**UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO
FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE RIBEIRÃO PRETO**

ANA CAROLINA MAITO VILLELA ROSA

*Influência do sistema adesivo e do envelhecimento na resistência ao
cisalhamento da interface dentina humana-resina composta*

Ribeirão Preto

2012

Ana Carolina Maito Villela Rosa

Influência do sistema adesivo e do envelhecimento na resistência ao cisalhamento da interface dentina humana-resina composta

Tese apresentada à Faculdade de Odontologia de Ribeirão Preto – Universidade de São Paulo, para obtenção do título de Doutor em Odontologia, pelo programa de Pós-Graduação em Reabilitação Oral, do Departamento de Materiais Dentários e Prótese.

Orientadora: Profa. Dra. Mariane Gonçalves

“versão corrigida”

Ribeirão Preto

2012

AUTORIZO A REPRODUÇÃO E DIVULGAÇÃO TOTAL OU PARCIAL DESTE TRABALHO, POR QUALQUER MEIO CONVENCIONAL OU ELETRÔNICO, PARA FINS DE ESTUDO E PESQUISA, DESDE QUE CITADA A FONTE.

Catálogo na publicação
Serviço de Documentação Odontológica
Faculdade de Odontologia da Universidade de São Paulo

Villela-Rosa, Ana Carolina Maito

Influência do sistema adesivo e do envelhecimento na resistência ao cisalhamento da interface dentina humana-resina composta. Ribeirão Preto, 2012.

69 p. : il. ; 30 cm

Tese de Doutorado, apresentada à Faculdade de Odontologia de Ribeirão Preto/USP. Área de concentração: Reabilitação Oral.

Orientador: Gonçalves, Mariane.

1. Dentina. 2. Resistência ao cisalhamento. 3. Envelhecimento.

Ana Carolina Maito Villela Rosa

Influência do sistema adesivo e do envelhecimento na resistência ao cisalhamento da interface dentina humana-resina composta

Tese apresentada à Faculdade de Odontologia de
Ribeirão Preto – Universidade de São Paulo, para
obtenção do título de Doutor em Odontologia pelo
programa de Pós-Graduação em Reabilitação Oral do
Departamento de Materiais Dentários e Prótese.
Orientadora: Profa. Dra Mariane Gonçalves

Aprovado em: ____/____/____

Banca Examinadora

Prof. Dr. _____

Instituição: _____

Julgamento: _____ Assinatura: _____

Prof. Dr. _____

Instituição: _____

Julgamento: _____ Assinatura: _____

Prof. Dr. _____

Instituição: _____

Julgamento: _____ Assinatura: _____

Prof. Dr. _____

Instituição: _____

Julgamento: _____ Assinatura: _____

Prof. Dr. _____

Instituição: _____

Julgamento: _____ Assinatura: _____

Dedico este trabalho:

Ao meu marido Pedro, por seu amor, apoio e companheirismo.

Às minhas filhas Laura e Luisa, pelo carinho, compreensão e pela felicidade que me trazem.

Aos meus pais, irmãos e minha Tia Cida, pelo amor e dedicação, essenciais para a minha formação pessoal e profissional.

Agradecimento Especial

À Profa, Mariane Gonçalves, por esta nova oportunidade, na qual, mais uma vez, muito ensinou. Novamente pude contar com sua orientação, confiança e amizade. Tudo isso foi fundamental para a realização do nosso trabalho. Terá sempre meu respeito e admiração. Muito Obrigada!

Agradecimentos

À Faculdade de Odontologia de Ribeirão Preto – USP, pela oportunidade de realização dos cursos de Graduação e Pós-graduação, nível Mestrado e doutorado Área de concentração Reabilitação Oral.

Ao Prof. Dr. Osvaldo Luiz Bezzon, Chefe do Departamento de Materiais Dentários e Prótese.

À Profa. Dra. Fernanda de Carvalho Panzeri Pires de Souza, coordenadora da pós-graduação na Área de Reabilitação Oral da FORP-USP.

À Profa. Dra. Iara Augusta Orsi, por sua importante e fundamental colaboração neste trabalho. Agradeço por ter sido tão presente na pós-graduação e pela sua gentileza e disposição sempre.

À Izabel Cristina Galino Sola e à Regiane Cristina Moi, secretárias da pós-graduação, pela assessoria e atendimento sempre que necessário.

À Regiane de Cássia Tirado Damasceno, Fernanda Talita de Freitas e à Ana Paula Xavier, secretárias do Departamento de Materiais e Prótese, por me atenderem, sempre.

À Ana Paula Macedo, por tantas vezes se dispor, gentilmente a me ajudar.

Ao Luiz Sérgio Soares, funcionário da oficina, pela confecção dos dispositivos utilizados neste trabalho.

À Profa. Dra. Fernanda de Carvalho Panzeri Pires de Souza, pela permissão para a utilização do Laboratório do Laboratório de Pesquisa “Prof. Dr. Heitor Panzeri”.

À Rafaela Tonani, pelo auxílio no laboratório de Pesquisa “Prof. Dr. Heitor Panzeri”.

Aos Profs. Dra Iara Augusta Orsi, Dra. Helena de Freitas Oliveira Paranhos, Dra Cláudia Helena Lovato da Silava e Dr Raphael Freitas de Souza, pela permissão para a utilização do Laboratório de Reabilitação Oral.

À Viviane de Cássia Oliveira, por me auxiliar, sempre gentil e amiga, inúmeras vezes, no Laboratório de Pesquisa em Reabilitação Oral.

À Profa. Dra. Silmara Aparecida Milori Corona, por generosamente, me auxiliar e permitir o uso do Laboratório de Pesquisa em Dentística.

À Patrícia Marchi, pelo auxílio no laboratório de Pesquisa em Dentística.

Ao Prof. Dr. Osvaldo Zaniquelli, por permitir a utilização do Laboratório Integrado de Pesquisa em Biocompatibilidade de Materiais (LIPEM).

Aos Funcionários do Laboratório Integrado de Pesquisa em Biocompatibilidade de Materiais (LIPEM), Edson Volta e Ricardo de Souza Antunes, pelo auxílio na realização dos ensaios laboratoriais de forma muito prestativa.

Ao Edson Volta, por incansavelmente e de forma extremamente prestativa, me ajudar nos testes realizados no LIPEM. Serei sempre grata.

À Cláudia Aparecida Rodrigues (Unesp- Jaboticabal-SP), por gentilmente me auxiliar na microscopia eletrônica, desenvolvida neste trabalho.

Aos meus amigos que começaram comigo o doutorado, Ana Paula Terossi de Godoi, Daniela Nair Borges Felipucci, Diogo Rodrigues Cruvinel, Fábio Afrânio de Aguiar Junior, Flávio Henrique Carriço Nogueira Fernandes, Murillo Sucena Pita, Rander Moreira Macedo, Romulo Rocha Regis, Vitor Coró, pela oportunidade de convivência e amizade.

À amiga de doutorado Amanda Peracini, por sua amizade e pelas parcerias neste período, tão valiosas para mim.

À Elaine Caetano, por ter cuidado com dedicação das minhas filhas, em minha casa, na minha ausência.

À amiga Silvana Bortoletto Pacheco, por tantas vezes me socorrer, durante a elaboração deste trabalho.

A todos os meus amigos e familiares que me acompanharam durante esta importante etapa da minha vida profissional.

A todos os professores e funcionários da FORP-USP e Departamento de Materiais Dentários e Prótese, por contribuírem para minha formação como cirurgiã-dentista e por me auxiliarem na pós-graduação.

A todos aqueles que de modo direto ou indireto contribuíram e proporcionaram a viabilidade para realização deste trabalho.

Muito obrigada a todos.

RESUMO

VILLELA-ROSA ACM. **Influência do sistema adesivo e do envelhecimento na resistência ao cisalhamento da interface dentina humana-resina composta** [tese]. Ribeirão Preto: Universidade de São Paulo, Faculdade de Odontologia de Ribeirão Preto, 2012. 69f.

O propósito deste estudo foi o de avaliar a influência do sistema adesivo e do envelhecimento na resistência adesiva da interface dentina humana-resina composta. Cento e sessenta terceiros molares extraídos tiveram suas raízes removidas e as coroas seccionadas no sentido méso-distal. As faces vestibulares foram incluídas em anel de PVC/resina acrílica e divididas em quatro grupos correspondentes aos quatro sistemas adesivos testados: um sistema adesivo de condicionamento total, como controle, Adper Single Bond 2 (ASB 2) (3M ESPE); um sistema adesivo autocondicionante de passo único, Adper Easy One (AEO) (3M ESPE); e dois sistemas adesivos autocondicionantes de dois passos, P90 System Adhesive (P90SA) (3M ESPE), e Clearfill SE Bond (CSEB) (Kuraray). Cada grupo foi dividido em quatro subgrupos correspondentes aos quatro tipos de envelhecimentos artificiais utilizados: termociclagem com 500, 10.000 e 30.000 ciclos e estocagem em água destilada a 37° C por um ano e, após este período, termociclagem com 500 ciclos. Desta maneira, formou-se 16 subgrupos: ASB2.1, ASB2.2, ASB2.3, ASB2.4; AEO.1, AEO.2, AEO.3, AEO.4; P90SA.1, P90SA.2, P90SA.3, P90SA.4; CSEB.1, CSEB.2, CSEB.3, CSEB.4. Após o envelhecimento artificial padronizado foi realizado o teste de resistência ao cisalhamento ISO TR 11405, usando uma máquina universal de testes EMIC-2000, regulada a 0,5mm/minuto e célula de carga de 200 Kgf. Os resultados foram submetidos à análise estatística de variância (Testes ANOVA, Tukey e Scheffé). Houve diferença estatística significativa ($p<0,01$) para dois fatores de variação (adesivo e envelhecimento) e a interação *adesivo x envelhecimento* ($p<0,01$) não apresentou diferença estatística significativa. O adesivo Adper Single Bond 2, apresentou maiores valores, enquanto que, o P90 System Adhesive, os menores valores de resistência adesiva ao cisalhamento em relação aos demais sistemas adesivos. A termociclagem de 500 ciclos e a estocagem em água a 37° C por um ano, seguida de 500 ciclos térmicos apresentaram os mais elevados valores de resistência adesiva, sem diferenças estatísticas significantes, assim com a termociclagem de 10.000 e 30.000 ciclos apresentaram os valores mais baixos. Baseado nestes achados pode-se concluir o sistema adesivo e o envelhecimento influenciaram a resistência ao cisalhamento da interface dentina humana-resina composta.

Palavras-chave: Dentina. Resistência ao cisalhamento. Envelhecimento.

ABSTRACT

VILLELA-ROSA ACM. **Influence of adhesive system and aging on the shear strength of human dentin-composite resin interface** [thesis]. Ribeirão Preto: Universidade de São Paulo, Faculdade de Odontologia de Ribeirão Preto, 2012. 69f.

