusive uma possível união química destes com o dente (VAN MEERBEEK et al., 2003a). Além de desmineralizar a *smear layer* e o substrato

subjacente simultaneamente, produziam uma camada híbrida menos espessa que os *etch&rinse*, mas sem comprometimento da resistência de união (YOSHIYAMA et al., 1995).

A capacidade de desmineralização dos sistemas autocondicionantes pode variar com a constante de dissociação (pKa), concentração do ácido, tempo de condicionamento e também com o pH, motivo pelo qual são classificados em sistemas de acidez leve (pH~2,0), intermediária (pH~1,2) e forte (pH~1,0) (TAY; PASHLEY, 2001; PASHLEY; TAY, 2001). Todos os sistemas possuem água na composição, para que aconteça a ionização dos monômeros ácidos (TAY; PASHLEY, 2001). Isto sugere uma possível afinidade deste material pela água, e pode comprometer a durabilidade da união, decorrente da maior sorção de água pelos monômeros (BURROW; INOKOSHI; TAGAMI, 1999).

2.5 Estudos sobre sistemas autocondicionantes

Pashley e Tay (2001) observaram que a aplicação de *primer* autocondicionante em superfícies de esmalte, com e sem preparo mecânico, produziu microporosidades discretas nestas superfícies, passíveis de serem infiltradas por monômeros resinosos e formar camada híbrida com cerca de 100 nm (nanômetros) de espessura. Comparativamente aos sistemas *etch&rinse*, onde a camada híbrida pode chegar a 10 µm de espessura e os prolongamentos de resina até 1 µm de comprimento, a camada híbrida produzida pelos *primers* autocondicionantes é menos espessa e os prolongamentos de resina mais curtos (HASHIMOTO et al., 2003; INOUE et al., 2003).

Por outro lado, para os autocondicionantes “todos em um”, foram observados padrões de condicionamento (BRESCHI et al., 2003), espessura de camada híbrida (VAN

MEERBEEK et al., 2003b) e valores de resistência da união (MILLER, 2001) semelhantes aos de sistemas *etch&rinse*, justificados pela acidez elevada destes sistemas. Contudo, outros estudos encontraram valores de resistência da união inferiores aos dos *etch&rinse* (LOPES et al., 2004; DE MUNCK et al., 2003) e descreveram o comportamento deste material como sendo o de uma membrana semipermeável à passagem de fluidos (TAY et al., 2002), pelo elevado conteúdo de água e solventes presentes em suas formulações.

Devido aos *primers* sistemas autocondicionantes serem menos ácidos que o ácido fosfórico (URABE et al., 1997; WANG; SHIMADA; TAGAMI, 2004), sua ação foi questionada, principalmente em superfícies de esmalte sem preparo, onde foram observados baixos valores de resistência da união (KANEMURA; SANO; TAGAMI, 1999).

Por isso, alguns estudos recomendam o preparo mecânico do esmalte como forma de torná-lo mais receptivo à ação dos autocondicionantes (BARKMEIER; LOS; TRIOLO, 1995; KANEMURA; SANO; TAGAMI, 1999; HANNIG; REINHARDT; BOTT, 1999; PERDIGÃO; GERALDELI, 2003; TAY et al., 2004). Apesar disto, Kanemura, Sano e Tagami (1999) encontraram valores de resistência da união semelhantes para sistemas autocondicionantes e *etch&rinse*, em esmalte desgastado; Ibarra et al. (2002) não observaram diferenças para esmalte desgastado ou não. Provavelmente o modo com que o esmalte foi desgastado nestes estudos possa explicar as diferenças entre eles, pois enquanto Kanemura, Sano e Tagami (1999) utilizaram ponta de diamante, Ibarra et al. (2002) usaram lixa de carbeto de silício. O uso de ponta de diamante expõe camadas mais profundas do esmalte, comparativamente à lixa, logo, pode-se supor que o preparo do esmalte interfira na resistência da união obtida por sistemas autocondicionantes.

Além do preparo mecânico do esmalte, alternativas foram apontadas para minimizar a interferência da camada aprismática na ação e resistência da união produzida por autocondicionantes. Dentre elas, a aplicação ativa do condicionante, que poderia favorecer a

ação do *primer* (MARQUESINI JR et al., 2003), o aumento do tempo de aplicação do *primer* (FERRARI et al., 1997), a realização de condicionamento prévio do esmalte com ácido fosfórico para ampliar a profundidade da dissolução (LOPES et al., 2004; VAN MEERBEEK et al, 2003a). Apesar das alternativas apontadas, Oliveira et al. (2004) afirmaram que a ação dos *primers* autocondicionantes seria autolimitante, pois os minerais desprendidos neutralizam o ácido, à medida que a reação acontece. Isto seria reforçado pela evaporação do solvente, que propicia o aumento da viscosidade da solução e reduz a quantidade dos elementos ácidos disponíveis para reagir. Cabe ressaltar que a ação do ácido fosfórico no condicionamento também é autolimitante, mas a lavagem subsequente remove os produtos da dissolução e a superfície fica mais receptiva para o material resinoso.

Segundo Pashley e Tay (2001), a resistência coesiva do adesivo seria tão importante para determinar os valores de resistência da união dos autocondicionantes ao esmalte quanto à ação deles, aspecto este observado na forma de correlação positiva entre esses valores (TAKAHASHI et al., 2002). O fato da resistência coesiva do adesivo estar relacionada com as propriedades mecânicas do mesmo, é traduzido em preocupação que norteia estudos mais recentes sobre o tema (CARRILHO et al., 2004).

Van Meerbeek et al. (2003b) relataram a baixa resistência coesiva dos sistemas autocondicionantes, quando eles eram submetidos à tração, fato explicado por uma possível interferência da acidez na reação de polimerização. A polimerização deste material também estaria comprometida pela difusão do oxigênio, através da camada pouco espessa de adesivo, após a volatilização dos solventes.

A evolução dos sistemas adesivos, em especial dos autocondicionantes, foi direcionada no sentido de torná-los cada vez mais hidrofílicos, uma vez que seu mecanismo de ação depende da ionização dos monômeros acídicos, ou seja, da presença de água nas formulações. Com base nestas considerações, surge um novo questionamento sobre a

susceptibilidade deste material à degradação hidrolítica ao longo do tempo e o comprometimento da durabilidade das uniões formadas com o substrato dental (TAY et al., 2002; CARRILHO et al., 2004; YIU et al., 2004). Esta é uma das preocupações de estudos recentes envolvendo sistemas autocondicionantes.

A natureza hidrofílica do material favorece a sorção de água, a plastificação do polímero e reduz suas propriedades mecânicas de resistência (YIU et al., 2004). Supõe-se que, quanto maior o caráter hidrofílico do material, maior será a sua degradação (DE MUNCK et al., 2003; ORTENGREN et al., 2001) ao longo do tempo.

Há poucos estudos de durabilidade da união produzida por *primers* autocondicionantes em esmalte, e os resultados são controversos. Enquanto Peumans et al. (2005) relataram sucesso após dois anos de avaliação para o Clearfil SE Bond, um *self-etch* levemente ácido, Loguercio et al. (2006) observaram o deslocamento de restaurações Classe V realizadas com *primers* autocondicionantes ácidos, no caso, o sistema Tyrian SPE, num período de 6 meses de acompanhamento.

Embora estudos clínicos representem melhor o desempenho do material, sabe-se que eles são dispendiosos em tempo e custo. Como novos produtos chegam ao mercado rapidamente, é necessário considerar estudos laboratoriais, que permitam estimar ao menos a performance inicial, pois um material que se comportar desfavoravelmente *in vitro*, provavelmente não irá se comportar adequadamente *in vivo*.

Dentre os ensaios laboratoriais mais empregados no estudo da resistência de união, destaca-se o de microtração, assim denominado pelo tamanho diminuto dos corpos-de-prova utilizados. Os parelologramos ou “palitos” são obtidos por seções seriadas da área aderida, proporcionando regiões reduzidas para avaliação que permitem melhor distribuição das tensões e menor variação na homogeneidade do substrato. Logo, a incidência de fraturas coesivas fica minimizada, tornando possível mensurar de fato a resistência da união formada

entre os sistemas adesivos e o substrato dental (SANO et al., 1994; SHONO, 1999). Outra vantagem deste método incluem a possibilidade de avaliar a resistência da união em diferentes regiões do mesmo substrato (PASHLEY et al., 1999).

Após revisão da literatura pertinente ao tema, observa-se que o uso de adesivos autocondicionantes em esmalte ainda é um assunto controverso e não completamente esclarecido, aspecto que favorece a realização de mais estudos sobre o assunto.

3 PROPOSIÇÃO

A finalidade deste trabalho foi testar a hipótese que sistemas adesivos autocondicionantes aplicados ao esmalte, com ou sem desgaste, apresentam diferentes valores de resistência da união ao longo do tempo, assim como as características morfológicas do substrato e a qualidade da interface, em relação a sistemas adesivos que empregam o ácido fosfórico como etapa isolada.

4 MATERIAL E MÉTODOS

Com o intuito de facilitar a compreensão do texto, este capítulo será apresentado na forma de tópicos. O presente estudo foi aprovado pelo Comitê de Ética em Pesquisa da Faculdade de Odontologia da Universidade de São Paulo, sob o protocolo de número 208/03 (Anexo A).

4.1 Ensaio de resistência da união por microtração

Para esta parte do experimento, foram utilizados 45 terceiros molares. Os dentes, imersos em cloramina 0,5%, foram armazenados a 4°C por sete dias (DE WALD, 1997) e após remoção dos debris com curetas, permaneceram em água deionizada a 4°C até o início dos experimentos.