The purpose of this study was to evaluate the influence of the adhesive system and aging on the bond strength of human dentin-composite resin interface. One hundred and sixty extracted third molars had their crowns removed and the roots sectioned mesiodistally. The buccal faces were included ring PVC/acrylic resin and they were divided into four groups corresponding to the four tested adhesive systems tested. A total etch adhesive system, as controls, Adper Single Bond 2 (ASB 2) (3M ESPE), an all-in-one self-etching adhesive system, Adper Easy One (AEO) (3M ESPE) and two two steps self-etching adhesive systems, P90 System Adhesive (P90SA) (3M ESPE), and Clearfill SE Bond (CSEB) (Kuraray). Each group was divided into four subgroups corresponding to four types of used artificial aging: thermocycling with 500, 10,000 and 30,000 cycles and storage in distilled water at 37 °C for one year and after this period, thermocycling with 500 cycles. Thus was formed 16 subgroups: ASB2.1, ASB2.2, ASB2.3, ASB2.4; AEO.1, AEO.2, AEO.3, AEO.4; P90SA.1, P90SA.2, P90SA.3, P90SA.4; CSEB.1, CSEB.2, CSEB.3, CSEB.4. After accelerated aging test was standardized shear bond strength ISO TR 11405, using a universal testing machine (EMIC-2000) set at 0.5 mm/minute and a load cell of 200 kgf. The results were subjected to statistical analysis of variance (ANOVA, Tukey and Scheffe). There was a statistically significant difference ($p<0.01$) for two factors of variation (adhesive and aging) and not for the interaction adhesive x aging ($p<0.01$). The adhesive Adper Single Bond 2 showed higher values of shear bond strength, whereas the P90 System Adhesive showed the lowest values of shear bond strength compared to other adhesive systems. The thermocycling regimen of 500 cycles and storage in water at 37 °C for one year, followed by 500 thermal cycles showed the highest bond strength values, no statistically significant differences, as well as thermocycling of 10,000 and 30,000 cycles showed the lowest values.

Based on these findings it can be concluded the adhesive system and aging affected the shear bond strength of human dentin-composite resin interface.

Keywords: Dentin. Shear strength. Aging.

SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO.....	12
2. PROPOSIÇÃO.....	19
3. MATERIAL E MÉTODO.....	21
3.1. Divisão dos grupos.....	22
3.2. Preparo dos corpos-de-prova para o teste de resistência ao cisalhamento.....	23
3.3. Métodos de Envelhecimento (Temociclagem e Estocagem em Água).....	28
3.4. Ensaio de Cisalhamento.....	29
3.5. Análise Qualitativa.....	30
3.6. Análise Estatística.....	32
4.RESULTADOS.....	33
4.1 Resultados dos ensaios de resistência ao cisalhamento.....	34
4.2. Análise de fraturas.....	39
4.3 Análise da interface adesiva através da Microscopia Eletrônica de Varredura.....	42
5. DISCUSSÃO.....	45
6. CONCLUSÕES.....	58
REFERÊNCIAS.....	60
ANEXO.....	68

O interesse pela estética na odontologia levou ao desenvolvimento de conceitos, técnicas e materiais que compõem a odontologia adesiva. As restaurações estéticas utilizam materiais resinosos que se unem ao substrato dental através de sistemas adesivos, sendo estes, portanto, fundamentais na terapêutica restauradora atual (Carvalho et al., 2004).

A odontologia adesiva teve seu alicerce quando Buonocore (1955) introduziu a técnica do ataque ácido ao esmalte utilizando ácido fosfórico a 85%, estabelecendo uma retenção micromecânica. O sucesso deste procedimento levou Buonocore, Wileman e Brudevold (1956) a tentar o mesmo procedimento na dentina, introduzindo assim o primeiro adesivo dentinário. Desde então os adesivos têm evoluído na tentativa de propiciar restaurações efetivas e duradouras, com o desenvolvimento de vários e diferentes sistemas (Kugel, Ferrari, 2000).

O mecanismo de adesão ao esmalte e à dentina é essencialmente o mesmo e corresponde a um processo de troca, envolvendo a substituição da hidroxiapatita dissolvida por ácidos pelos adesivos que se polimerizam e se tornam micromecanicamente imbricados nas porosidades criadas durante o condicionamento do substrato (Van Meerbeek et al., 2006). A adesão ao substrato dentinário, quando comparada à adesão ao esmalte, torna-se mais crítica devido, em parte, à composição predominantemente orgânica de sua malha de fibras colágenas heterogênea (Van Meerbeek et al., 2006), e à presença de túbulos dentinários em toda sua extensão, desde sua proximidade com a polpa até a junção amelodentinária, conferindo a este substrato permeabilidade e umidade intrínseca (Pashley, 1992). Esta umidade intrínseca da dentina representa definitivamente um dos grandes desafios para a interação de adesivos modernos com este substrato e nesta característica da dentina baseou-se o desenvolvimento de diferentes estratégias de adesão atualmente disponíveis para a prática clínica (Cardoso et al., 2011).

O primeiro protocolo de adesão à dentina, clinicamente aceitável, baseou-se na remoção completa da *smear layer*, camada de esfregaço ou lama dentinária, formada pelo preparo cavitário, através do condicionamento ácido da dentina (Van Meerbeek et al., 2003a). Embora já estudada, a técnica do ataque ácido total da dentina só foi realmente utilizada em 1982, quando Nakabayashi, Kojima e Masuhara introduziram o conceito de hibridização da dentina, descrevendo a formação da camada híbrida.

Os sistemas adesivos atuais podem ser classificados em duas categorias de acordo com sua técnica de condicionamento, ou seja, os sistemas adesivos de condicionamento total e os autocondicionantes (Van Meerbeek et al., 2003b).

Os sistemas adesivos de condicionamento total ou convencionais requerem a etapa de condicionamento ácido separado e prévio à sua aplicação. Os sistemas adesivos autocondicionantes, introduzidos por Watanabe e Nakabayashi (1993), possuem monômeros ácidos combinados aos monômeros hidrofílicos em seus *primers* capazes de dissolver a *smear layer*, incorporando-a na camada híbrida, sem exigir, portanto, a etapa do enxágüe (Tay, Pashley, 2001; De Munck et al., 2005). Desta maneira, seguindo uma tendência atual do mercado de produzir sistemas adesivos simplificados, os *primers* autocondicionantes eliminam a etapa de condicionamento ácido, reduzindo o número de passos do procedimento adesivo. O uso destes sistemas pode reduzir a sensibilidade pós-operatória, por tratar-se de uma técnica menos sensível do que a convencional, na qual os túbulos dentinários não são expostos (Tay, Pashley, 2001).

Além da estratégia de condicionamento, as etapas de aplicação de *primer* e *bond* são passos fundamentais do procedimento adesivo, que também podem ser realizados juntos ou separados (Van Meerbeek et al., 2003b). Os sistemas adesivos convencionais podem ser de três passos, quando se aplica o *primer* e o *bond* em etapas separadas, ou de dois passos, quando *primer* e o *bond* são combinados. Os sistemas adesivos convencionais de três passos

têm sido comercializados desde o início da década de 90 e podem ainda hoje ser considerados como o “padrão-ouro” dentre os adesivos, no que se refere à durabilidade (Carvalho et al., 2004; De Munck et al., 2005; Van Meerbeek et al., 2010; Cardoso et al., 2011).

Os sistemas adesivos autocondicionantes, por sua vez, podem ser de dois passos, quando o *primer* autocondicionante e o *bond* estão separados, ou de passo único, quando estes dois componentes encontram-se combinados. Os autocondicionantes de passo único podem apresentar-se em sistemas de dois frascos, exigindo a mistura do conteúdo dos frascos previamente à aplicação, ou de frasco único (*one bottle*), os quais são representados pelos mais recentes autocondicionantes, denominados sistemas *all-in-one*, nos quais as etapas do procedimento adesivo são realizadas em aplicação única.

Em relação aos sistemas autocondicionantes *one bottle*, estes são ainda mais hidrofílicos comparados aos sistemas já simplificados, como os convencionais e os autocondicionantes de dois passos, devido à maior concentração de monômeros ácidos em sua composição para promover o condicionamento da superfície dentinária (Tay, Pashley, 2001). Estudos mostram que a absorção de água na interface adesiva é proporcional às características hidrofílicas do sistema adesivo (Yiu et al., 2004; Malacarne et al., 2006; Hashimoto, 2010). Tais características podem interferir tanto no estabelecimento da camada híbrida, como na sua longevidade.

Estudos prévios, como de Tanaka et al. (1999) e Tay, Pashley e Yoshiyama (2002), demonstraram que os adesivos contendo quantidades mais elevadas de grupos ácidos são suscetíveis ao aumento da sorpção de água, por isso a durabilidade da adesão também pode ser questionável (Sano et al, 1995; Tanaka et al., 1999).

Assim, em busca de melhor comportamento laboratorial e clínico, os adesivos autocondicionantes *all-in-one* atuais têm sido modificados, demonstrando melhor eficiência, com características superiores comparadas a versões anteriores deste tipo de adesivo

(Peumans et al., 2005a; Van Meerbeek et al., 2010). No entanto, a avaliação clínica por longo período de tempo ainda se faz necessária para confirmar a boa performance destes adesivos (Cardoso et al., 2011).

Em relação à sua composição, os adesivos podem apresentar diferentes formulações entre si quanto a monômeros, solventes, presença de partículas de carga. Consequentemente podem apresentar variações nos valores de adesão frente ao substrato dentinário. Há diversos trabalhos na literatura salientando que a composição química do sistema adesivo é fator determinante para seu sucesso clínico (Perdigão et al., 1997; Van Landuyt et al., 2007; Salz, Bock, 2010; Villela-Rosa et al., 2011).

Neste sentido, trata-se, ainda, de grande desafio, produzir um sistema adesivo e técnica restauradora ideais para o procedimento de adesão de restaurações à dentina. Sendo assim, durante a seleção do sistema adesivo para uso clínico é muito importante avaliar a resistência adesiva e a habilidade de selamento da interface apresentada por estes agentes, além de sua durabilidade. Os testes de resistência de união são os mais utilizados para avaliar sistemas adesivos e diferentes tipos têm sido desenvolvidos ao longo do tempo (Pashley et al., 1995; 1999). A lógica subjacente a estes tipos de testes é que quanto mais forte for a aderência entre o dente e o material, melhor resistirá à tensão imposto pela polimerização da resina e pela função oral. Atualmente, os testes de resistência ao cisalhamento e à microtração são os mais utilizados (De Munck et al., 2005).

Segundo De Munck et al. (2005), testes de resistência de união, quando bem projetados, podem revelar informações clínicas importantes, destacando, por exemplo, a introdução do fator “envelhecimento” no delineamento dos estudos, o que possibilita avaliar a durabilidade da união. Em muitos estudos (Frankenberger et al., 2000; Meiers, Young, 2001; Cardoso et al., 2002), os espécimes foram "envelhecidos" artificialmente para que os dados obtidos tenham maior relevância clínica. Desta forma, diferentes técnicas de envelhecimento

artificial podem ser utilizadas, nas pesquisas, sendo as mais utilizadas a estocagem em água e termociclagem (Xie et al., 2010).

A técnica de envelhecimento artificial mais comumente usada é a armazenagem em água a longo prazo (Amaral et al., 2007). Neste caso, as amostras são armazenadas em líquido a 37 °C, por um período de tempo específico, podendo ser de poucos meses (Kato; Nakabayashi, 1998; Shono et al., 1999; Giannini et al., 2003) ou anos (Kitasako et al., 2000; Fukushima et al., 2001; Meiers; Young (2001); De Munck et al., 2003). Normalmente, mesmo em pequenos períodos de estocagem em água, os espécimes mostram um decréscimo na resistência de união. Esta diminuição nos valores de resistência adesiva sugere ser causada pela degradação dos componentes da interface adesiva, ocasionada pelo processo de hidrólise (De Munck et al., 2005).

A absorção de água também pode provocar a diminuição das propriedades mecânicas da matriz polimérica pela redução do atrito entre suas moléculas, sendo este processo conhecido como plastificação (Ferracane et al., 1998; Santerre et al., 2001, Hashimoto et al., 2002; Hashimoto et al., 2003).

Outra técnica bastante utilizada é a termociclagem ou envelhecimento térmico. A termociclagem submete os espécimes a temperaturas extremas para simular condições intra-orais, gerando tensões repetitivas de contração e expansão entre o substrato dental e o material restaurador. Estas tensões podem levar a rachaduras que se propagam ao longo da interface adesiva, permitindo a infiltração de fluídos (Gale, Darvell, 1999).

A norma ISO TR 11405 (1994) indica um esquema de ciclagem térmica composto por 500 ciclos em água entre 5 e 55 °C, como sendo um teste de envelhecimento artificial adequado (ISO, 1994; De Munck et al., 2005).

De Munck et al. (2005), considerando o trabalho de revisão de Gale e Darvell (1999), o qual estabelece uma relação de correspondência entre 10.000 ciclos de termociclagem e o

período de cerca de um ano durante o qual a interface adesiva de uma restauração é submetida às condições intra-orais, sugeriu que a realização de 500 ciclos térmicos, tal como proposto pela norma ISO, seria um envelhecimento mínimo para estudos de eficácia de adesão, no que se refere à durabilidade. Por sua vez, o estudo de revisão de Leloup et al. (2001) de dados publicados entre 1992 e 1996 concluiu que a termociclagem não tem efeito significativo na resistência de união. Os autores explicam que a maioria dos estudos incluídos na revisão foram realizados seguindo a norma ISO de 500 ciclos (número médio de ciclos dos 630 estudos analisados), sugerindo que este número de ciclos foi provavelmente muito baixo para um efeito de envelhecimento ser obtido (Miyazaki et al. 1998; Gale, Darvell, 1999; Nikaido et al, 2002). Amaral et al. (2007) destacaram a necessidade de padronização de testes de termociclagem para permitir a comparação entre os estudos e para determinar o número de ciclos a partir do qual a interface adesiva começa a degradar-se.

Vários estudos têm demonstrado o efeito negativo da termociclagem nos valores de resistência de união após um grande número de ciclos, como por exemplo, 15.000 ou 30.000 (Miyazaki et al., 1998; Yang et al., 2005; Inoue et al., 2005). Segundo Helvatjoglu-Antoniades, Koliniotou-Kubia e Dionyssopoulos (2004), o efeito deste tratamento na resistência de união depende do sistema adesivo utilizado e do número de ciclos incluídos.

Portanto, diante da variedade dos sistemas adesivos na prática odontológica atual e considerando os inúmeros fatores que podem influenciar a adesão deste material à dentina e sua eficiência e durabilidade, podemos considerar ser este um campo de pesquisa inesgotável, assim como de extrema necessidade a busca constante de conhecimentos aprofundados sobre o tema.

O propósito deste trabalho foi avaliar o efeito do envelhecimento na resistência adesiva de quatro diferentes sistemas adesivos dos sistemas restauradores Adper Single Bond 2/Filtek Z 250, Adper Easy One/Filtek Z 250, P90 System Adhesive/Filtek P 90, Clearfill SE Bond/Filtek Z 250, utilizando termociclagem de 500, 10.000 e 30.000 ciclos, e estocagem em água por 1 ano e termociclagem de 500 ciclos, por meio do teste de resistência ao cisalhamento com cinzel ISO (método ISO TR 11405).

3 Material e Método

3.1 Divisão dos grupos

Para a realização deste ensaio laboratorial foram selecionados 176 terceiros molares humanos hígidos extraídos, obtidos por meio de doação do banco de dentes da FORP – USP¹, mantidos em água destilada sob refrigeração. O total de 176 dentes foi dividido em dois grupos, um de 160 dentes utilizados para o ensaio de cisalhamento e outro com 16 dentes para análise qualitativa por meio de microscopia eletrônica de varredura. Após a limpeza dos dentes com pedra pomes e água em baixa velocidade, as raízes foram removidas 2 mm aquém da junção esmalte/cimento em direção apical e as coroas seccionadas no sentido mésio-distal, utilizando-se disco diamantado (KG Sorensen Ind. e Com. Ltda, Barueri, SP, Brasil) para baixa-rotação e peça-de-mão, sob refrigeração intensa.

Foram utilizadas as hemi-seções coronárias vestibulares, divididas em quatro grupos correspondentes aos quatro sistemas adesivos a serem testados, listados a seguir. Para cada sistema também foram criados quatro subgrupos que correspondem a quatro tipos de envelhecimentos eleitos para o estudo.

Os quatro sistemas restauradores utilizados foram: o sistema adesivo de condicionamento total, como controle, Adper Single Bond 2 (3M ESPE), denominado ASB2 e resina composta Filtek Z 250 (3M ESPE); um adesivo autocondicionante de passo único, Adper Easy One (3M ESPE), denominado AEO e resina composta Filtek Z 250 (3M ESPE); e dois sistemas adesivos autocondicionantes de dois passos, o P90 System Adhesive (3M ESPE), denominado P90SA e resina composta Filtek P90 e o Clearfill SE Bond (Kuraray), denominado CSEB e resina composta Filtek Z 250 (3M ESPE).

¹ O presente estudo foi submetido ao Comitê de Ética em Pesquisa da Faculdade Odontologia de Ribeirão Preto da Universidade de São Paulo, tendo sido aprovada sua realização em 15 de dezembro de 2010, sob n.o de Processo CAAE – 0087.0.138.000-10.

Os subgrupos de cada sistema adesivo correspondem aos diferentes tipos de envelhecimentos, subgrupo 1 corresponde a 500 ciclos de termociclagem; subgrupo 2, à termociclagem, com as mesmas especificações, com 10.000 ciclos; subgrupo 3, da mesma maneira, a 30.000 ciclos; e, o subgrupo 4, à estocagem em água a 37 °C por um ano e, após este período, realização de termociclagem com 500 ciclos. Desta maneira, este estudo apresentou 16 grupos experimentais (Tabela 1).

Tabela 1 - Divisão dos grupos experimentais.

SISTEMAS ADESIVOS	ENVELHECIMENTOS			
	Termociclagem 500 ciclos (1)	Termociclagem 10.000 ciclos (2)	Termociclagem 30.000 ciclos (3)	1 ano de estocagem e 500 ciclos de termociclagem (4)
ASB 2	ASB 2.1	ASB 2.2	ASB 2.3	ASB 2.4
AEO	AEO.1	AEO.2	AEO.3	AEO.4
P90SA	P90SA.1	P90SA.2	P90SA.3	P90SA.4
CSEB	CSEB.1	CSEB.2	CSEB.3	CSEB.4

3.2 Preparo dos corpos-de-prova para o teste de resistência ao cisalhamento

Cada secção vestibular foi preparada para a inclusão em anel de PVC (Tigre S/A, Joinville, SC, Brasil) de 21 mm de diâmetro e 12 mm de altura. A delimitação da superfície destinada à adesão em dentina foi realizada por meio de desgaste plano do esmalte superficial, com turbina de alta rotação sob refrigeração e ponta diamantada n.º 4102 (KG Sorensen Ind. e Com. Ltda, Barueri, SP, Brasil), na área central da linha de transição entre os terços médio e cervical da face vestibular. Em seguida, a secção coronária vestibular foi incluída no anel de PVC utilizando-se resina acrílica autopolimerizável (Clássico, São Paulo, SP, Brasil) e em um dispositivo confeccionado em Teflon, com diâmetros externo de 40 mm e interno de 26 mm,

profundidade de 5 mm e desnível central de 0,5 mm de profundidade e diâmetro de 10 mm, para posicionar os cortes de dentina no anel de PVC, permitindo a obtenção da superfície de área de dentina requerida e selecionada para realização do experimento (Figura 1).

Figura 1. Dispositivo de Teflon para centralização dos cortes dentais (a) e anel de PVC com a superfície de dentina incluída (b).

Para a obtenção da área de dentina com formato circular (3mm de diâmetro), foram utilizadas lixas de carborundum (Norton Ind. e Com. LTDA, São Paulo, SP, Brasil) de granulações n.^{os} 150, 320, 400 e 600 em politriz horizontal (modelo PFL, FORTEL Ind. e Com. LTDA, São Paulo, SP, Brasil) com refrigeração, realizando desgaste e planificação da porção coronária em desnível de forma que a superfície dental estivesse no mesmo nível do anel de PVC e da resina acrílica, expondo a superfície de dentina até atingir a área necessária para a adesão. A seguir, foi realizada lavagem com água destilada por 20 minutos.

No grupo do adesivo de condicionamento total, após o procedimento de lavagem, e previamente à aplicação dos sistemas adesivos autocondicionantes, o excesso de umidade da área de dentina foi removido com lenços de papel absorvente, sem desidratar o substrato, constituindo assim, a técnica úmida (Gwinnet, 1992; Kanca, 1992). A aplicação do adesivo

foi realizada seguindo a recomendação do fabricante (Tabela 2). Para os sistemas adesivos autocondicionantes a Tabela 3 apresenta o número de passos e o pH de cada um, de acordo com informação do fabricante. A forma de apresentação dos materiais utilizados está representada na Figura 2.

Tabela 2 - Sistemas Adesivos utilizados.

SISTEMAS ADESIVOS	COMPOSIÇÃO	PROTOCOLO DE APLICAÇÃO
Adper Single Bond 2 3M ESPE (Sumaré, SP, Brasil) Lote: N 185482BR	Líquido: Etanol, Água, Bis-GMA, silano tratado com <i>filler</i> de sílica, 2-hidroxietilmetacrilato, glicerol 1, 3 dimetacrilato, copolímero de ácido acrílico e ácido itacônico e diuretano dimetacrilato.	Após condicionamento ácido, lavar, secar, aplicar duas camadas consecutivas de adesivo agitando gentilmente na superfície por 15 segundos. Secar suavemente para evaporar o solvente. Fotopolimerizar por 10 segundos.
Adper Easy One 3M ESPE (Sumaré, SP, Brasil) Lote:1029500346	Metacrilato de 2-hidroxietila, bismetacrilato de (1-metiletilidieno) bis [4,1-fenilenoxi (2-hidroxi-3, 1-propanodiilo)], água, álcool etílico, ácido fosfórico-6-metacriloxi-hexilésteres, sílica tratada com silício, dimetacrilato 1,6-hexanodiol, copolímero de acrílico e ácido itacônico, metacrilato de 2-dimetilaminoetilo canforoquinona e difenil (2,4,6-trimetilbenzoi)-óxido de fosfina.	Aplicar o adesivo sobre toda a superfície em 20 segundos. Se necessário, voltar a umedecer o aplicador descartável durante o tratamento. Em seguida, aplicar um jato de ar leve sobre o líquido por 5 segundos. Fotopolimerizar por 10 segundos.
P90 System Adhesive 3M ESPE (Sumaré, SP, Brasil) Lote: N117066 N130674	<i>Primer</i> P90: metacrilato 2-hidroxietil, bisfenol A diglicidil éter dimetacrilato (BIS-GMA), água, álcool etílico, ácido-metacriloxi-hexilésteres fosfórico, sílica tratada com silício, dimetacrilato de 1,6-hexanodiol, copolímero de acrílico e ácido itacônico, metacrilato de 2-dimetilaminoetilo, DL-canforoquinona e óxido de fosfina. Adesivo P90: dimetacrilato substituto, sílica tratada com silano, dimetacrilato de trietileno glicol (TEG-DMA), ácido fosfórico metacriloxi-hexilésteres, DL-canforoquinona e dimetacrilato de 1,6-hexanodiol.	Aplicar <i>primer</i> por 15 segundos ativamente, leve jato de ar, fotopolimerizar por 10 segundos. Aplicar o adesivo, jato de ar para espalhar, por 5 segundos. Fotopolimerizar por 10 segundos.
Clearfill SE Bond KURARAY (Kurashiki, Okayama, Japão) Lote: 00955A 01416A	<i>Primer</i> (autocondicionante): 10-metacriloxidecil ihidrogênio fosfato (MDP), 2-hidroxietil metacrilato (HEMA), dimetacrilato hidrófilo, canforoquinona, n.n-dietanol-p-toluidina, água. <i>Bond</i> : 10-metacriloxidecil hidrogeniofosfato (MDP), bis-fenol a glicidil dimetacrilato (Bis-GMA), dimetacrilato hidrófobo, canforoquinona, n.n-dietanol-p-toluidina, sílica coloidal silanizada.	Secar a cavidade e aplicar o <i>primer</i> por 20 segundos, leve jato de ar, observar superfície brilhante. Aplicar o <i>Bond</i> com pincel na cavidade, leve jato de ar. Fotopolimerizar por 10 segundos.