Foi realizada a profilaxia com suspensão aquosa de pedra-pomes. Os dentes foram seccionados no sentido mésio-distal (Figura 4.1), com disco de diamante (Blade XL 12235, Extec Corp, Enfield, CT, USA) em máquina de corte (Labcut 1010, Extec Corp, Enfield, CT, USA). As seções vestibular e lingual obtidas foram observadas em estereoscópio (HNV-2, Shimadzu, Tokyo, Japão), 100 vezes de aumento, para verificar a existência de trincas ou sinais prévios de desgaste, aspectos que levariam ao descarte da seção.

Figura 4.1 – Secionamento dos dentes separando as superfícies vestibular (V) e lingual (L)

Para a realização do procedimento adesivo, foram selecionados três sistemas adesivos *self-etch* de duas etapas, grupo teste, de acordo com a acidez dos *primers*: Clearfil SE Bond (Kuraray Medical Inc, Tokyo, Japan) de acidez moderada ($\text{pH} \approx 2$), OptiBond Solo Plus Self-Etch Primer (Kerr Co, Orange, CA, USA) de acidez intermediária ($\text{pH} \approx 1,5$), e Tyrian Self Priming Etchant (BISCO Inc, Schaumburg, IL, USA) de acidez severa ($\text{pH} < 1$). Para o grupos controle foram selecionados dois sistemas adesivos *etch&rinse* de duas e três etapas: Single Bond e Scotchbond Multi-Purpose Plus (3M ESPE, St Paul, MN, USA), respectivamente, que empregam o ácido fosfórico ($\text{pH} \approx 0,6$).

Os adesivos foram armazenados segundo instruções dos fabricantes, com os recipientes hermeticamente fechados, até a etapa restauradora. Depois de permanecerem em ambiente controlado (24°C de temperatura e 60% de umidade relativa) durante uma hora, foram aplicados às seções de esmalte (Quadro 4.1) por um único operador. O procedimento adesivo restaurador foi sempre realizado no terço médio das seções, por serem mais planas.

Sistema adesivo (Lote)	Composição	Aplicação
Clearfil SE Bond (00176A; 001185A)	1. <i>Primer</i> : água, MDP, HEMA, canforquinona, dimetacrilato hidrofílico 2.Adesivo: MDP, Bis-GMA, HEMA, canforquinona, dimetacrilato hidrofóbico, N-dietanol p-toluidina adesivo, sílica coloidal silanizada	a_1, c_1, d_1, c_1, f
OptiBond SOLO Self-Etching e SOLO Plus (205187; 203D20)	1. <i>Primer</i> : Alquil dimetacrilato, vidro de bário aluminoborosilicato, dióxido de silício, hexafluorsilicato de sódio e álcool etílico 2.Adesivo: Alquil dimetacrilato (25-28%), álcool etílico, água, estabilizadores e ativadores	$a_2, c_1, d_1, c_1, f_1, d_1, c_1, f_1$
Tyrian SPE e One Step Plus (200002694; 200004295)	1. <i>Primer</i> : ácido 2-Acrylamido-2-methyl propanosulfônico (2-15%), Bis-GMA, etanol (25-50%) 2.Adesivo: Bis-GMA, BPDm, HEMA, <i>Glass Frit</i> , iniciadores e acetona (40-70%)	a_3, c_1, d, c, f
Single Bond (2GM)	1. Ácido fosfórico 35% 2.Adesivo: Bis-GMA, HEMA, dimetacrilatos, copolímero de ácido polialquenoico, iniciadores, água e etanol	$a, b, c, e, c, f, e, c, f$
ScotchBond Multi Purpose Plus (3008; 7543)	1.Ácido fosfórico 37% 2. <i>Primer</i> – solução aquosa de HEMA, copolímero de ácido polialquenoico; 3.Adesivo: Bis-GMA, HEMA, dimetacrilatos e iniciadores	$a, b, c, e_1, c, e_2, c, f$
Seqüência de aplicação: a – condicionar com ácido fosfórico a 35%, em gel (3M Espe, St Paul, MN, USA) durante 15s; a₁ – aplicar duas camadas de <i>primer</i> sob leve agitação (20s); a₂ – aplicar uma camada de <i>primer</i> sob leve agitação (15s); a₃ – misturar os frascos A e B e aplicar duas camadas, sob leve agitação (10s); b – lavar (15s); c – secar (10s); c₁ – secar por 10s (inicialmente a 20 cm de distância, aproximando gradualmente até obter uma superfície uniforme e brilhante); d – aplicar duas camadas consecutivas do adesivo esfregando cada uma por 10s; d₁ – aplicar uma camada de adesivo (15s); e - aplicar uma camada do <i>primer</i> + adesivo (10s com leve agitação) e remover o excesso; e₁ – aplicar uma camada do <i>primer</i> (10s com leve agitação); e₂ - aplicar uma camada do adesivo (10s com leve agitação); f – fotoativar (10s - 600mW/cm ²); f₁ – fotoativar (20s - 600mW/cm ²).		

Quadro 4.1 – Sistemas adesivos utilizados e modo de aplicação

As seções vestibulares e linguais/palatinas dos dentes foram aleatoriamente divididas em três grupos (n=30), para receber os seguintes tratamentos na superfície do esmalte (Figura 4.2):

- Grupo 1:* profilaxia com suspensão aquosa de pedra-pomes e escova tipo Robinson, tratamento realizado em todos os dentes;
- Grupo 2:* abrasão com lixa de carbeto de silício (SiC) # 60 (Norton, Acquaflex, Saint-Gobain Abrasives, São Paulo, SP, BR), sob refrigeração, durante 60s;
- Grupo 3:* desgaste com pontas de diamante. Inicialmente, foram feitos sulcos para orientar o desgaste de 0,5mm com ponta #4142, tamanho médio de partículas igual a 100 μm , (KG Sorensen, Barueri, SP, BR), montada em alta rotação e sob refrigeração. Em seguida, os sulcos foram aplainados com ponta #4138, tamanho médio das partículas igual a 46 μm , (KG Sorensen, Barueri, SP, BR).

Figura 4.2 - Preparo das seções: A- profilaxia; B- Lixa 60; C- Ponta #4142 para confecção de sulcos de orientação com 0,5mm de profundidade; D – Ponta #4138 para aplainar os sulcos

Cada um dos grupos foi subdividido em cinco subgrupos para a aplicação dos cinco sistemas adesivos e os grupos foram armazenados em água deionizada a 37°C (Diagrama 4.1), até o momento do procedimento adesivo.

Diagrama 4.1 – Delineamento experimental para o ensaio de microtração

Atenção especial foi dada para assegurar que as superfícies de esmalte estivessem cobertas pelos monômeros após a evaporação dos solventes (superfície brilhante) e antes da fotoativação, com aparelho VIP (BISCO Inc, Schaumburg, IL, USA). Em seguida foram construídos “blocos” com resina composta (Filtek Z250, 3MESPE, St Paul, MN, USA) em incrementos de 1mm de espessura, sendo individualmente fotoativados ($600\text{mW}/\text{cm}^2$) durante 30s cada um (Figura 4.3A).

Após armazenagem em água deionizada a 37°C durante 24h, as seções restauradas foram secionadas pela interface de união nas direções “x” e “y” (Figura 4.3B e 4.3C), com

disco de diamante (Blade XL 12235) em máquina de corte (Labcut 1010), obtendo-se corpos-de-prova (cp) no formato de paralelogramo (“palitos”) com área transversal de aproximadamente $0,8 \text{ mm}^2$.

Figura 4.3 - Confecção dos cp para o ensaio de microtração. A- Bloco de resina composta preparado no 1/3 médio da seção; B- Primeiro corte; C- Segundo corte, perpendicular ao primeiro; D- Dispositivo “garra de Geraldini” utilizado para a fixação do cp.

Os cp por sua vez foram divididos para o ensaio de microtração nos tempos 24h, 6 e 12 meses. Os espécimes dos tempos de 6 e 12 meses permaneceram armazenados em água deionizada a 37°C até o ensaio mecânico. Não houve troca do meio de armazenagem durante esse período (KITASATO et al., 2000).

Os cp perdidos prematuramente (PP) no procedimento de corte foram considerados para o cálculo da resistência de união (RU). Os demais cp foram observados em estereoscópio, 100 vezes de aumento, para verificar a qualidade da adesão e a

perpendicularidade das interfaces com o longo eixo nos quatro lados do cp. Os cp com interfaces inclinadas não foram submetidos ao ensaio mecânico. A seção transversal de cada cp foi mensurada com paquímetro digital (Absolute Digimatic, Mitutoyo, Tokyo, JP) com precisão de 0,01 mm. Os valores em kgf obtidos no momento da ruptura da união foram anotados para o cálculo do valor da RU em MPa.

Os cp foram individualmente fixados ao dispositivo denominado “garra de Geraldeli” (PERDIGÃO et al., 2002) – Figura 4.3D, com o auxílio de um adesivo a base de cianoacrilato (Loctite Super Bonder Gel, Henkel Ltda., Itapevi, SP, BR), e submetidos ao ensaio de microtração em máquina para ensaio universal (Emic, São José dos Pinhais, PR, BR), com velocidade de 0,5 mm/min.

Os modos de fratura foram observados em estereoscópio, 400 vezes de aumento, e classificados em: coesivo (fratura em esmalte ou resina composta, exclusivamente), adesivo/misto (separação da interface resina/esmalte ou presença de esmalte e resina adjacentes à interface, respectivamente).

Foi calculado um índice de resistência da união (IRU), com valores em MPa, para cada grupo (REIS et al., 2003). Este índice consiste na média ponderada dos valores de RU mensurados e considera a contribuição relativa dos modos de fratura observados em cada grupo, segundo a equação abaixo.

$$\text{IRU:} \quad I_t = (B_{A/M} \times \%_{A/M}) + (C_D \times \%_D) + (C_R \times \%_R) + (B_{DS} \times \%_{DS}) / 100$$

onde:

$B_{A/M}$ Valor médio de RU dos cp com fratura adesiva/mista;

$\%_{A/M}$ Percentagem de cp com fratura adesiva/mista;

C_D Valor médio de resistência coesiva em esmalte;

$\%_D$ Percentagem de cp com fratura coesiva em esmalte;

- C_R Valor médio da resistência coesiva em resina composta;
- $\%_R$ Percentagem de cp com fratura coesiva em resina composta;
- B_{DS} Valor médio da resistência de união atribuída aos cp com perda prematura;
- $\%_{DS}$ Percentagem de cp com fratura prematura.