Tabela 3 - Sistemas Adesivos autocondicionantes utilizados.

SISTEMAS ADESIVOS AUTOCONDICIONANTES	pH	NÚMERO DE PASSOS
Adper Easy One 3M ESPE (Sumaré, SP, Brasil) Lote: 1029500346	2,4	1
P90 System Adhesive 3M ESPE (Sumaré, SP, Brasil) Lote: N117066 N130674	2,7	2
Clearfill SE Bond KURARAY (Kurashiki, Okayama, Japão) Lote: 00955A 01416 ^a	2	2

Figura 2. Materiais utilizados: Adper Single Bond 2/ Z 250 (a), Adper Easy One/ Z 250 (b), Sistema Restaurador P90 (c), Clearfill SE Bond/ Z250 (d).

Em seguida, o conjunto anel de PVC/superfície foi fixado num suporte cilíndrico metálico bi-partido com arco estabilizador juntamente com uma matriz bi-partida de teflon, de diâmetros externo de 12 mm e interno de 3 mm e altura de 11 mm, utilizada na confecção do cilindro de resina composta (Figura 3).

Figura 3. Suporte cilíndrico metálico bi-partido e arco estabilizador (a), Matriz bi-partida de Teflon (b).

A inserção da resina composta correspondente a cada sistema adesivo no interior da matriz bipartida de Teflon foi realizada em incrementos em torno de 1 mm cada, sendo polimerizados, um a um, com o auxílio do aparelho fotopolimerizador ULTRALED XP (Dabi Atlante S/A, Ribeirão Preto, SP, Brasil), pelo tempo recomendado pelo fabricante (Figura 4).

Figura 4. Montagem parcial dos dispositivos para a confecção do cilindro de resina composta (a); inserção de resina composta na perfuração cilíndrica da matriz de Teflon (b); fotopolimerização da resina composta (c); e, aspecto final do corpo-de-prova (d).

Após a abertura do suporte metálico e matriz, o corpo-de-prova (conjunto anel de PVC/superfície de dentina/cilindro de resina) foi armazenado em água destilada por 24 horas em estufa a 37 °C, para então realizar a termociclagem e o ensaio de cisalhamento baseado nas normas ISO TR 11405 (1994) e ISO TS 11405 (2003).

3.3 Métodos de Envelhecimento (Termociclagem e Estocagem em Água)

A termociclagem ou ciclagem térmica foi realizada em máquina de simulação de ciclos térmicos (MODELO MSCT-3, São Carlos – BRASIL)². Estes ciclos foram realizados baseados na norma ISO TS 11405 (2003), a qual padroniza para testes de resistência de união a realização de 500 ciclos de termociclagem, sendo que cada ciclo consiste em banho em água a 5 °C por 20 segundos, intervalo de 10 segundos, que corresponde ao intervalo mecânico da máquina seguido do banho em água a 55 °C por 20 segundos. Os ciclos térmicos foram iniciados após 24 horas de estocagem em água à temperatura de 37 °C. Deste modo foram realizados 500 ciclos de termociclagem em dois tipos de simulação de envelhecimento, estabelecidos para este estudo, um com termociclagem com este número de ciclos somente e outro, constituído de estocagem em água destilada por 1 ano previamente à termociclagem de 500 ciclos (Tabela 1). Segundo Gale e Darwell (1999), cerca de 10.000 ciclos são equivalentes ao período de tempo de 1 ano de variações de temperatura às quais uma restauração é submetida no ambiente bucal. Assim, baseando-se neste trabalho, o presente estudo avaliou, também o efeito da termociclagem com a variação do número de ciclos de 10.000 e 30.000, simulando 1 e 3 anos de vida útil da interface adesiva em ambiente bucal.

Os grupos estocados em água à temperatura de 37 °C permaneceram em estufa por um ano, submersos em água destilada substituída quinzenalmente.

² Laboratório Integrado de Pesquisa em Biocompatibilidade de Materiais (LIPEN) do Departamento de Materiais e Prótese da Faculdade de Odontologia de Ribeirão Preto da Universidade de São Paulo.

Assim sendo, foram constituídos os dezesseis grupos experimentais do estudo, avaliando os fatores sistema adesivo (4) e tipo de envelhecimento (4).

3.4 Ensaio de Cisalhamento

Para a realização do teste de cisalhamento, os corpos-de-prova foram posicionados no dispositivo para os ensaios de cisalhamento, na Máquina Universal de Ensaios EMIC (MEM-2000 Model, São José dos Pinhais, PR, Brasil)¹ com velocidade de 0,5mm/minuto e célula de carga de 200 Kgf, até ocorrerem as fraturas. A resistência de união ao cisalhamento foi calculada dividindo-se a força máxima registrada durante o ensaio (em N) pela área de união (em mm²) e expressa em MPa.

O dispositivo metálico utilizado para os ensaios de cisalhamento é constituído por duas partes: 1) Suporte de deslizamento do cinzel (retângulo em aço medindo 48 mm de largura por 24 mm de profundidade e 103 mm de comprimento) com um entalhe tipo gaveta na região frontal (largura de 39 mm na base e 37 mm na superfície e 3 mm de profundidade em toda sua extensão) e um orifício de 2,6 mm de diâmetro situado a 15 mm de sua extremidade (Figura 5a); e, 2) Cinzel ISO (retângulo em aço medindo 48 mm de largura por 6 mm de espessura e 75 mm de comprimento) com um orifício de 5,5 mm de diâmetro, situado a 25 mm de uma de sua extremidade. Este orifício foi usinado de modo a propiciar em toda sua periferia uma espessura de 1 mm. A parte 2 é encaixada no entalhe em gaveta da parte 1, permitindo o seu deslizamento (Figura 5b).

As fraturas foram analisadas em microscópio ótico (Nikon, Modelo 86786, Tóquio, Japão) com aumento de 20X, e classificadas em adesivas, coesivas e mistas.

Figura 5. Dispositivo ISO montado: suporte de deslizamento (a) e cinzel (b).

Figura 6. Dispositivo de cisalhamento ISO TR 11405 montado para os ensaios na Máquina EMIC 2000. Vista simulada da aplicação da força de cisalhamento.

3.5 Análise Qualitativa

Com o objetivo de observar, em microscópio eletrônico de varredura, as camadas híbridas dos sistemas adesivos utilizados, submetidas a diferentes protocolos de envelhecimento, foi preparada uma superfície de dentina a mais para cada um dos dezesseis subgrupos, correspondentes aos quatro adesivos testados e às quatro simulações de envelhecimento empregadas.

Foram utilizadas 16 hemi-seções coronárias vestibulares, obtidas da mesma maneira descrita na divisão dos grupos. Foi realizado desgaste plano da face vestibular para expor a dentina e padronização da *smear layer*, seguindo a mesma especificação do preparo dos corpos-de-prova para o teste de resistência ao cisalhamento. Após serem submetidas ao tipo de envelhecimento proposto, as dezesseis faces vestibulares foram incluídas, com resina acrílica autopolimerizável (Clássico, São Paulo, SP, Brasil), em matriz de silicone (Figura 7).

Posteriormente, as faces vestibulares incluídas em resina foram posicionadas em uma cortadeira metalográfica (Isomet 1000, Buehler Ltd. Lake Bluff, IL, EUA) e seccionadas em lâminas de 2 mm, sob refrigeração, com disco diamantado série 15LC de 0,3 mm de espessura, em velocidade de 250 RPM (Figura 8). Essas lâminas foram polidas manualmente com lixas de carborundum (Norton Ind. e Com. LTDA, São Paulo, SP, Brasil) de granulação decrescente (600, 1200 e 2000) e, em seguida, lavadas em água corrente por 20 minutos.

Figura 7. Inclusão dos corpos-de-prova em matriz de silicone, para realizar os cortes para análise de microscopia eletrônica.

Figura 8. Cortadeira Metalográfica Isomet 1000.

Na sequência, as amostras foram tratadas com ácido fosfórico a 37% por 15 segundos e lavadas durante 20 segundos e, posteriormente, foram mantidas em água destilada em cuba ultrassônica (Ultrasonic Cleaner 1440D, Odontobrás, Ribeirão Preto, SP, Brasil) durante 10 minutos. Em seguida, as superfícies de dentina foram imersas em solução de glutaraldeído a 2,5% (Sigma-Aldrich Corp., St. Louis, MO, USA) tamponado com solução de cacodilato de sódio a 0,1 M e pH 7,4 (Merck KGaA, Frankfurter Str. 250, D-64293 Darmstadt, Germany) à temperatura de 4 °C durante 12 horas. Após fixação, as lâminas dos cortes dentais foram lavadas com água destilada por 1 hora, trocando-a três vezes, para então serem desidratadas em graus ascendentes de etanol 25% (20 minutos), 50% (20 minutos), 75% (20 minutos),

95% (30 minutos) e 100% (60 minutos), suavemente secos em gaze estéril e imersas em HMDS (hexamethyldisilazan, Merck KGaA, Frankfurter Str. 250a D-64293, Darmstadt, Germany), por 10 minutos no interior de capela de exaustão de gases (Perdigão et al., 1995).

Posteriormente, seguiu-se a etapa de metalização (*sputtering*), realizada em suporte metálico especiais (*stubs*) para formação de película uniforme de ouro sobre a superfície a ser observada. Este processo foi realizado no aparelho DENTON VACCUM (DV Modelo DESCK II, Tokyo, Japão), sendo indispensável para a análise em microscopia eletrônica de varredura de toda superfície preparada.

Desse modo, as lâminas com cortes dentais contendo a interface adesiva foram observadas em microscópio eletrônico de varredura JEOL (JEOL, Modelo JSM – Scanning Microscope, Tokyo, Japão) do Laboratório de Microscopia Eletrônica da UNESP, Jaboticabal.

3.6 Análise Estatística

Os valores dos ensaios de cisalhamento foram submetidos à análise estatística. Os testes estatísticos empregados foram Análise de Variância e complementares de Tukey e Scheffé.

4.1 Resultados dos ensaios de resistência ao cisalhamento

Os valores originais consistem de 160 valores numéricos (Tabela 4), resultantes da utilização de quatro sistemas adesivos (Adper Single Bond 2 - ASB2; Adper Easy One - AEO; P90 System Adhesive - P90SA; Clearfill SE Bond - CSEB), quatro tipos de envelhecimento e dez repetições ($4 \times 4 \times 10 = 160$).

Tabela 4 - Dados originais dos ensaios de resistência ao cisalhamento em MPa.