A resistência coesiva da resina composta e a resistência coesiva do esmalte foram consideradas como os valores médios de todos os cp (de cada dente) que fraturaram no modo coesivo. O valor médio atribuído aos cp com fratura prematura foi arbitrário e correspondeu a aproximadamente metade do menor valor observado de RU mensurado no estudo (4MPa aproximadamente).

A análise estatística dos valores obtidos do IRU considerou como unidade experimental o dente. Para avaliar o efeito do material (cinco níveis), armazenagem (três níveis) e tratamento (três níveis), os dados foram submetidos aos testes de ANOVA e Tukey, para contraste entre as médias ($\alpha = 0,05$).

4.2 Análise em microscopia eletrônica de varredura (MEV)

4.2.1 padrão de condicionamento

Para observar o efeito dos condicionadores (*primers* autocondicionantes e ácido fosfórico) (Quadro 4.1) nas superfícies vestibular e lingual (após profilaxia, abrasão com lixa ou desgaste por ponta de diamante), outros 12 molares permanentes foram seccionados no

sentido mésio-distal, como descrito para RU, sendo que para cada condição foram usadas duas seções. Para fins de comparação, também foram observados os efeitos isolados da profilaxia, abrasão por lixa e desgaste com ponta de diamante em outros três molares (seis seções) - vide Diagrama 4.2.

Diagrama 4.2 – Delineamento experimental para análise do padrão de condicionamento

Foi confeccionada uma canaleta no verso de cada seção, com disco de diamante (7020, KG Sorensen, São Paulo, SP, BR) montado em peça de mão, em baixa rotação e sob refrigeração contínua (Kavo, São Paulo, BR), para facilitar posterior clivagem e análise do padrão de condicionamento em vista sagital, comparativamente à análise nas superfícies.

Após profilaxia com suspensão aquosa de pedra-pomes e escova tipo Robinson em todas as seções, parte delas foi abrasionada com lixa de carbeto de silício (SiC) #60 ou desgastada por pontas de diamante, como descrito para o ensaio de microtração. Em seguida, foram condicionadas com ácido fosfórico a 35% ou com os *primers* autocondicionantes

(Quadro 4.1). O ácido fosfórico e os produtos da reação com a hidroxiapatita foram removidos com água da seringa tríplice durante 15s. Os monômeros dos *primers* foram removidos com banhos sucessivos (DARONCH et al., 2003) em etanol e acetona P.A. (REVITEC Produtos para Laboratórios Imp e Exp Ltda, São Paulo, SP, BR). Então, foi realizada a clivagem das superfícies pelas canaletas, prendendo cada lado da seção com duas pinças de Alis (Duflex, SSWhite, Rio de Janeiro, BR), e os espécimes permaneceram em desumidificador contendo sílica gel durante 12 horas. Decorrido este período, os espécimes foram colados em suportes de alumínio (*stubs*), cobertos com ouro (Balzers SCD 050 Sputter Coater, Bal-Tec, Germany) e observados em microscópio eletrônico de varredura (PHILLIPS XL 30, Eindhoven, Netherlands, 15kv).

4.2.2 interface de união

A observação das interfaces de união foi realizada para os períodos de 24h, 6 e 12 meses de armazenagem em água deionizada a 37°C, para o esmalte tratado por profilaxia e abrasão com lixa de SiC#60. Foram utilizadas as superfícies vestibular e lingual de 30 terceiros molares, secionados no sentido mésio-distal, conforme delineamento experimental ilustrado no Diagrama 4.3.

Diagrama 4.3 – Delineamento experimental para análise da interface de união

Após realizar os procedimentos de preparo das superfícies, de adesão, e da construção dos “blocos” com resina Filtek Z250, conforme descrito em item anterior, os espécimes foram armazenados por 24h em água deionizada a 37°C. Em seguida, foram feitos cortes perpendiculares às interfaces de união com disco (Blade XL 12235), em máquina de corte (Labcut 1010). As interfaces de união expostas pelo corte para a observação em 24h foram preparadas para MEV; aquelas correspondentes aos períodos de 6 e 12 meses permaneceram em água deionizada a 37°C, como descrito para o ensaio de microtração.

As interfaces para análise em MEV foram preparadas da seguinte forma: 1) acabamento com lixa de carbetto de silício #1200 (Buhler, Lake Bluff, USA) sob refrigeração; 2) polimento com pastas de diamante de 6, 3, 1, e 0,25µm e panos embebidos em água (Ultra Pad e Ultra Pol) (Buhler, Lake Bluff, USA); 3) os resíduos foram removidos, a cada troca de abrasivos, imergindo os espécimes em água deionizada num aparelho de ultra-som (Thorton, INPEC Eletrônica Ltda., Vinhedo, São Paulo, BR), por 5 minutos; 4) a interface foi

desmineralizada com solução de ácido fosfórico a 50% (REVITEC Produtos para Laboratórios Imp e Exp Ltda, São Paulo, SP, BR) durante 5s, lavada abundantemente com água corrente, imersa em NaOCl a 1% (REVITEC Produtos para Laboratórios Imp e Exp Ltda, São Paulo, SP, BR), por 10min, e lavadas em água corrente. Os espécimes permaneceram em desumidificador contendo sílica gel por 12 horas; seguiram-se cobertura com ouro e observação em MEV.

5 RESULTADOS

5.1 Ensaio de resistência da união por microtração

Inicialmente verificou-se a homogeneidade das medidas relativas às áreas de seção transversal (mm^2) dos corpos-de-prova, por meio de análise de variância. Os valores variaram entre 0,72 e 0,78 mm^2 , não tendo sido detectada diferença significativa entre os grupos testados ($p>0,05$). A ausência de discrepâncias nos valores médios das áreas sugere que não houve interferência deste aspecto na resistência da união.

Na Tabela 5.1 estão apresentados os número de corpos-de-prova ensaiados e perdidos prematuramente, para todas as condições do experimento.

Tabela 5.1 – Número de corpos-de-prova ensaiados / perdidos prematuramente

Adesivo	Profilaxia			Lixa			Ponta de diamante		
	24h	6m	12m	24h	6m	12m	24h	6m	12m
CSE	14/05	12/02	15/04	13/00	11/01	12/02	11/02	15/02	14/02
OP	12/03	12/02	12/01	11/00	13/00	12/02	13/03	12/00	14/01
TY	12/03	14/04	16/02	13/04	12/02	13/01	11/03	12/00	15/04
SBMP	14/04	12/02	11/04	12/02	13/01	09/02	12/04	14/03	16/01
SB	12/03	12/02	12/01	11/00	13/00	12/02	13/03	12/00	14/01

Na Tabela 5.2 estão resumidos os valores médios do índice de resistência da união (IRU) dos Adesivos, considerando também os Tratamentos e a Armazenagem.

Os resultados não indicaram efeitos das interações Tratamento x Armazenagem ($p=0,0600$), Adesivo x Tratamento ($p=0,1207$), Adesivo x Armazenagem ($p=0,0803$), Adesivo x Tratamento x Armazenagem ($p=0,4555$). Para o fator Adesivo houve diferenças significativas entre as respostas médias obtidas com os produtos avaliados ($p=0,0000$), independentemente do Tratamento e da Armazenagem.

Também não foram observados efeitos dos fatores Tratamento ($p=0,5585$) e Armazenagem ($p=0,0570$). Assim, é possível afirmar que, independentemente do Adesivo, não houve diferenças significativas entre as respostas médias obtidas.

Tabela 5.2 Valores médios ajustados de IRU $\pm$ desvios padrões (MPa), e análise estatística dos valores de cada condição experimental (*)

Armazenagem	24h	6m	12m	24h	6m	12m	24h	6m	12m
Tratamento / Adesivo	Profilaxia			Lixa			Ponta de diamante		
CSE	18,7 $\pm$ 4,6 ^{a,b}	21,7 $\pm$ 1,7 ^{a,b}	17,2 $\pm$ 4,4 ^{a,b}	22,7 $\pm$ 1,8 ^{a,b}	20,7 $\pm$ 5,1 ^{a,b}	18,3 $\pm$ 2,9 ^{a,b}	19,9 $\pm$ 4,1 ^{a,b}	21,9 $\pm$ 4,0 ^{a,b}	18,2 $\pm$ 4,0 ^{a,b}
OP	7,8 $\pm$ 1,5 ^c	11,1 $\pm$ 3,0 ^c	6,4 $\pm$ 3,1 ^c	13,7 $\pm$ 3,1 ^c	9,8 $\pm$ 1,9 ^c	8,2 $\pm$ 2,6 ^c	12,2 $\pm$ 2,4 ^c	14,3 $\pm$ 2,1 ^c	9,2 $\pm$ 1,8 ^c
TY	10,9 $\pm$ 3,2 ^c	12,8 $\pm$ 1,5 ^c	9,2 $\pm$ 2,5 ^c	12,8 $\pm$ 1,6 ^c	11,9 $\pm$ 2,2 ^c	10,2 $\pm$ 2,7 ^c	9,6 $\pm$ 4,2 ^c	10,2 $\pm$ 3,7 ^c	6,7 $\pm$ 2,9 ^c
SBMP	22,7 $\pm$ 5,2 ^{a,b}	23,2 $\pm$ 1,3 ^{a,b}	17,2 $\pm$ 2,8 ^{a,b}	24,8 $\pm$ 1,5 ^a	23,7 $\pm$ 4,2 ^a	19,2 $\pm$ 2,5 ^{a,b}	18,6 $\pm$ 3,3 ^{a,b}	19,6 $\pm$ 3,1 ^{a,b}	17,3 $\pm$ 3,4 ^{a,b}
SB	26,7 $\pm$ 4,6 ^a	22,4 $\pm$ 2,2 ^{a,b}	21,4 $\pm$ 3,3 ^{a,b}	22,0 $\pm$ 2,3 ^{a,b}	21,7 $\pm$ 3,6 ^{a,b}	18,3 $\pm$ 2,9 ^{a,b}	26,0 $\pm$ 5,1 ^a	24,1 $\pm$ 4,6 ^a	22,1 $\pm$ 4,2 ^{a,b}

(*) Letras iguais indicam médias semelhantes ($p > 0,05$).

Desta forma, os fatores Tratamento e Armazenagem deixaram de ser considerados nos cálculos seguintes, e os dados de cada um dos grupos Tratamento e Armazenagem passaram a ser tratados em conjunto. Na Tabela 5.3 estão resumidas as médias de resistência da união, considerando apenas o fator Adesivo.

Tabela 5.3 - Valores médios ajustados de IRU $\pm$ desvios padrões (MPa), e análise estatística dos valores de cada sistema adesivo testado (*)

Adesivo	RU
CSE	$19,9 \pm 3,6^{a,b}$
OP	$10,3 \pm 2,4^c$
TY	$10,4 \pm 2,7^c$
SBMP	$20,7 \pm 3,0^{a,b}$
SB	$22,7 \pm 3,6^a$

(*) Letras iguais indicam médias semelhantes ($p > 0,05$)

De maneira geral, os menores valores (MPa) foram observados para os sistemas Tyrian Self Priming Etching + One Step Plus ($10,4 \pm 2,7$) e OptiBond Solo Self Etching Primer + OptiBond Solo Plus ($10,3 \pm 2,4$), que são similares entre si e inferiores aos demais [Clearfil SE Bond ($19,9 \pm 3,6$), ScotchBond Multi Purpose Plus ($20,7 \pm 3,0$) e Single Bond ($22,7 \pm 3,6$)], por sua vez, similares entre si.

A análise dos modos de fratura mostrou que elas foram predominantemente mistas (> 60%).

5.2 Análise em microscopia eletrônica de varredura (MEV)

5.2.1 padrão de condicionamento

Das micrografias obtidas na observação em microscopia eletrônica de varredura, foram selecionadas as mais representativas para ilustrar este capítulo.

Numa primeira etapa foram observados os efeitos isolados do Tratamento, ou seja, da profilaxia, da abrasão por lixa, e do desgaste por ponta de diamante na superfície do esmalte (Figura 5.1).

O esmalte apresenta superfície predominantemente lisa com sulcos que variam de rasos, após a profilaxia, a profundos e nítidos, após o emprego da lixa e da ponta de diamante. A camada de esfregaço se faz presente após o uso das lixas e das pontas, encobrindo de forma parcial alguns prismas que alcançam a superfície. Quando se observam as micrografias em vista sagital, é possível verificar que a camada aprismática só parece ter sido removida pelo emprego da ponta de diamante (Figura 5.1).

Figura 5.1 - Efeito dos diferentes tratamentos no esmalte. a) vista da superfície após profilaxia: não houve condicionamento; defeito localizado (seta preta); b) vista sagital de a): camada aprismática (seta branca) e região prismática (seta preta); c) vista da superfície após abrasão com lixa: sulcos (seta preta) e camada de esfregaço, com cabeça de prisma exposta (seta branca); d) vista sagital de c): esmalte aprismático (seta branca) e prismas fraturados obliquamente (seta preta); e) vista da superfície após desgaste por ponta de diamante: esfregaço (seta branca) e prismas expostos (seta preta); f) vista sagital de e): prismas de esmalte alcançam a superfície (seta branca)

Em seguida foram observados os efeitos da aplicação do ácido fosfórico, agente condicionador dos sistemas adesivos SBMP e SB, após os tratamentos realizados (Figura 5.2). Independente do tratamento do esmalte, foi observada a remoção completa da camada de esfregaço (*smear layer*) pelo ácido e a exposição de prismas de esmalte. O condicionamento seletivo do centro dos prismas (padrão Tipo I) e da periferia dos prismas (padrão Tipo II) aparece entre regiões sem padrão de condicionamento específico (Tipos IV e V).

Figura 5.2 – Efeito do ácido fosfórico a 35% nas superfícies do esmalte: a) após profilaxia: condicionamento do centro do prisma (seta branca); da periferia do prisma (seta preta) e “*pit*”; b) após lixa, mesmas estruturas descritas em a), o asterisco branco mostra padrão não específico; c) após ponta de diamante: dissolução seletiva de prismas, padrão tipo I (seta branca)

Finalmente, observaram-se o efeito da aplicação dos *primers* autocondicionantes, agentes condicionadores dos sistemas adesivos CSE, OP e TY (Figuras 5.3 a 5.5). O padrão de condicionamento variou com o tratamento do esmalte e o material.

As superfícies de esmalte condicionadas com o *primer* do sistema CSE mostram depressões discretas (Figura 5.3). É possível observar, com maior nitidez no esmalte tratado por profilaxia (a), depressões localizadas, numa superfície predominantemente lisa, enquanto que nos demais tratamentos estas características estão menos destacadas.

Figura 5.3 - Efeito do *primer* autocondicionante do sistema CSE nas superfícies de esmalte: a) após profilaxia, b) após lixa, c) após ponta de diamante. a) sulcos (seta branca) e depressões (seta preta); b) a seta branca aponta remanescente de *smear layer* e a seta preta para depressões discretas; c) prismas de esmalte expostos (setas brancas)

As superfícies de esmalte condicionadas com o *primer* do sistema OP (Figura 5.4), de acidez intermediária, mostram depressões localizadas e sulcos (Figura 5.4a) entre áreas aparentemente lisas, características mais evidentes no esmalte abrasionado por lixa (Figura 5.4b) e desgastado por ponta de diamante (Figura 5.4c), ao contrário do observado na Figura 5.3, onde o padrão de condicionamento ficou mais evidente no esmalte tratado por profilaxia.

Figura 5.4 - Efeito do *primer* autocondicionante do sistema OP nas superfícies de esmalte: a) após profilaxia, b) após lixa, c) após ponta de diamante; a) sulcos (seta branca) e depressões discretas (seta preta); b) depressões mais evidentes (seta branca) e regiões não condicionadas (asterisco branco); c) superfície sem condicionamento (asterisco branco) e depressões (seta branca)

As superfícies de esmalte condicionadas com o *primer* do sistema TY (Figura 5.5), de acidez severa, mostram mais depressões, comparativamente aos outros autocondicionantes, no esmalte tratado por profilaxia (Figura 5.5a) e ponta de diamante (Figura 5.5c). Áreas sem característica específica de condicionamento (Figura 5.5b) também foram observadas.

Figura 5.5 - Efeito do *primer* autocondicionante do sistema TY nas superfícies de esmalte: a) após profilaxia, b) após lixa, c) após ponta de diamante; a) dissolução grande e localizada (seta preta) e dissolução superficial – padrão IV (seta branca); b) dissolução sem padrão definido (seta branca) e depressões discretas (seta preta); c) padrão IV, dissolução pontual (seta branca) e prismas de esmalte (seta preta)

A análise das micrografias mostrou que, independente do tratamento do esmalte e do pH do agente condicionador, nenhum dos *primers* autocondicionantes estudados expôs os prismas de esmalte como fez o ácido fosfórico.

5.2.2 interface de união

As micrografias das Figuras 5.6 e 5.7 mostram a qualidade das interfaces de união para os sistemas adesivos SBMP e SB respectivamente, após profilaxia (Figuras 5.6a, 5.6b, 5.6c) e abrasão com lixa (Figuras 5.6d, 5.6e, 5.6f), nos três períodos de armazenagem. Observa-se boa adaptação do material ao esmalte, com presença de prolongamentos de resina, independente do tratamento do esmalte (profilaxia ou abrasão por lixa).

As mesmas características morfológicas foram observadas em 24h (Figuras 5.6a e 5.6d), 6 meses (Figuras 5.6b e 5.6e) e 12 meses de armazenagem (Figuras 5.6c e 5.6f).

Figura 5.6 - Interfaces de união do sistema SBMP ao esmalte após profilaxia (a,b,c) e abrasão por lixa (d,e,f), em 24h (a,d), 6 meses (b,e) e 12 meses (c,f) de armazenagem. Observa-se boa adaptação do material ao esmalte e formação de prolongamentos de resina (seta preta)

Figura 5.7 - Interfaces de união do SB ao esmalte após profilaxia (esquerda) e abrasão por lixa (direita), em 24h, 6 e 12 meses de armazenagem (de cima para baixo). Observa-se boa adaptação do material ao esmalte e formação de prolongamentos de resina (seta preta)

A interface de união criada pelo CSE (Figura 5.8), o sistema autocondicionante menos ácido dos estudados, mostra que houve boa adaptação ao esmalte, exceto para o esmalte abrasionado e em 12 meses de armazenagem, onde se nota a desadaptação do material ao esmalte (Figura 5.8f). Nas demais condições, observam-se prolongamentos de resina (Figura 5.8b e Figura 5.8d).

As interfaces de união dos sistemas OP (Figura 5.9) e TY (Figura 5.10), os autocondicionantes mais ácidos, apresentam menor qualidade, comparativamente aos demais sistemas adesivos estudados, em todos os períodos de armazenagem e condições de tratamento do esmalte.

A má adaptação do OP (Figuras 5.9 a, 5.9d, 5.9e, 5.9f) e do TY (Figuras 5.10a a 5.10f) ao esmalte ficou evidenciada pela presença de fendas. No caso do OP, após profilaxia do esmalte em 6 e 12 meses de armazenagem, ocorreu a separação completa entre resina composta e esmalte, e a observação da reprodução em resina destas amostras mostrou regiões predominantemente lisas, sem prolongamentos de resina (Figuras 5.9b e 5.9c).