Sistemas Adesivos	Termociclagem 500 ciclos	Termociclagem 10.000 ciclos	Termociclagem 30.000 ciclos	Estocagem 1 ano + 500 ciclos termociclagem
Adper Single Bond 2	20,82	17,02	13,42	32,48
	39,20	30,64	20,12	17,63
	30,05	29,36	15,83	18,51
	19,35	22,60	13,84	13,37
	20,94	15,93	26,16	31,61
	20,07	26,07	26,81	35,65
	20,10	28,55	21,00	12,33
	21,16	27,64	24,45	31,52
	24,23	15,10	27,54	16,15
	13,87	20,33	19,92	22,15
Média (DP)	22,97 ($\pm 6,98$)	23,32 ($\pm 5,91$)	20,90 ($\pm 5,29$)	23,14 ($\pm 8,81$)
Adper Easy One	23,70	10,90	14,63	28,59
	34,03	17,78	22,38	31,89
	27,68	18,03	25,82	31,34
	25,61	22,11	15,24	27,70
	21,75	14,60	29,19	16,20
	25,44	15,81	19,70	28,41
	31,89	17,55	15,71	23,00
	27,90	24,44	20,58	33,81
	18,89	14,46	26,95	21,88
	16,56	18,39	17,29	13,93
Média (DP)	25,34 ($\pm 5,42$)	17,40 ($\pm 3,86$)	20,74 ($\pm 5,21$)	25,67 ($\pm 6,71$)
P90 System Adhesive	17,28	12,89	14,52	2,11
	17,62	10,31	13,21	7,73
	13,37	9,93	10,64	21,66
	13,53	11,17	14,52	18,65
	16,91	10,81	14,74	16,62
	23,95	3,90	17,97	25,44
	14,74	7,17	13,43	13,96
	12,60	9,83	8,63	19,86
	14,00	8,40	8,88	16,72
	22,14	11,14	20,34	6,61
Média (DP)	16,61 ($\pm 3,83$)	9,55 ($\pm 2,52$)	13,68 ($\pm 3,70$)	14,93 ($\pm 7,35$)
Clearfill SE Bond	25,33	9,74	14,18	32,71
	19,59	18,92	14,19	16,35
	15,83	18,31	12,57	22,05
	14,50	16,29	19,45	13,53
	17,54	10,32	16,39	16,60
	13,06	16,89	20,33	23,43
	32,03	10,10	18,89	23,21
	13,87	13,03	15,88	6,20
	24,19	15,12	13,81	8,67
	14,39	17,29	10,87	14,87
Média (DP)	19,03 ($\pm 6,25$)	14,60 ($\pm 3,53$)	15,65 ($\pm 3,11$)	17,76 ($\pm 7,81$)

Os resultados originais foram submetidos aos testes estatísticos preliminares, evidenciando que a distribuição amostral é normal (93%) e homogênea, permitindo o emprego do teste paramétrico Análise de Variância (Tabela 5).

Tabela 5 - Análise de variância dos dados originais.

Fonte de Variação	Soma de Quadrados	GL	Quadrados Médios	F	Prob.(Ho)
Adesivo (A)	2269,1484	3	756,3828	23,38	0,0001% *
Envelhecimento (E)	601,6984	3	200,5661	6,20	0,083% *
Interação A x E	299,0891	9	33,2321	1,03	42,153% ns
Resíduo	4658,4741	144	32,3505		
Variação Total	7828,4102	159			

* Significante em nível de 1%; ns = não significante

A análise de variância evidenciou diferença estatística ($p < 0,01$) para os dois fatores de variação, *adesivo* e *envelhecimento*.

Para o fator de variação *adesivo* foi aplicado o teste complementar de Tukey ($p = 0,05$) e para o fator *envelhecimento* foram aplicados os testes complementares de Tukey ($p = 0,05$) e Scheffé ($p = 0,05$), (Tabelas 6 e 7).

Tabela 6 – Valores médios do Teste de Tukey e médias amostrais para o fator de variação *adesivo*.

Adesivo	Médias ($\pm$ DP)	Valor crítico Tukey
Adper Single Bond 2	22,58 ($\pm$ 6,68) a	3,30
Adper Easy One	22,29 ($\pm$ 6,24) a	
Clearfill SE Bond	16,76 ($\pm$ 5,24) b	
P90 System Adhesive	13,69 ($\pm$ 5,59) b	

Letras iguais indicam similaridade estatística.

Tabela 7 – Valores médios dos Testes de Tukey e Scheffé para o fator de variação *envelhecimento*.

Envelhecimento	Médias ($\pm$DP)	Valor crítico Tukey
500 ciclos termociclagem	20,99 ($\pm$ 6,50) a	3,30
1 ano estocagem e 500 ciclos	20,37 ($\pm$ 8,56) a	
30.000 ciclos termociclagem	17,75 ($\pm$ 5,32) b	
10.000 ciclos termociclagem	16,22 ($\pm$ 6,42) b	

Letras iguais indicam similaridade estatística.

Em relação aos adesivos avaliados, houve diferença estatística significativa, sendo que o Adper Single Bond 2 e o Adper Easy One obtiveram os maiores valores médios de resistência adesiva, sendo semelhantes estatisticamente, e o P90 System Adhesive e o Clearfill SE Bond, os menores valores, sendo também semelhantes estatisticamente.

O grupo experimental do envelhecimento com o teste de termociclagem de 500 ciclos, proposto pela norma ISO TS 11405, apresentou a maior média de resistência ao cisalhamento para todos os sistemas adesivos. Na termociclagem com 10.000 e 30.000 ciclos, os valores médios de resistência ao cisalhamento apresentados foram os menores e não apresentaram diferença estatística entre si, apesar de numericamente serem inferiores nos 10.000 ciclos. Com o envelhecimento de 1 ano de estocagem em água destilada e 500 ciclos térmicos, a média de resistência ao cisalhamento foi a segunda maior, sem apresentar diferença estatística em relação aos valores médios da termociclagem de 500 ciclos. O teste complementar de Scheffé definiu dois grupos de envelhecimentos com diferenças estatísticas significantes, sendo um grupo formado pelos envelhecimentos 500 ciclos de termociclagem e 1 ano de estocagem em água e 500 ciclos de termociclagem, e o outro pelos envelhecimentos de 10.000 e 30.000 ciclos de termociclagem.

A interação *adesivo x envelhecimento* não apresentou diferença estatística significativa na Análise de Variância. O gráfico da Figura 9 foi confeccionado a partir dos dados da Tabela 8.

Tabela 8 - Valores médios da interação *adesivo x envelhecimento* (Mpa).

Adesivo	Envelhecimento			
	500 c term.	10.000 c term.	30.000 c term.	1 ano est. e 500 c
Adper Single Bond 2	22,97	23,32	20,90	23,14
Adper Easy One	25,34	17,40	20,74	25,67
P90 System Adhesive	16,61	9,55	13,68	14,93
Clearfill Se Bond	19,03	14,60	15,65	17,76

Figura 9. Gráfico da Interação *adesivo x envelhecimento*.

Os quatro adesivos avaliados demonstraram alterações na resistência adesiva nos diferentes envelhecimentos propostos. Os sistemas adesivos Adper Easy One e Adper Single Bond 2 apresentaram os maiores valores de resistência adesiva ao cisalhamento, para os diferentes tipos de envelhecimentos simulados. O sistema adesivo Adper Easy One obteve os

maiores valores de resistência adesiva com termociclagem de 500 e com estocagem em água destilada por 1 ano e 500 ciclos de termociclagem, porém seus valores foram numericamente inferiores aos apresentados pelo Adper Single Bond 2 nos testes de termociclagem de 10.000 e 30.000 ciclos.

Os adesivos Adper Easy One e P90 System Adhesive apresentaram comportamento semelhante em relação à termociclagem de 500, 10.000 e 30.000 ciclos, evidenciado pelo paralelismo das linhas que os representam, revelando uma diminuição dos valores de resistência adesiva após 10.000 ciclos térmicos e uma recuperação dos valores médios após 30.000 ciclos. O adesivo Clearfill SE Bond, após 10.000 ciclos de termociclagem, também revelou diminuição dos valores de resistência adesiva, comparado à média dos valores após a termociclagem de 500 ciclos, e aumento destes após 30.000 ciclos de termociclagem, porém não de maneira semelhante aos adesivos Adper Easy One e P90 System Adhesive, e sim menos acentuada. De maneira adversa, o adesivo Adper Single Bond 2 revelou aumento de resistência adesiva após termociclagem de 10.000 em relação à de 500 ciclos e diminuição após 30.000 ciclos de termociclagem. No entanto, de maneira geral, o Adper Single Bond 2, foi o adesivo avaliado que mostrou resultados de resistência adesiva mais constantes frente aos tipos de envelhecimentos utilizados, apresentando um comportamento mais estável.

Todos os sistemas adesivos avaliados apresentaram aumento dos valores de resistência adesiva com estocagem por 1 ano em água destilada e 500 ciclos de termociclagem em relação à termociclagem de 30.000 ciclos. Para o adesivo Adper Easy One, os valores médios neste envelhecimento foram os mais altos; para o Adper Single Bond 2, este valor médio de resistência adesiva foi inferior somente ao valor dos 10.000 ciclos de termociclagem; e, para os adesivos P90 System Adhesive e Clearfill SE Bond, estes valores só não foram superiores aos de 500 ciclos de termociclagem.

4.2 Análise das fraturas

A análise do tipo de fratura indicou que para o sistema adesivo Adper Single Bond 2 prevaleceram fraturas adesivas nos envelhecimentos de termociclagem de 500 e 30.000 ciclos, enquanto que na termociclagem com 10.000 ciclos e com estocagem em água destilada e 500 ciclos de termociclagem prevaleceram fraturas mistas, do tipo adesiva/coesiva em resina. Foram verificadas também, em menor porcentagem fraturas coesivas nas termociclagens de 500 e 30.000 ciclos e na estocagem de 1 ano em água destilada e 500 ciclos de termociclagem.

Para o sistema adesivo Adper Easy One prevaleceram as fraturas mistas, do tipo adesiva/coesiva em resina nos envelhecimentos de 500 e 30.000 ciclos de termociclagem e em 1 ano de estocagem em água destilada com 500 ciclos de termociclagem, e, no grupo dos 10.000 ciclos de termociclagem, fraturas adesivas. O restante das fraturas analisadas foram, em menor porcentagem, coesivas apenas nos envelhecimentos de 500 e 10.000 ciclos de termociclagem, e mistas, do tipo adesiva/coesiva em dentina, em 500 ciclos de termociclagem.

O sistema adesivo P90 System Adhesive apresentou predominantemente fraturas adesivas após os envelhecimentos de termociclagem de 500, 10.000 e 30.000 ciclos e mistas, do tipo adesivas/coesivas em resina no grupo de 1 ano de estocagem em água e 500 ciclos de termociclagem. Em menor porcentagem, este sistema apresentou fraturas coesivas em todos os tipos de envelhecimentos e mistas, do tipo adesiva/coesiva em dentina, apenas após termociclagem de 500 ciclos.

Houve predominância de fraturas adesivas nos grupos de termociclagens de 500, 10.000 e 30.000 ciclos e de fraturas mistas, do tipo adesiva/coesiva em resina com estocagem de 1 ano em água destilada e 500 ciclos de termociclagem para o sistema adesivo Clearfill SE

Bond. Na termociclagem de 500 ciclos, não houveram fraturas mistas e apenas 10% de fraturas coesivas. Com a estocagem de 1 ano em água e 500 ciclos de termociclagem houve 10% de fraturas mistas, do tipo adesiva/coesiva em dentina.

Os resultados da análise dos tipos de fraturas estão demonstrados nas Figuras 12 a 15.

Figura 12. Gráfico da distribuição dos tipos de fratura, para o adesivo Adper Single Bond 2.

Figura 13. Gráfico da distribuição dos tipos de fratura, para o adesivo Adper Easy One.

Figura 14. Gráfico da distribuição dos tipos de fratura, para o adesivo do P90 System Adhesive.

Figura 15. Gráfico da distribuição dos tipos de fratura, para o adesivo Clearfill SE Bond.

4.3 Análise da interface adesiva por meio de Microscopia Eletrônica de Varredura

As fotomicrografias das interfaces adesivas dentina-humana obtidas por meio de microscopia eletrônica de varredura revelaram que todos os sistemas adesivos estudados demonstraram a formação da camada híbrida e de *tags*.

O sistema Adper Single Bond 2, de condicionamento total, apresentou camada híbrida mais espessa, com impregnação consistente da dentina superficial pelo adesivo e regularidade de formação de *tags* longos, em formato de cilindro e funil, em relação à densidade tubular da dentina, em todos os tipos de envelhecimentos, comparados aos três outros sistemas adesivos observados.

O sistema Adper Easy One, sistema autocondicionante de passo único, também demonstrou capacidade de formação de *tags* longos e impregnação regular da dentina superficial pelo adesivo, diferindo sensivelmente do Adper Single Bond 2 quanto à espessura mais delgada da camada híbrida.