Figura 5.8 - Interfaces de união do CSE ao esmalte após profilaxia (a,b,c) e abrasão por lixa (d,e,f), em 24h (a,d), 6 meses (b,e) e 12 meses (c,f) de armazenagem. Observa-se boa adaptação do material ao esmalte, prolongamentos de resina (seta preta), exceto no esmalte abrasionado por lixa em 12 meses de armazenagem, onde se nota fenda na interface

Figura 5.9 - Interfaces de união do OP ao esmalte após profilaxia (a,b,c) e abrasão por lixa (d,e,f), em 24h (a,d), 6 meses (b,e) e 12 meses (c,f) de armazenagem. Fendas podem ser observadas nas interfaces para a maioria das condições; no esmalte após profilaxia, aos 6 e 12 meses, observa-se a ausência de prolongamentos de resina nas imagens das reproduções de resina (ocorreu separação entre restauração e esmalte, nestas condições)

Figura 5.10 - Interfaces de união do TY ao esmalte após profilaxia (a,b,c) e abrasão por lixa (d,e,f), em 24h (a,d), 6 meses (b,e) e 12 meses (c,f) de armazenagem (de cima para baixo). Fendas podem ser observadas em todas as condições

6 DISCUSSÃO

O estudo da durabilidade da união ao esmalte é um aspecto importante das pesquisas com sistemas adesivos, especialmente diante da grande variedade de produtos existentes atualmente no mercado. A união ao esmalte é entendida como um procedimento clinicamente estável (KUGEL; FERRARI, 2000), quando se utilizam adesivos *etch&rinse* (STRASSLER, 2003). Contudo, há poucos estudos sobre a durabilidade da união formada entre o esmalte e sistemas adesivos autocondicionantes (BRACKETT et al., 2002; PEUMANS et al., 2005; SADR et al., 2006). Por isso, uma das propostas deste estudo foi a de avaliar a resistência da união de *primers* autocondicionantes, com vários pH, ao esmalte desgastado ou não e ao longo de 12 meses. Esta análise foi complementada pela observação de aspectos da micromorfologia das superfícies condicionadas e das interfaces de união formadas.

Os resultados mostraram que a resistência da união foi influenciada, de forma significativa, pelo sistema adesivo utilizado, ou seja, as características do substrato não interferiram nos valores de resistência, confirmando, assim, parte da hipótese proposta.

Os valores mais elevados de resistência da união foram observados para ScotchBond Multi Uso Plus e Single Bond, da técnica *etch&rinse*. No caso dos *self-etch*, o melhor desempenho foi apresentado pelo Clearfil SE Bond, o sistema de *primer* menos ácido dos estudados. Esses achados concordam com a literatura existente sobre sistemas adesivos, isto é, os sistemas que envolvem o condicionamento ácido como etapa isolada, mesmo com os problemas inerentes à aplicação em dentina, ainda são o material que apresenta melhor desempenho imediato e a longo prazo (DE MUNCK et al., 2005).

Uma primeira análise deste resultado parece evidenciar que para os sistemas *self-etch* a acidez dos condicionantes comprometeu seu desempenho na união ao esmalte, uma vez que

os sistemas de acidez moderada (OptiBond SOLO Self Etching Primer) e severa (Tyrian Self Priminf Etching) resultaram nos menores valores de resistência da união. Outros estudos mostraram que a acidez do condicionante não seria um fator que, por si, que levaria a valores de resistência da união aceitáveis (PASHLEY; TAY, 2001; IBARRA et al., 2002; CHO; DICKERS, 2004).

O pior desempenho de alguns sistemas autocondicionantes acídicos tem sido explicado na literatura por uma possível interferência da acidez dos *primers* com a reação de polimerização do adesivo (SANARES et al., 2001). Nesta linha de raciocínio, foi ressaltada a baixa estabilidade hidrolítica de grupos metacrilato, presentes em alguns sistemas adesivos, em meio ácido (MOSZNER; SALZ; ZIMMEMANN, 2005). Os autores descreveram que a hidrólise da ligação éster de metacrilatos, como o HEMA, seria influenciada pela temperatura de armazenagem do material, quando o pH da solução é ácido (menor que 2).

Ao observar a composição dos *primers* autocondicionantes estudados, percebe-se que o HEMA está presente no Clearfil SE Bond (pH=2) e no Tyrian Self Priming Etching (pH<1). O menor valor de resistência da união observado para o Tyrian SPE, comparativamente ao Clearfil SE, poderia ser justificado pela hidrólise do HEMA na solução ácida do *primer*. O fato do Clearfil SE ter apresentado valor de resistência da união semelhante ao dos sistemas *etch&rinse* utilizados neste estudo, reforça a hipótese. Para o ScotchBond Multi Uso Plus e Single Bond, esta incompatibilidade não existe, pois o condicionamento ácido é realizado previamente à aplicação do *primer* e adesivo, o que exige a etapa de lavagem e secagem entre as etapas.

O excelente desempenho observado neste estudo para o Clearfil SE Bond foi relatado em estudos *in vitro* (KAADEN et al., 2002) e *in vivo* (PEUMANS et al., 2005; NISHIYAMA et al., 2004). A explicação mais aceita para essa performance diz respeito à possível união química, adicional ao mecanismo de retenção micromecânica, entre o monômero MDP e a

hidroxiapatita (YOSHIDA et al., 2004; FUKEGAWA et al., 2006). Contudo, Sadr et al. (2006) observaram o aumento da acidez das soluções condicionantes dos sistemas Clearfil SE Bond e Clearfil tri-S Bond (versão de uma etapa do SE Bond), bem como a diminuição da resistência da união por microcissalhamento, quando os produtos foram armazenados em temperatura de 37°C, em período de até 14 meses.

Outra explicação para o pior desempenho de alguns sistemas autocondicionantes na resistência da união reside no elevado conteúdo de água e solventes em suas formulações (JACOBSEN; SÖDERHOLM, 1995; CHO; DICKENS, 2004). Um dos aspectos ressaltados pelos autores diz respeito à pequena espessura da camada de adesivo que permanece após a evaporação dos solventes, que inibiria a polimerização devido ao contacto com o oxigênio. Outra justificativa aponta para a maior ionização dos monômeros acídicos quando o teor de água estiver entre 10 a 20% em peso (HIRAISHI et al., 2005), uma aparente vantagem no sentido de aumentar o potencial de desmineralização dos substratos. Porém, em contrapartida, haveria o comprometimento da resistência da união imediata e ao longo do tempo (INOUE et al., 2003; DE MUNCK et al., 2003; VAN MEERBEEK et al., 2003b). A presença de água durante a polimerização diminui a conversão dos monômeros em polímeros (PAUL et al., 1999; JACOBSEN; SÖDERHOLM, 1995) e reduz as propriedades mecânicas (CARRILHO et al., 2005).

No caso do sistema Tyrian SPE, os baixos valores de resistência da união podem ser explicados pelo elevado conteúdo de solventes presentes no *primer* (etanol e água). Segundo Pashley et al. (1998), a pressão de vapor destes solventes seria diminuída pelos íons cálcio e fosfato que saturam a solução do *primer*, à medida que a ionização progride. Este fato levaria inevitavelmente à incompleta evaporação dos solventes, que, no caso do Tyrian SPE, seria agravado pelo sistema adesivo One Step Plus, aplicado em sequência, pois este possui acetona como solvente. A evaporação incompleta da acetona diminui o grau de conversão dos

monômeros, com prejuízo para a polimerização do material (CHO; DICKERS, 2004; DICKERS; CHO, 2005). Ainda, Inoue et al. (2003) observaram que sistemas adesivos a base de acetona tendem a produzir camadas mais finas de adesivo, que inibidas pelo oxigênio resultam em valores reduzidos de resistência da união. Resultados semelhantes ao observado no presente estudo foram relatados anteriormente para esta associação (CAN SAY et al., 2006; KENSHIMA et al., 2005; REIS et al., 2005; LOGUERCIO et al., 2006), que parece ser desastrosa.

Entre os sistemas autocondicionantes estudados, o único que não apresenta HEMA em sua composição é o OptiBond SOLO Self Etching Primer. Logo, apesar de ser de acidez moderada, os baixos valores de resistência da união para ele observados não podem ser explicados pela hidrólise do HEMA, como aconteceu para o Tyrian SPE, mas sim pela evaporação incompleta dos solventes. Este sistema adesivo possui etanol no *primer*, e etanol e água no adesivo, aplicado em seqüência. A evaporação incompleta de solventes é um problema que foi relatado até mesmo para solventes com maior pressão de vapor que o etanol (DICKERS; CHO, 2005). Estudos anteriores mostraram o pior desempenho de sistemas autocondicionantes de acidez moderada e severa (DE MUNCK et al., 2003; INOUE et al., 2003), aspecto este confirmado pelos resultados deste estudo.

Dos autocondicionantes estudados, o Clearfil SE Bond é o único que não apresenta solventes no adesivo, o que talvez seja outro motivo para o bom desempenho observado neste estudo. Esta característica implica na ausência dos problemas relatados para os adesivos mais acídicos e reforça o que afirmaram Pashley e Tay (2001), sobre a importância da resistência coesiva do adesivo na resistência da união de sistemas autocondicionantes ao esmalte. Takahashi et al. (2002) confirmaram a existência de correlação entre a resistência coesiva do material e os valores de união produzida. Provavelmente, também por este motivo, o Clearfil SE Bond tenha apresentado comportamento semelhante aos *etch&rinse* avaliados.

Outro fator analisado neste estudo foi a armazenagem em água destilada, para avaliar a resistência da união ao longo de 12 meses. Não foi observada diferença nos valores de resistência da união para este parâmetro do estudo. Estes resultados podem ser explicados de duas maneiras: considerando o material utilizado e o substrato envolvido na adesão.

A união produzida por sistemas *etch&rinse* ao esmalte é tida como estável ao longo do tempo (FRANKENBERGER; KRAMER; PETSCHLT, 2000; DE MUNCK et al., 2005). Os resultados apresentados pelo ScotchBond Multi Uso Plus e Single Bond concordam com esta afirmativa, pois os valores de RU mantiveram-se ao longo dos 12 meses. Sabe-se que a adesão do material resinoso aos substratos dentais é um processo que envolve basicamente a substituição de mineral do esmalte e da dentina por monômeros resinosos, que ao polimerizar se imbricam mecânicamente nas irregularidades produzidas pelo condicionamento dos substratos, ou seja, formam a hibridização (NAKABAYASHI; KOJIMA; MASUHARA, 1982).

Numa revisão da literatura, De Munck et al. (2005) relataram que ScotchBond Multi Uso Plus e Single Bond (denominado ScotchBond 1 na Europa) são os adesivos *etch&rinse* mais estudados. Por apresentarem água e etanol na composição do *primer*, são considerados menos críticos para o controle da umidade do substrato dentinário, comparativamente aos sistemas que utilizam acetona ou etanol como solventes. Nesta revisão, o ScotchBond Multi Uso Plus, versão de três etapas, apresentou resultados excelentes de retenção e selamento marginal, em até 3 anos de acompanhamento clínico. Contribuiu para este resultado a aplicação da camada de adesivo hidrófobo, que elimina o problema relatado para a versão simplificada, ou seja, a evaporação incompleta de solventes. Sobre o Single Bond, versão de duas etapas, ele mostra resultados controversos entre os estudos, fato atribuído à variabilidade do operador no momento da aplicação dos adesivos. Os autores afirmam ainda que os

adesivos de três passos deste grupo podem ser considerados controle positivo para os estudos de durabilidade da união.

Para os sistemas autocondicionantes, a literatura tem reportado pior desempenho para os autocondicionantes ditos “todos em um” (DE MUNCK et al., 2003b; DE MUNCK et al., 2005), pelo elevado caráter hidrofílico de suas formulações. Por este motivo, na maioria dos estudos de durabilidade da união à dentina, foi observado o declínio dos valores de resistência da união (ARMSTRONG et al., 2003; REIS et al., 2005). Contrariamente, para os *primers* autocondicionantes, Peumans et al (2005) observaram o excelente comportamento clínico do Clearfil SE Bond ao longo de 2 anos. A manutenção dos valores de RU observada para o Clearfil SE Bond, observada neste estudo ao longo de 12 meses, parece confirmar esta informação da literatura.

Para os *self-etch* mais acídicos, OptiBond Self Etching Primer + OptiBond SOLO Plus, nem para o Tyrian Self Priming Etching + One Step Plus, não foi observada redução dos valores de resistência da união. Considerando a hidrofília destes sistemas e o já comentado sobre suas composições, era de se esperar que houvesse a diminuição de seus valores ao longo de 12 meses. Loguercio et al. (2006) observaram o comprometimento da durabilidade de restaurações Classe V realizadas com o sistema Tyrian Self Etching Primer + One Step Plus, com perda de restaurações em 6 meses de acompanhamento. O desempenho inferior do OptiBond SOLO Self Etching Primer + OptiBond SOLO Plus só foi reportado em estudos *in vitro*, em esmalte de dentes bovinos (LOPES et al., 2004) e em dentina (KENSHIMA et al., 2005; REIS et al., 2005). Isto indica que fatores não relacionados exclusivamente ao material possam ter influenciado os resultados da longevidade da união, no caso o substrato de esmalte.

Assim, considerando que, ao final da amelogênese o conteúdo orgânico do esmalte fica ao redor de 1% em peso (DEAKINS; VOLKER, 1941; LEFEVRE; MANLY, 1938),

pode-se inferir que no esmalte a degradação de material orgânico com o passar do tempo seja irrelevante, comparativamente à dentina. Ou que, também por isso, seria necessário realizar estudos com tempo mais longo de avaliação, para detectar alguma diferença nos parâmetros estudados. Dentre os poucos estudos de durabilidade da união ao esmalte com adesivos autocondicionantes, foi observada a diminuição da resistência da união, após o emprego de ciclos térmicos, outro método utilizado para simular o envelhecimento das restaurações (MIYAZAKI; SATO; ONOSE, 2000). Contudo, a redução observada *in vitro* não comprometeu o desempenho das restaurações acompanhadas *in vivo*, onde o Clearfil SE apresentou excelente retenção e selamento marginal ao longo de 24 meses (PEUMANS et al., 2005).

Os primeiros relatos de degradação da união do material resinoso ao dente foram reportados para a dentina e explicados pela possível degradação das fibras de colágeno, não encapsuladas pelo adesivo, na base da camada híbrida (SANO et al., 1995) e também pela degradação hidrolítica do polímero formado, após sorção de água (SANTERRE; SHAJII; LEUNGI, 2001). Estas hipóteses eram reforçadas por estudos clínicos que mostravam a estabilidade da união observada em esmalte, em períodos de acompanhamento de pelo menos nove anos (QVIST; STROM, 1993; HOUP; FUKUS; EIDELMAN, 1994). Contudo, no esmalte é preciso considerar que os procedimentos adesivos geralmente ocorrem em campo seco e com material hidrofóbico, situação diferente da observada para a adesão em dentina (CARVALHO et al., 2004).

Outro fator estudado foi o tratamento superficial do esmalte. Mas, independente do tratamento realizado, profilaxia, abrasão por lixa ou desgaste com ponta de diamante, não foram observadas diferenças nos valores de resistência da união para os sistemas adesivos estudados, nem ao longo de 12 meses. Este resultado concorda com o encontrado por Perdigão e Geraldini (2003) e Perdigão et al. (2005), para o esmalte desgastado por ponta de

diamante. Segundo os autores, a influência do desgaste do esmalte nos valores de resistência da união teriam sido material-dependente.

Apesar de a literatura comprovar de forma ampla a existência da camada de esmalte aprismático em dentes decíduos e permanentes (GWINNETT, 1973; RIPA, GWINNETT, BUONOCORE, 1966), e o fato dela parecer mais resistente à ação dos condicionadores ácidos (RIPA, GWINNETT, BUONOCORE, 1966; WHITTAKER, 1982; NATHANSON; BODKIN; EVANS, 1982) do que a camada de esmalte subjacente, a sua remoção pelo desgaste do esmalte, como forma de otimizar a ação e o desempenho de autocondicionantes, não é consenso na literatura (KANEMURA; SANO; TAGAMI, 1999; SENAWONGSE et al., 2004; IBARRA et al., 2002). Sabe-se que as superfícies de esmalte não são homogêneas quanto à presença ou não da camada aprismática (IBARRA et al., 2002). Ainda, Kodata, Kuroiwa e Higashi (1991) investigaram a estrutura e a distribuição da camada aprismática no esmalte de dentes permanentes e observaram variabilidades em aspecto, localização e espessura da mesma, dependendo da região do dente observada e mesmo entre diferentes grupos de dentes. Isto significa que os procedimentos adesivos são realizados em superfícies de esmalte estruturalmente heterogêneas e reforça a afirmativa de que não se deve atribuir exclusivamente à camada aprismática de esmalte o sucesso ou fracasso pelo desempenho de um sistema adesivo.

Sabe-se que o trajeto dos prismas da junção amelodentinária para a superfície externa da coroa é sinuoso e orientado pelos processos de Tomes, por isso, diferentes aspectos ou direções dos prismas podem ser observados, dependendo do plano de corte imposto ao esmalte (KATCHBURIAN; ARANA-CHAVEZ, 1999). Neste raciocínio, alguns estudos mostraram que a exposição perpendicular dos prismas de esmalte teria aumentado os valores de resistência da união, para adesivos etch&rinse e self-etch, comparativamente à orientação

paralela. (MUNECHIKA et al., 1984; CARVALHO et al., 2000; SHIMADA; TAGAMI, 2004; IKETA et al., 2002).

Este estudo também observou a morfologia do esmalte e das interfaces de união produzidas, no intuito de complementar a análise da resistência da união. Os padrões de condicionamento variaram com o sistema adesivo utilizado. Para os sistemas *etch&rinse*, não foi possível distinguir diferenças na morfologia do esmalte, quando do emprego do ácido fosfórico a 35%, pois houve exposição da parte prismática do esmalte em todas as situações. Estas observações são condizentes com as de outros estudos que avaliaram o desempenho de adesivos *etch&rinse* em esmalte, com ou sem tratamento superficial do esmalte (KANEMURA; SANO; TAGAMI, 1999; IBARRA et al., 2002; PERDIGÃO; GERALDELI, 2003; SENAWONGSE et al., 2004; PERDIGÃO et al., 2005). Porém, é relevante considerar que a camada aprismática foi removida de forma efetiva, segundo observação de cortes sagitais, apenas com o emprego de pontas de diamante. No caso dos *primers* autocondicionantes, foram observados diferentes padrões de condicionamento, que variaram para cada material e tratamento de superfície do esmalte, aspecto este evidente quando se compararam as micrografias de um mesmo sistema adesivo aplicado sobre o esmalte tratado de diferentes formas.

As superfícies de esmalte condicionadas com o *primer* do Clearfil SE Bond mostraram condicionamento discreto, com áreas predominantemente lisas, como descrito na literatura para este material (HASHIMOTO et al., 2003). O padrão de condicionamento ficou mais evidente no esmalte tratado por profilaxia, comparativamente aos outros tratamentos, contrariando as informações reportadas na literatura de que o desgaste poderia favorecer a ação de alguns sistemas autocondicionantes. Considerando que este é o *primer* menos ácido, dentre os estudados neste estudo, e considerando apenas a análise micromorfológica, poder-se-ia supor que sua interação superficial com o esmalte resultaria em valores baixos de

resistência da união, especialmente após desgaste por lixa e ponta de diamante. Mas os resultados da resistência da união produzida mostraram o contrário.