O sistema P90 System Adhesive, sistema autocondicionante de dois passos, por sua vez, revelou irregularidade na capacidade de formação de *tags* em relação à densidade tubular da dentina; contudo, a camada híbrida observada também demonstrou consistência de impregnação da dentina superficial e pequena espessura de hibridização, de forma semelhante ao sistema adesivo Adper Easy One.

O sistema autocondicionante de dois passos Clearfil SE Bond apresentou camada híbrida delgada e consistente, porém também mostrou menor potencial de formação de *tags*, quando comparado aos sistemas adesivos estudados. Os *tags* formados pelos adesivos P90 System Adhesive e Clearfil SE Bond apresentaram-se, predominantemente, mais curtos e de formato cilíndrico, quando comparados aos sistemas adesivos Adper Single Bond 2 e Adper Easy One.

Figura 10. Imagens de Microscopia Eletrônica de Varredura das interfaces adesivas dos sistemas adesivos Adper Single Bond 2 e Adper Easy One, com os diferentes envelhecimentos: a) 500 ciclos de termociclagem, b) 10.000 ciclos de termociclagem, c) 30.000 ciclos de termociclagem e d) estocagem em água destilada por 1 ano e 500 ciclos de termociclagem; com aumento de 1500X. R: resina, CH: camada híbrida, D: dentina.

Figura 11. Imagens de Microscopia Eletrônica de Varredura das interfaces adesivas dos sistemas adesivos P90 System Adhesive e Clearfill Se Bond, com os diferentes envelhecimentos: a) 500 ciclos de termociclagem, b) 10.000 ciclos de termociclagem, c) 30.000 ciclos de termociclagem e d) estocagem em água destilada por 1 ano e 500 ciclos de termociclagem; com aumento de 1500X. R: resina, CH: camada híbrida, D: dentina.

Os resultados deste estudo mostraram que a resistência ao cisalhamento da interface dentina humana-resina composta é dependente do sistema *adesivo* e do *envelhecimento*.

Na prática odontológica atual, o sucesso da adesão de materiais resinosos ao substrato dental é fundamental, assim como sua durabilidade. Diante disso, inúmeros sistemas adesivos têm sido desenvolvidos baseados em maior conhecimento de componentes e do mecanismo de adesão para proporcionar restaurações estéticas eficientes e duradouras (Silva e Souza Junior et al., 2010).

Os sistemas adesivos contemporâneos são classificados de acordo com sua estratégia de condicionamento do substrato e de acordo com o número de passos envolvidos no procedimento de adesão, sendo então, divididos em sistemas adesivos de condicionamento total, de três ou dois passos e sistemas adesivos autocondicionantes de dois passos ou de passo único. Devido à facilidade da técnica, os autocondicionantes tornaram-se populares, assim, muitos estudos avaliando sua resistência adesiva e durabilidade têm sido realizados (Van Meerbeek et al., 2003b).

Dentre os sistemas adesivos avaliados no presente estudo, foi utilizado um de condicionamento total, e os demais foram sistemas autocondicionantes, sendo o Adper Single Bond 2, de condicionamento total de dois passos; o Adper Easy One, autocondicionante de passo único e, P90 System Adhesive e Clearfill SE Bond, autocondicionantes de dois passos. Os resultados obtidos revelaram que o sistema adesivo, enquanto “fator de variação”, influenciaram a resistência ao cisalhamento da interface dentina humana-resina composta, sendo que os adesivos Adper Single Bond 2 e Adper Easy One apresentaram os maiores valores médios de resistência ao cisalhamento, não havendo diferenças estatísticas entre eles. Enquanto que os sistemas adesivos P90 System Adhesive e Clearfill SE Bond comportaram-se de maneira semelhante, apresentando os menores valores médios de resistência adesiva.

Em relação ao fator *adesivo*, deve-se considerar sua composição específica, com diferentes componentes, como monômeros, solventes e partículas de carga, os quais possuem propriedades e características individuais que influenciam na adesão. Inúmeros trabalhos na

literatura destacam que a composição química do sistema adesivo é fator determinante para seu sucesso clínico (Perdigão et al., 1997; Van Landuyt et al., 2007; Salz, Bock, 2010; Villela-Rosa et al., 2011).

Os resultados dos sistemas adesivos Adper Single Bond 2 e o Adper Easy One foram semelhantes estatisticamente, o que pode estar diretamente ligado à similaridade de suas composições químicas. Estes dois produtos possuem composição semelhante, com exceção do ácido fosfórico-6-meta-criloxi-hexilésteres, monômero ácido do Adper Easy One. Este é o componente responsável por eliminar a etapa de condicionamento ácido, o que o caracteriza como um adesivo autocondicionante (Kikuti et al., 2012).

O Adper Single Bond 2 trata-se de um sistema adesivo de condicionamento total de dois passos amplamente estudado e utilizado. Por isto, este foi selecionado para a comparação aos demais sistemas autocondicionantes, considerado o “controle”. Em sua composição, o Adper Single Bond 2 apresenta o monômero hidrofílico HEMA que facilita a infiltração do produto na dentina (Perdigão et al., 1999), assim como os demais sistemas adesivos utilizados neste trabalho. O solvente deste sistema, como também nos outros adesivos testados, trata-se de uma combinação de água e etanol, importante para assegurar a difusão dos monômeros na dentina desmineralizada (Silva e Souza Junior et al., 2010). Após a difusão dos monômeros, os solventes devem ser eliminados para não interferirem na polimerização deixando a camada de adesivo permeável, prejudicando a resistência adesiva (Jacobsen, Söderholm, 1995). Vários fatores podem facilitar a evaporação do solvente, no que se refere à composição, a associação do etanol à água, além da correta técnica de aplicação do adesivo, como por exemplo, a não polimerização imediata e a utilização de leve jato de ar.

Outros componentes presentes no adesivo Adper Single Bond 2, em proporção de 10%, são as nanopartículas de sílica de 5nm, no entanto, partículas de carga similares também fazem parte da composição dos outros adesivos utilizados. Estas partículas podem ajudar a estabelecer um filme de resina que estabiliza a camada híbrida (Cardoso et al., 2001). De

acordo com Miyazaki et al. (1995), a camada intermediária de adesivo com carga promove a formação de uma zona elástica com melhor capacidade para “amortecer” as tensões geradas durante a contração de polimerização da resina. Por sua vez, a presença de ácidos poliacrílicos no sistema adesivo Adper Single Bond 2, assim como copolímeros poliacrílicos semelhantes nos outros dois sistemas adesivos do mesmo fabricante (3M ESPE), Adper Easy One e P90 System Adhesive, que podem promover a quelação com o cálcio e formação de pontes de hidrogênio com os componentes da dentina, pode também ser um fator relacionado aos valores mais altos de resistência adesiva apresentados pelo produto.

Van Meerbeek et al. (1994) concluíram que a remoção da *smear layer* promovida por um passo separado de condicionamento, realizado previamente à aplicação do adesivo, produz uma adesão mais real e duradoura à dentina. Mais recentemente, Peumans et al. (2005a) mostraram, em seu trabalho de revisão de literatura, bons resultados clínicos para os sistemas adesivos de condicionamento total. No entanto, frequentemente são descritos na literatura, problemas inerentes à técnica convencional. Estudos relatam, que a desmineralização prévia seguida da hibridização dos tecidos em etapas separadas, ambas realizadas na técnica convencional, podem fazer com que nem toda a camada desmineralizada pelo ácido fosfórico seja hibridizada pelo sistema adesivo. Assim, uma zona fragilizada em região profunda, em que as fibrilas colágenas ficam expostas e não recobertas por adesivo, pode estar presente, causando, entre outros problemas, sensibilidade pós-operatória. De acordo com esta consideração, o recente trabalho de Van Meerbeek et al. (2011) sugeriu que o condicionamento da dentina com ácido fosfórico poderia ser considerado um passo muito agressivo devido a todas as consequências da exposição do colágeno em relação à degradação e à durabilidade da união. Além disso, o condicionamento ácido em etapa separada envolve o passo de secagem da dentina, o qual é considerado crítico e difícil de ser realizado,

apresentando um caráter subjetivo, pois a técnica torna-se sensível a variações de operador (Tay e Pashley, 2002; Koshiro et al., 2005).

Deste modo, além da composição química do produto Adper Single Bond 2, a utilização da técnica úmida, de maneira adequada, pode ter favorecido os maiores valores médios apresentados por este produto, no presente estudo.

Segundo Van Meerbeek et al. (2010), dentre os adesivos autocondicionantes, os de dois passos têm mostrando resultados de resistência adesiva superiores em relação aos autocondicionantes de passo único, pois estes sistemas envolvem a aplicação de uma camada separada de adesivo hidrófobo após a aplicação do *primer* autocondicionante hidrofílico, fazendo com que a interface seja mais hidrófoba e impermeável, beneficiando a durabilidade da adesão. Muitos trabalhos da literatura apresentam maiores valores de resistência de união para o autocondicionante de dois passos Clearfill SE Bond, sendo este considerado como “padrão ouro” na comparação entre adesivos autocondicionantes (Ansari et al., 2008; Burrow et al., 2008; Mine et al., 2009). No entanto, neste estudo o Clearfill SE Bond apresentou resultados de resistência adesiva inferiores ao Adper Easy One, adesivo autocondicionante de passo único.

Dentre os fatores que podem interferir na performance dos adesivos autocondicionantes destaca-se o pH do produto. Os adesivos autocondicionantes podem ser classificados em leve ($\text{pH} > 2$), intermediário ($1 < \text{pH} < 2$), e forte ($\text{pH} < 1$), como citado por Van Meerbeek et al. (2003b). Dependendo da agressividade, estes podem diferir na capacidade de penetrar a camada de esfregaço de dentina e na profundidade da desmineralização (Zhang, Wang, 2012). Os adesivos autocondicionantes leves, ao condicionar a dentina, mantêm alguns cristais de hidroxiapatita em torno de fibras colágenas, o que possibilita a interação química entre esta hidroxiapatita residual e monômeros funcionais do sistema adesivo (Van Meerbeek

et al., 2003b; Yoshida et al., 2004; Van Landuyt et al., 2007; Silva e Souza Junior et al. 2010, Sarr et al., 2010).

Em relação ao adesivo Adper Easy One de pH 2,4, classificado como “leve”, pode ser considerado que, além de apresentar componentes importantes para boa resistência adesiva em sua formulação, como descrito anteriormente, seu pH é maior que do adesivo Clearfill SE Bond de pH 2, também classificado como leve, sendo portanto mais suave, tal fato pode ter favorecido os maiores valores de resistência adesiva apresentados pelo produto, no presente estudo.

Por sua vez, o P90 System Adhesive é um sistema adesivo autocondicionante de dois passos idealizado para promover a união de compósitos à base de silorano ao substrato dental. Uma das barreiras à integridade marginal de restaurações estéticas refere-se à contração de polimerização de resinas compostas à base de metacrilato, amplamente utilizadas (Peutzfeldt; Asmussen; 2004). Os compósitos à base de silorano, segundo informações fornecidas pelo fabricante, possuem uma reação de polimerização diferente, a qual apresenta contração volumétrica muito menor. De acordo com Tezvergil-Mutluay et al. (2008), nas resinas convencionais, à base de metacrilatos, o oxigênio, inibidor da polimerização, se liga nos radicais livres e esta camada inibida pelo oxigênio melhora a adesão da malha monomérica entre as camadas de adesivo e de material restaurador, pela formação de união covalente. De outra maneira, os siloranos apresentam reação catiônica, não havendo camada inibida pelo oxigênio na superfície polimerizada. Deste modo, a resistência da união entre as camadas de adesivo e de material restaurador depende somente da reatividade entre o adesivo e o compósito restaurador, o que provavelmente explica baixos valores médios de resistência adesiva (Garcia et al., 2008).