Quando se observam as micrografias do esmalte condicionado com os *primers* de acidez moderada (OptiBond SOLO Self Etching Primer) e severa (Tyrian Self Priming Etching), nota-se o inverso do reportado para o Clearfil SE Bond, ou seja, o desgaste do esmalte por lixa e ponta de diamante parece ter favorecido a ação destes sistemas. No caso do Tyrian Self Priming Etching, o condicionamento da superfície desgastada por ponta de diamante assemelha-se ao do ácido fosfórico a 35%, embora a exposição dos prismas não tenha sido tão evidente. De maneira geral, as micrografias sugeriram que os *primers* autocondicionantes mais ácidos produziram melhor condicionamento das superfícies. Outros estudos mostraram que alguns deles seriam capazes de condicionar o esmalte do mesmo modo que o ácido fosfórico 35% (BRESCHI et al., 2003), inclusive em esmalte sem desgaste (PASHLEY; TAY, 2001). Novamente, isto não se refletiu em maiores valores de resistência da união ao esmalte.

Então, os aspectos micromorfológicos do condicionamento produzido pelos *primers* autocondicionantes deste estudo poderiam sugerir, a princípio, que os mais ácidos resultariam em valores de resistência da união maiores que o Clearfil SE Bond, menos ácido. Porém, esta hipótese não foi confirmada pelos resultados de resistência da união por microtração. Este estudo concorda com outros em que não foi observada relação entre padrão de condicionamento e valores de resistência da união (PASHLEY; TAY, 2001; IBARRA et al., 2002; CHO; DICKENS, 2004).

No caso dos *primers* autocondicionantes estudados, o Clearfil SE Bond, menos ácido, produziu maior valor de resistência da união, apesar do condicionamento discreto nas superfícies de esmalte. Este resultado concorda com o de estudos anteriores, em esmalte e dentina (KAADEN et al., 2002; INOUE et al., 2003; DE MUNCK et al., 2003; LOPES et al.,

2004). Além disto, embora os *primers* de acidez moderada e severa tenham produzido condicionamento mais pronunciado que o sistema Clearfil SE Bond, os valores de resistência da união para estes dois sistemas foi inferior ao dos outros sistemas adesivos deste estudo. Estes resultados concordam com outros estudos realizados com estes adesivos, em dentina (LOPES et al., 2004; REIS et al., 2005).

Outra análise morfológica foi feita para observar as interfaces de união. Neste caso, elas parecem justificar o resultado da resistência da união observado neste estudo, para todos os sistemas adesivos. No caso do Scotchbond Multi Purpose Plus e do Single Bond, além dos valores de RU terem se mantido, as micrografias das interfaces nos períodos de armazenagem mostram a excelente adaptação produzida por estes sistemas adesivos ao esmalte, independente do tratamento de superfície. Pode-se supor que a técnica *etch&rinse* seja um dos fatores responsáveis pelo excelente desempenho destes adesivos, além das composições destes adesivos, menos hidrofílicos. O ácido fosfórico a 35% promove a remoção total da camada de esfregaço, é removido por lavagem e promove a desmineralização do substrato entre 3 e 7,5 micrometros (PASHLEY, 1991). Tanto para o Single Bond quanto para o ScotchBond Multi Purpose Plus, as camadas de adesivo parecem ter preenchido completamente as microposidades, evidenciada pela qualidade das interfaces das micrografias. A observação das micrografias do Clearfil SE Bond mostrou a melhor qualidade das interfaces de união, dentre os *self-etch* estudados. As micrografias do sistema Tyrian SPE o mais ácido, só mostrou o aparecimento de fendas; nas interfaces produzidas pelo OptiBond SOLO SEP também foram observadas fendas e a separação completa entre o material resinoso e o substrato, para o esmalte tratado por profilaxia, aos 6 e 12 meses de armazenagem.

Os resultados deste estudo mostraram que as diferentes composições dos sistemas adesivos estudados foram determinantes na análise dos parâmetros estudados. Em especial a

hidrofilia de cada material e suas conseqüências; a interferência da acidez das soluções condicionadoras na polimerização dos sistemas adesivos; a evaporação incompleta de solventes e teor de água nas formulações. É importante que o cirurgião dentista conheça o material que pretende utilizar e reflita sobre suas limitações.

Estudos adicionais com sistemas adesivos autocondicionantes poderiam considerar formulações experimentais de monômeros estáveis em ambiente ácido, como o MDP, para avaliar suas propriedades, desempenho nos procedimentos adesivos a diferentes substratos e, principalmente, esclarecer sobre o mecanismo de união química adicional oferecida por ele. Para finalizar, há necessidade de pesquisas clínicas para avaliar a durabilidade destas restaurações.

7 CONCLUSÕES

Com base nos resultados obtidos e nas observações realizadas, as hipóteses do estudo foram parcialmente aceitas. Considerando as condições envolvidas neste estudo, pode-se concluir que

1. a resistência da união foi influenciada apenas pelo sistema adesivo, ou seja, a ausência ou o tipo de tratamento realizado no esmalte não interferiu nos valores médios finais de RU;
2. o padrão de condicionamento variou, quando do uso dos *primers* autocondicionantes, na dependência do tipo de tratamento do esmalte e do sistema adesivo;
3. o padrão de condicionamento obtido com o uso do ácido fosfórico não foi influenciado pelo tratamento do esmalte nem pelo sistema adesivo;
4. a qualidade das interfaces caracterizada pela ausência de fendas foi considerada melhor para os adesivos *etch&rinse* .
5. A armazenagem em água destilada ao longo de 12 meses não influenciou os valores de RU.

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.

Barkmeier WW, Los SA, Triolo PT. Bond strength and SEM evaluation of Clearfil Liner Bond 2. *Am J Dent* 1995;8(6):289-93.

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

Bartlett JD, Simmer JP. Proteinases in developing dental enamel. *Crit Rev Oral Biol Med* 1999;10(4):425-41.

Bowen RL. Use of epoxy resin in restorative materials. *J Dent Res* 1956;35(3):360-9.

Brackett MG, Dib A, Brackett WW, Estrada BE, Reyes AA. One-year clinical performance of a self-etching adhesive in class V resin composites cured by two methods. *Oper Dent* 2002;27(4):218-22.

Breschi L, Gorbi P, Falconi M, Mazzotti G, Prati C, Perdigão J. Ultra-morphology of self-etching adhesives on ground enamel: A high resolution SEM study. *Am J Dent* 2003;16(Spec N°):57A-62A

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

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

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

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

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.

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

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

Carstensen W. The effect of different phosphoric acid concentrations on surface enamel. *Angle Orthodont* 1992;62(1):51-8.

Carvalho RM, Carrilho MRO, Pereira LCG, Garcia FCP, Marquezini Junior L, Silva SMA et al. Sistemas adesivos: fundamentos para aplicação clínica. *Biodonto* 2004;2(1):7-84.

Carvalho RM, Santiago SL, Fernandes CAO, Suh BI, Pashley DH. Effects of prism orientation on tensile bond strength of enamel. *J Adhes Dent* 2000;2(4):251-7.

Carvalho RM. Adesivos dentinários: fundamentos para a aplicação clínica. *Revista de Dentística Restauradora* 1998;1:62-96.

Cho BH, Dickens SH. Effects of the acetone content of single solution dentin bonding agents on the adhesive layer thickness and the microtensile bond strength. *Dent Mater* 2004;20(2):107-15.

Chow LC, Brown WE. Phosphoric acid conditioning of teeth for pit and fissure sealants. *J Dent Res* 1973;52(5):1158.

Cueto EI, Buonocore MG. Sealing of pits and fissures with an adhesive resin: it's use in caries prevention. *J Am Dent Assoc* 1967;75(1):21-8.

Daronch M, De Goes MF, Grande RHM, Chan DC. Antibacterial and conventional self-etching primer system: morphological evaluation of intact primary enamel. *J Clin Pediatr Dent* 2003;27(3):251-6.

De Goes MF, Sinhoreti MAC, Consani S, Silva MAAP. Efeito dos tipos de espessantes usados nos géis condicionadores sobre a resistência de união e morfologia da superfície do esmalte e dentina. *Rev ABO Nac* 1995;3:180-4.

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

De Munck J, Van Landuyt V, 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 Den Res* 2005;84(2):118-32.

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

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

De Wald JP. The use of extracted teeth for in vitro bonding studies: a review of infection control considerations. *Dent Mater* 1997;13(2):74-81.

Deakins M, Volker JF. Amount of organic matter in enamel from several types of human teeth. *J Dent Res* 1941;20:117-21.

Dickers SH, Cho BH. Interpretation of bond failure through conversion and residual solvent measurements and Weibull analyses of flexural and microtensile bond strengths of bonding agents. *Dent Mater* 2005;21(4):354-64

Einspahr HM, Bugg CE. Enamel, apatite, and caries – a crystallographic view. In: Menaker L ed. *The biologic bases of dental caries*. Hagerstown: Harper & Row; 1981. p.191-207.

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

Frankenberger R, Krämer N, Petschelt A. Long-term effect of dentin primers on enamel bond strength and marginal adaptation. *Oper Dent* 2000;25(1):11-9.

Frey O. Creating a reliable bond. An all-in-one system. *Am J Dent* 2000; 13(Spec No):85D-87D.

Fukegawa D, Hayakawa S, Yoshida Y, Suzuki K, Osaka A, Van Meerbeek B. Chemical interaction of phosphoric acid ester with hydroxyapatite. *J Den Res* 2006;85(10):941-4.

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

Galil KA, Wright G. Acid etching patterns on buccal surfaces of permanent teeth. *Pediatr Dent* 1979;1(4):230-4.

Garcia-Godoy F, Gwinnett AJ. Effect of etching times and mechanical pretreatment on the enamel of primary teeth: a SEM study. *Am J Dent* 1991;4(3):115-8.