Outro aspecto referente ao P90 System Adhesive refere-se ao mecanismo de estabelecimento da camada híbrida. Segundo Garcia et al. (2011), este adesivo, por possuir

pH de 2,7 é considerado “leve” e, levando-se em conta que este pH é maior em relação aos demais adesivos testados neste estudo, sugere-se que este material pode não ter promovido condicionamento eficaz do substrato dentinário. O P90 System Adhesive necessita da aplicação de duas soluções resinosas, a primeira hidrófila e a segunda hidrófoba em ordem de aplicação, sendo a primeira solução fotopolimerizada separadamente, o que não ocorre com os outros adesivos estudados (Mine et al., 2010). Esta polimerização da primeira solução resinosa em um substrato pouco ou menos condicionado simultaneamente, poderá interferir na permeabilidade e difusão da segunda camada resinosa, podendo ainda, estar diretamente relacionado com a menor resistência de união demonstrada por este sistema adesivo. Certamente, a contínua realização de estudos sobre este material é extremamente importante para a compreensão do comportamento demonstrado pelo P90 System Adhesive, uma vez que este material faz parte de uma inovação, em termos de matrizes poliméricas, utilizadas em restaurações diretas na prática clínica.

Em relação ao fator *envelhecimento* avaliado, os valores médios de resistência adesiva com o teste de termociclagem de 500 ciclos, proposto pelas normas ISO TR 11405 (1994) e ISO TS 11405 (2003), foram os maiores para todos os sistemas adesivos utilizados em relação aos outros tipos de envelhecimentos aplicados. Muitos trabalhos sugerem que, provavelmente, este número de ciclos seja muito pequeno para a obtenção de um efeito de envelhecimento (Miyazaki et al. 1998; Gale, Darvell, 1999; Nikaido et al, 2002). Assim como a revisão de Leloup et al. (2001) relata que a termociclagem não mostrou efeito significativo na resistência de união, sendo que, a maioria dos estudos utilizados na revisão aplicaram a termociclagem padronizada pela norma ISO com 500 ciclos. No presente trabalho, a termociclagem com 500 ciclos foi o envelhecimento considerado inicial, e, no planejamento do estudo foi padronizado e definido estes mesmos 500 ciclos térmico após a estocagem em água destilada por um ano a

37 °C, a fim de se obter melhores parâmetros de comparação entre os tipos de envelhecimentos empregados.

A estocagem em água é uma técnica de envelhecimento artificial muito utilizada, sendo o período de estocagem definido de acordo com o estudo a ser realizado. Na literatura, trabalhos demonstram que os valores de resistência de união após a estocagem em água, normalmente diminuem em curtos ou longos períodos de tempo (Shono et al., 1999; Fukushima et al., 2001; De Munck et al., 2003), sugerindo degradação dos componentes da interface adesiva ocasionada pelo processo de hidrólise (De Munck et al., 2005). Adversamente, neste estudo, os valores médios de resistência adesiva, apresentados após a estocagem em água destilada por um ano, foram semelhantes estatisticamente, com valores médios apresentados ligeiramente inferiores aos valores de resistência adesiva após a termociclagem de 500 ciclos. Estes resultados sugerem que, mesmo que a durabilidade da união dependa da estabilidade hidrolítica de componentes da resina, a degradação não pode ser completamente atribuída aos efeitos da água (Amaral et al, 2007). Adicionalmente, a degradação é um processo complexo que inclui a desintegração e dissolução de materiais na saliva e outros tipos de eventos químicos e físicos causados pela força oclusal e estresse térmico, bem como os ataques enzimáticos e efeitos da variação do pH (Örtengren et al, 2001; Carrilho et al., 2004).

Por outro lado, de acordo com Aguilar et al. (2002), a termociclagem como teste de envelhecimento artificial, de certa forma, envolve mais um fator de degradação além da água, o estresse térmico. Segundo Saboia et al. (2009), devido à capacidade de avaliar os resultados de *stress* térmico e de exposição prolongada em água, simultaneamente, a termociclagem tem sido freqüentemente utilizada para simular o processo de envelhecimento natural em interfaces de união.

Ainda em relação ao fator envelhecimento, após a termociclagem de 10.000 ciclos, os valores de resistência adesiva apresentados neste trabalho foram os mais baixos, mostrando o efeito negativo deste tratamento na adesão. Os valores de resistência adesiva após termociclagem de 30.000 ciclos foram semelhantes estatisticamente, porém numericamente superiores quando comparados aos de 10.000 ciclos. Vários estudos relatam o efeito negativo da termociclagem nos valores de resistência de união após um grande número de ciclos, como por exemplo, 15.000 ou 30.000 (Miyazaki et al., 1998; Yang et al., 2005; Inoue et al., 2005; Amaral et al., 2007). Amaral et al. (2007) destacam que os estudos envolvendo termociclagem, como método artificial de envelhecimento, mostram uma grande variedade de número de ciclos, temperatura, duração e intervalo dos banhos. Por isso, os resultados obtidos, em estudos da literatura, mostram-se contraditórios. Deve-se considerar ainda que, além da variação no regime da termociclagem, segundo Helvatjoglu-Antoniades, Koliniotou-Kubia e Dionyssopoulos (2004), o efeito deste tratamento na resistência de união também depende do sistema adesivo utilizado e os estudos utilizam produtos diversos. Aguilar et al. (2002) demonstraram que 3.000 ciclos de termociclagem não influenciaram a resistência de união. No trabalho de Akin et al. (2012), os resultados de resistência à microtração também não mostraram diferenças significantes após 10.000 ciclos de termociclagem. Contrariamente, Freeman et al. (2012) demonstraram a influência negativa deste tratamento com apenas 1.000 ciclos na resistência ao cisalhamento. Os valores numericamente superiores após 30.000 ciclos de termociclagem, obtidos neste trabalho, podem ser explicados pela absorção de água durante a termociclagem mais longa, a qual pode compensar a contração de polimerização da resina, minimizando a ocorrência desses *stresses* que poderiam induzir à falha adesiva (Perdigão, 1995).

Apesar da interação dos fatores *adesivo* e *envelhecimento* não ter apresentado diferença estatística significativa, os quatro adesivos avaliados demonstraram alterações na

resistência adesiva após diferentes envelhecimentos. Os sistemas adesivos Adper Easy One, P90 System Adhesive e Clearfill SE Bond apresentaram redução nos valores médios de resistência adesiva na termociclagem de 10.000 ciclos, se comparados ao tratamento com 500 ciclos. Desta forma, para estes três adesivos, 10.000 ciclos de termociclagem influenciaram negativamente na resistência de união, porém de maneira menos intensa para o adesivo Clearfill SE Bond. O adesivo Clearfill SE Bond apresenta em sua composição o monômero 10-MDP (10-metacrilóiloxidecil di-hidrogênio fosfato), monômero funcional de alto peso molecular, que interage mais intensamente com a hidroxiapatita, cujo sal de cálcio tem mostrado ser mais estável, quando comparado com outros monômeros (Yoshida et al., 2004; Inoue et al., 2005). Inoue et al. (2005) demonstraram que para o adesivo composto pelo monômero 10-MDP a resistência adesiva não decresceu significativamente após 100.000 ciclos de termociclagem, destacando o conceito de que a durabilidade a longo prazo depende do potencial de ligação química do monômero funcional. No presente estudo, após a termociclagem de 30.000 ciclos, os valores médios de resistência adesiva aumentaram em relação ao envelhecimento com 10.000 ciclos, mas ainda mostraram-se inferiores a 500 ciclos, sugerindo que este tratamento também influenciou negativamente a resistência adesiva; porém, a absorção de água pode ter contribuído para compensar a contração de polimerização da resina (Perdigão, 1995). De modo contrário, para o Adper Single Bond 2, após a termociclagem de 10.000 ciclos, os valores de resistência adesiva apresentaram pequeno aumento quando comparados aos 500 ciclos e somente com 30.000 ciclos estes valores apresentaram-se inferiores aos valores de termociclagem de 500 e 10.000 ciclos. Desta maneira, para o Adper Single Bond 2 a termociclagem teve uma influência negativa na resistência de união apenas com 30.000 ciclos de envelhecimento artificial.

Todos os sistemas adesivos avaliados apresentaram elevados valores de resistência adesiva após a estocagem por 1 ano em água destilada e 500 ciclos de termociclagem, sendo

similares, ligeiramente mais altos ou mais baixos que os valores médios apresentados após a termociclagem de 500 ciclos. Para o Adper Easy One, os valores médios com este envelhecimento foram os mais elevados; para o Adper Single Bond 2, o valor médio de resistência adesiva foi inferior somente ao dos 10.000 ciclos de termociclagem, e, para os adesivos P90 System Adhesive e Clearfill SE Bond, estes valores só não foram superiores aos de 500 ciclos de termociclagem. Os resultados do presente estudo podem sugerir que a estocagem em água destilada por um ano a 37 °C, ou seja, em condições de temperatura constante, o que não ocorre em ambiente oral, pode não ter sido suficiente para provocar diminuição relevante nos valores de resistência adesiva comparada com os outros métodos de envelhecimento testados.

Na literatura, apesar da quantidade limitada de dados de pesquisas *in vitro*, no que se refere à durabilidade, os adesivos autocondicionantes contemporâneos “leves” de dois passos têm mostrado resultados mais duráveis que os resultados dos adesivos *all-in-one* (De Munck et al., 2005). Estes dados são corroborados por pesquisa clínica, como a de Brackett et al (2002), na qual o adesivo autocondicionante de passo único “forte” Prompt L Pop apresentou uma taxa de retenção de apenas 1 ano, em contraste com o autocondicionante “suave” de dois passos Clearfill SE Bond, que apresentaram resultados para até 2 anos (Peumans et al., 2005b; Turkun, 2003). Portanto, os resultados de resistência de união superiores do adesivo Adper Easy One, autocondicionante de passo único atual, em relação ao Clearfill SE Bond, apresentados neste estudo, reforça a necessidade de estudos futuros em relação à durabilidade dos novos adesivos autocondicionantes *all-in-one*, considerando que o sucesso a longo prazo de restaurações com sistemas adesivos modernos é limitado pela durabilidade destes materiais no meio oral (Peumans et al., 2005a).

Adicionalmente, no presente estudo foi realizada a análise qualitativa da interface dentina humana-resina composta de todos os dezesseis grupos experimentais, por meio da

microscopia eletrônica de varredura. Esta análise teve como objetivo registrar os aspectos das interfaces adesivas de maneira ilustrativa, destacando aqueles predominantes e pertinentes à análise da resistência adesiva realizada. De acordo com Van Meerbeek et al. (2000), este tipo de análise é uma das primeiras e mais usadas técnicas para se avaliar qualitativamente a adesão à dentina.

De acordo com os aspectos obtidos nas imagens coletadas, foi observado potencial de formação de camada híbrida e de *tags* por todos os sistemas adesivos, sendo que o sistema Adper Single Bond 2, de condicionamento total, demonstrou camada híbrida uniforme e mais espessa, e formação de *tags* mais longos em maior quantidade que os outros sistemas autocondicionantes. Os três sistemas autocondicionantes, por sua vez, apresentaram camada híbrida sensivelmente mais delgada, comparativamente ao adesivo de condicionamento total. Esta observação é corroborada por Osório et al (2003), considerando a espessura como a maior diferença observada entre as interfaces adesivas formadas a partir de sistemas adesivos de condicionamento total e autocondicionantes.

Observando os resultados da resistência da união referentes ao fator sistema adesivo, pode-se verificar que os sistemas Adper Single Bond 2 e Adper Easy One obtiveram os dois valores maiores valores médios, semelhantes estatisticamente. Para o melhor entendimento deste achado, a literatura relata que embora a camada híbrida formada por sistemas adesivos autocondicionantes se apresente menos espessa, estes produtos têm apresentado resistência adesiva imediata alta (Osório et al., 2003; Toledano et al., 2006), o que sugere não haver relação entre a espessura da camada híbrida e eficácia da adesão frente à uniformidade da desmineralização criada e impregnada pela resina (Tay, Pashley, 2001).