Gardner A, Hobson R. Variations in acid-etch patterns with different acids and etch times. *Am J Orthodont Dentofacial Orthop* 2001;120(1):64-7.

Guba CJ, Cochran MA, Swatz ML. The effects of varied etching time and etching solution viscosity on bond strength and enamel morphology. *Oper Dent* 1994;19(4):146-53.

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

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

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

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

Gwinnett AJ. Human prismless enamel and its influence on sealant penetration. *Archs Oral Biol* 1973; 18(3):441-4

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

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

Hayakawa T, Kikutake K, Nemoto K. Influence of self-etching primer treatment on the adhesion of resin composite to polished dentin and enamel. *Dent Mater* 1998;14(2):99-105.

Hiraishi N, Nishiyama N, Ikemura K, YauJYY, 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.

Hobson RS, Rugg-Gunn AJ, Booth TA. Acid etch patterns on the buccal surface of human permanent teeth. *Arch Oral Biol* 2002;47(5):407-12.

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

Ibarra G, Vargas MA, Armstrong SR, Cobb DS. Microtensile bond strength of self-etching adhesives to ground and unground enamel. *J Adhes Dent* 2002(2);4:115-24.

Ikeda T, Shigeru U, Tanaka T, Kawakami S, Komatsu H, Sano H. Relation of enamel prism orientation to microtensile bond strength. *Am J Dent* 2002;15(2):109-13.

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

Jacobsen T, Söderholm KJ. Some effects of water on dentin bond. *Dent Mater* 1995;11(2):132-6.

Kaaden C, Powers JM, Friedl KH, Schmalz G. Bond strength of self-etching adhesives to dental hard tissues. *Clin Oral Invest* 2002;6(3):155-60.

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

Katchburian E, Arana-Chavez VE. *Histologia e embriologia oral: texto, atlas, correlações clínicas*. 1ª ed. São Paulo: Ed. Médica – Panamericana; 1999.

Kenshima S, Reis A, Uceda-Gomes N, Tancredo LLF, Rodrigues Filho LE, Nogueira FN et al. Effect of smear layer thickness and pH of self-etching adhesive systems on the bond strength and gap formation to dentin. *J Adhes Dent* 2005;7(2):117-26.

Kitasako Y, Burrow MF, Nikaido T, Tagami J. The influence of storage on dentin bond durability of resin cement. *Dent Mater* 2000;16(1):1-16.

Kodata T, Kuroiwa M, Higashi S. Structural and distribution patterns of surface “prismless” enamel in human permanent teeth. *Caries Res* 1991;25(1):7-20.

Kodata T, Mori R, Miyakawa M. Sequential observations followed by acid etching on the enamel surfaces of human teeth under scanning electron microscopy at low vacuum. *Microsc Res Technol* 1993;24(5):429-36.

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

Lefevre M, Manly R. Moisture, inorganic and organic contents of enamel and dentin from carious teeth. *J Am Dent Assoc* 1938;25:233-42.

Loguercio A, Costenaro A, Silveira AP, Ribeiro NR, Rossi TR, Reis A. A six-month clinical study of a self-etching and na etch-and-rinse adhesive applied as recommended and after doubling the number of adhesive coats. *J Adhes Dent* 2006;8(4):255-61.

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

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

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

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

Moszner N, Salz U, Zimmermann J. Chemical aspects of self-etching enamel-dentin adhesives: a systematic review. *Dent Mater* 2005;21(10):895-910.

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

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

Nathanson D, Bodkin JL, Evans JR. SEM of etching patterns in surface and subsurface enamel. *J Pedodont* 1982;7(1):11-7.

Nishiyama N, Suzuki K, Takahashi K, Nemoto K. The pKa effects of the carboxylic acid in N-methacryloyl-omega-amino acid on the demineralization and bond strengths to the teeth. *Biomaterials* 2004;25(23):5441-7.

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

Oliveira SS, Marshall SJ, Habelitz S, Gansky AS, Wilson RS, Marshall GW Jr. The effect of a self-etching primer on the continuous demineralization of dentin. *Eur J Oral Sci* 2004;112(4):376-83.

Ortega RCS, Souza MHS, Franco EB. Influência de diferentes condicionadores ácidos na resistência adesiva de uma resina composta ao esmalte. *RBO* 1997;54:268-72.

Örtengren U, Wellendorf H, Karlsson S, Ruyter IE. Water sorption and solubility of dental composites and identification of monomers in an aqueous environment. *J Oral Rehabil* 2001;28(12):1106-15.

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

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

Pashley DH. Clinical correlations of dentin structure and function. *J Prosthet Dent* 1991;66(6):777-81.

Pashley EL, Zhang Y, Lockwood PE, Rueggeberg FA, Pashley DH. Effects of HEMA on water evaporation from water-HEMA mixtures. *Dent Mater* 1998;14(1):6-10.

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.

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

Perdigão J, Geraldeli S. Bonding characteristics of self-etching adhesives to intact versus prepared enamel. *J Esthet Restor Dent* 2003;15(1):32-42.

Perdigão J, Gomes G, Duarte S Jr, Lopes MM. Enamel bond strengths of pairs of adhesives from the same manufacturer. *Oper Dent* 2005;30(4):492-9

Perdigão J, Lambrechts P, Van Meerbeek B, Tomé AR, Vanherle G, Lopes ALB. Morphological field emission-SEM study of the effect of six phosphoric acid etching agents on human dentin. *Dent Mater* 1996;12(4):262-71.

Perdigão J, Swift EJ, Denehy GE, Wefel JS, Donly KJ. In vitro bond strength and SEM evaluation of dentin bonding systems to different dentin substrates. *J Dent Res* 1994;73(1):44-55.

Peumans M, Munck J, Van Landuyt K, Lambrechts P, Van Meerbeek B. Three-year clinical effectiveness of a two-step self-etch adhesive in cervical lesions. *Eur J Oral Sci* 2005;113(6):512-8.

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

Poulsen S, Beiruti N, Sadat N. A comparison of retention and the effect on caries of fissure sealing with a glass-ionomer and a resin-based sealant. *Community Dent Oral Epidemiol* 2001;29(4):298-301.

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

Reis A, Grandi V, Carlotto L, Bortoli G, Patzlaff RT, Accorinte MLR et al. Effect of smear layer thickness and acidity of self-etching solutions on early and long-term bond strength to dentin. *J Dent* 2005;33(7):549-59.

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

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

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

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

Sadr A, Chasemi A, Shimada Y, Tagami J. Effects of storage time and temperatur on the properties of two self-etching systems. *J Dent* 2006; *in press*.

Sanares AM, King NM, Ittagarun A, Tay FR, Pashley DH. Adverse surface interactions between one-bottle light-cured adhesives and chemical-cured composites. *Dent Mater* 2001;17(6):542-56.

Sano H, Yoshiyama M, Ebisu S, Burrow MF, Takatsu T, Ciucchi B et al. Comparative SEM and TEM observations of nanoleakage within the hybrid layer. *Oper Dent* 1995;20(4):1602-67.

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.

Senawongse P, Sattabanasuk V, Shimada Y, Otsuki M, Tagami J. Bond strengths of current adhesive systems on intact and ground enamel. *J Esthet Restor Dent* 2004; 16(2):107-16

Shimada Y, Tagami J. Effects of regional enamel and prism orientation on resin bonding. *Oper Dent* 2004;28(1):20-7.

Shono Y, Ogawa T, Terashita M, Carvelho RM, Pashley DH. Regional measurement of resin-dentin bonding as an array. *J Dent Res* 1999;78(2):669-705.

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

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

Simonsen RJ. Pit and fissure sealant: review of the literature. *Pediatr Dent* 2002; 24(5):393-414.

Strassler HE. Applications of total-etch adhesive bonding. *Compend Contin Educ Dent* 2003;24(6):427-36.

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

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

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

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

Tay FR, Sano H, Carvalho R, Pashley EL, Pashley DH. An ultrastructural study of the influence of acidity of self-etching primers and smear layer thickness on bonding to intact dentin. *J Adhes Dent* 2000;2(2):83-98.

Ten Cate AR. *Histologia bucal: desenvolvimento, estrutura e função*. 5ª ed. Rio de Janeiro: Guanabara Koogan; 2001.

Triolo PT, Swift EJ, Mudgil A, Levine A. Effects of etching time on enamel bond strength. *Am J Dent* 1993;6(6):302-4.

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

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

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

Van Meerbeek B, De Munck J, Mattar D, Van Landuyt K, Lambrechts P. Microtensile bond strength of an etch&rinse and self-etch adhesive to enamel and dentin as a function of surface treatment. *Oper Dent* 2003b;28(5):647-60.

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

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

Whittaker DK. Structural variations in the surface zone of human tooth enamel observed by scanning electron microscopy. *Arch Oral Bio.* 1982;27(5):383-392.

Yiu CK, King NM, Pashley DH, Suh BI, Carvalho RM, Carrilho MR et al. Effect of resin hydrophilicity and water storage on resin strength. *Biomater* 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):454-58.

Yoshiyama M, Carvalho RM, Sano H, Horner J, Brener PD, Pashley DH. Interfacial morphology and strength of bonds made to superficial versus deep dentin. *Am J Dent* 1995;8(6):297-302.

Yu XY, Joynt RB, Wieczkowski G, Davis EL. Scanning electron microscopic and energy dispersive x-ray evaluation of two smear layer-mediated dentinal bonding agents. *Quint Int* 1991;22(4):305-10.

ANEXO A – Parecer do Comitê de Ética em Pesquisa

UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO
FACULDADE DE ODONTOLOGIA**PARECER nº 203/03**
Protocolo 208/03

O Grupo de Trabalho indicado pelo Comitê de Ética em Pesquisa, **APROVOU** o protocolo de pesquisa ***“Estudo da longevidade da união de adesivos autocondicionantes aplicados ao esmalte de dentes permanentes: morfologia, fendas e resistências”***, de responsabilidade 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, 20 de novembro de 2003.

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