Assim, os resultados deste estudo evidenciam a importância do amplo conhecimento do processo de adesão ao substrato dentinário e de todos os fatores relacionados a este substrato e ao adesivo utilizado. Desta maneira, pode se afirmar que a constante avaliação sobre o comportamento dos produtos utilizados em procedimentos adesivos faz-se necessária

diante da velocidade em que surgem novos sistemas adesivos ou das alterações e reformulações realizadas pelos fabricantes.

6 Conclusões

Baseado nos resultados obtidos, e dentro das limitações do estudo *in vitro*, pode-se concluir que:

- os quatro adesivos dentais testados influenciaram a resistência da interface adesiva, formando dois grupos de adesivos com diferenças estatísticas significantes;
- os quatro tipos de envelhecimento utilizados influenciaram a resistência da interface adesiva, formando dois grupos de envelhecimento com diferenças estatísticas significantes;
- a interação adesivo/envelhecimento não interferiu na resistência da interface adesiva;
- os adesivos Adper Single Bond 2 e Adper Easy One apresentaram maior resistência adesiva; e,
- os envelhecimentos “500 ciclos de termociclagem” e 1 ano de estocagem em água destilada a 37 °C e 500 ciclos de termociclagem” apresentaram maior resistência da união.

Referências

REFERÊNCIAS¹

1. Aguilar LT, Rezende NP, Reis A, Loguercio AD, Grande RH, Ballester RY, Singer Jda M. Tensile bond strength of adhesive systems effects of primer and thermocycling. *Pesqui Odontol Bras.* 2002;16(1):37-42.
2. Akin GE, Herguner-Siso S, Ozcan M, Ozel-Bektas O, Akin H. Bond strengths of one-step self-etch adhesives to laser-irradiated and bur-cut dentin after water storage and thermocycling. *Photomed Laser Surg.* 2012;30(4):214-21.
3. Amaral FL, Colucci V, Palma-Dibb RG, Corona SA. Assessment of in vitro methods used to promote adhesive interface degradation: a critical review. *J Esthet Restor Dent.* 2007;19(6):340-53.
4. Ansari ZJ, Sadr A, Moezizadeh M, Aminian R, Ghasemi A, Shimada Y, Tagami J, Ansari SJ, Moayedi S. Effects of one-year storage in water on bond strength of self etching adhesives to enamel and dentin. *Dent Mater J* 2008;27(2):266-72.
5. Brackett WW, Covey DA, St Germain HA Jr. One-year clinical performance of a self-etching adhesive in class V resin composites cured by two methods. *Oper Dent.* 2002;27(3):218-22.
6. Buonocore MG. A simple method of increasing the adhesion of acrylic filling materials to enamel surface. *J Dent Res.* 1955;34(6):849-53.
7. Buonocore MG, Wileman W, Brudevold F. A report on a resin composition capable of bonding to human dentin surfaces. *J Dent Res.* 1956;35(6):846-51.
8. Burrow MF, Kitasako Y, Thomas CD, Tagami J. Comparison of enamel and dentin microshear bond strengths of a two-step self-etching priming system with five all-in-one systems. *Oper Dent.* 2008;33(4):456-60.
9. Cardoso PE, Carrilho MRO, Franchi CE, Perdigao J. Microtensile bond strengths of one bottle dentin adhesives. *Am J Dent.* 2001;14(1):22-4.
10. Cardoso PE, Placido E, Moura SK. Microleakage of four simplified adhesive systems under thermal and mechanical stresses. *Am J Dent.* 2002; 15(3):164-8.
11. Cardoso MV, de Almeida Neves A, Mine A, Coutinho E, Van Landuyt K, De Munck J, Van Meerbeek B. Current aspects on bonding effectiveness and stability in adhesive dentistry. *Aust Dent J.* 2011;56(1):31-44.
12. Carrilho MRO, Carvalho RM, Tay FR, Pashley, DH. Effects of storage media on mechanical properties of adhesive systems. *Am J Dent* 2004;17:104-8.

¹ De acordo com o Estilo Vancouver. Disponível em: <http://www.bcrp.pcarp.usp.br/serv5-norma.asp>. Acesso em 26/06/2012.

13. Carvalho RM, Carrilho MR, Pereira LC, Garcia FC, Marquezini Jr L, Silva SM, Kussmaul AP. Sistemas adesivos: fundamentos para aplicação clínica. *Bio Odonto-Publicações Científicas*, Bauru, v.2, n.1, p.6-86, jan./fev. 2004.
14. De Munck J, Van Meerbeek B, Yoshida Y, Inoue S, Vargas M, Suzuki K, Lambrechts P, Vanherle G. Four-year water degradation of total-etch adhesives bonded to dentin. *J Dent Res*. 2003;82(2):136-40.
15. De Munck J, Van Landuyt K, Peumans M, Poitevin A, Lambrechts P, Braem M, Van Meerbeek B. A critical review of the durability of adhesion to tooth tissue: Methods and Results. *J Dent Res*. 2005;82(2):118-32.
16. Ferracane JL, Berge HX, Condon JR. In vitro aging of dental composites in water. Effect of degree conversion, filler volume and filler/matrix coupling. *J Biomed Mater Res*. 1998;42:465-72.
17. 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.
18. Freeman R, Varanasi S, Meyers IA, Symons AL. Effect of air abrasion and thermocycling on resin adaptation and shear bond strength to dentin for an etch-and-rinse and self-etch resin adhesive. *Dent Mater J*;31(2):180-8.
19. Fukushima T, Inoue Y, Miyazaki K, Itoh T. Effect of primers containing N-methylolacrylamide or N-methylolmethacrylamide on dentin bond durability of a resin composite after 5 years. *J Dent*. 2001; 29(3):227-34.
20. Gale MS, Darvell BW. Thermal cycling procedures for laboratory testing of dental restorations. *J Dent*. 1999; 27(2):89-99.
21. Garcia RN, Schaible BR, Lohbauer U, Petschelt A, Frankenberger R. Resistência de união de sistemas adesivos autocondicionantes em dentina profunda. *RSBO*. 2008;5(3):39-47.
22. Garcia RN, Alvarez AEG, Dias CE, MAzaro MA, Firmo T, Stuker H, Giannini M. Avaliação da resistência de união de sistemas restauradores contemporâneos em esmalte e dentina. *RSBO*. 2011; 8(1):60-7.
23. Gwinnett AJ. Moist versus dry dentin: its effect on shear bond strength. *Am J Dent*. 1992;5(3):127-129.
24. Giannini M, Seixas CA, Reis AF, Pimenta LA. Six-month storage-time evaluation of one-bottle adhesive systems to dentin. *J Esthet Restor Dent*. 2003;15(1):43-8
25. Hashimoto M, Ohno H, Sano H, Tay FR, Kaga M, Kudou Y, Oguchi H, Araki Y, Kubota M. Micromorphological changes in resin-dentin bonds after 1 year of water storage. *J Biomed Mater Res*. 2002;63(3):306-11.
26. Hashimoto M, Ohno H, Sano H, Kaga M, Oguchi H. In vitro degradation of resin-dentin bonds analyzed by microtensile bond test, scanning and transmission electron microscopy. *Biomater*. 2003;24(21):3795-803.

27. Hashimoto M. A review-Micromorphological evidence of degradation in resin-dentin bonds and potential preventional solutions. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater.* 2010;92(1):268-80.
28. Helvatjoglu-Antoniades M, Koliniotou- Kubia E, Dionyssopoulos P. The effect of thermal cycling on the bovine dentine shear bond strength of current adhesive systems. *J Oral Rehabil.* 2004;31(9):911-7.
29. Inoue S, Koshiro K, Yoshida Y, De Munck J, Nagakane K, Suzuki K, Sano H, Van Meerbeek B. Hydrolytic stability of self-etch adhesives bonded to dentin. *J Dent Res.* 2005 Dec;84(12):1160-4.
30. INTERNATIONAL STARDADIZATION ORGANIZATION. Dental Materials-Guidance on testing of adhesion to tooth structure. ISO/TR 11405, 1-14 Geneva, Switzerland: ISO, 1994.
31. INTERNATIONAL STARDADIZATION ORGANIZATION. Dental Materials-Testing of adhesion to tooth structure. ISO/TS 11405, 1-16 Geneva, Switzerland: ISO, 2003.
32. Jacobsen T, Söderholm KJ. Some effects of water on dentin bonding. *Dent Mater.* 1995; 11(2):133-41.
33. Kanca J3rd. Resin bonding to wet substrate II. Bond to enamel. *Quintessence Int.* 1992;23(9):625-627.
34. Kitasato Y, Burrow MF, Nikaido T, Tagami J. The influence of storage solution on dentin bond durability of resin cement. *Dent Mater.* (2000); 16(1):1-6.
35. Kikuti WY, Chaves FO, Di Hipólito V, Rodrigues FP, D Alpino PH. Fracture resistance of teeth restored with different resin-based restorative systems. *Braz Oral Res.* 2012 Mar 20. pii: S1806-83242012005000004. [Epub ahead of print]
36. Koshiro K, Inoue S, Sano H, De Munck J, Van Meerbeek B. In vivo degradation of resin-dentin bonds produced by a self-etch and an etch-and-rinse adhesive. *Eur J Oral Sci* 2005; 113(4): 341-8.
37. Kugel G, Ferrari M. The science of bonding: First to sixth generation. *J Am Dent Assoc.* 2000;131 Suppl:20S-25S.
38. Leloup G, D'Hoore W, Bouter D, Degrange M, Vreven J. Metaanalytical review of factors involved in dentin adherence. *J Dent Res.* 2001;80(7):1605-14.
39. Malacarne J, Carvalho RM, De Goes MF, Svizero N, Pashley DH, Tay FR, Yiu CK, Carrilho MR. Water sorption/solubility of dental adhesive resins. *Dent Mater.* 2006;22(10): 973-80.
40. Meiers JC, Young D. Two-year composite/dentin bond stability. *Am J Dent.* 2001;14(3):141-4.

41. Mine A, De Munck J, Cardoso MV, Van Landuyt KL, Poitevin A, Kuboki T, Yoshida Y, Suzuki K, Lambrechts P, Van Meerbeek. Bonding effectiveness of two contemporary self-etching adhesives to enamel and dentin. *J Dent* 2009;37(9):872-83.
42. Mine A, Munck J, Van Ende A, Cardoso MV, Kuboki T, Yoshida Y, Van Meerbeek B. TEM characterization of a silorane composite bonded to enamel/dentin. *Dent Mater*. 2010;26(6):524-32.
43. Miyazaki M, Ando S, Hinoura, K, Onose H, Moore BK. Influence of filler addition to bonding agents on shear bond strength to bovine dentin. *Dent Mater*. 1995;11(4):2348.
44. Miyazaki M, Sato M, Onose H, Morre, BK. Influence of thermal cycling on dentin bond strength of two step bonding systems. *Am J Dent*. 1998;11(3):118-22.
45. Nakabayashi N, Kojima K, Masuhara E. The promotion of adhesion by the infiltration of monomers into tooth substrates. *J Biomed Mater Res*. 1982; 16(3):265-73.
46. Nikaido T, Kunzelmann KH, Chen H, Ogata M, Harada N, Yamaguchi S, Cox CF, Hickel R, Tagami J. Evaluation of thermal cycling and mechanical loading on bond strength of a self-etching primer system to dentin. *Dent Mater*. 2002;18(3):269-75.
47. Ortengren U, Andersson F, Elgh U, Terselius B, Karlsson S. Influence of pH and storage time on the sorption and solubility behaviour of three composite resin materials. *J Dent*. 2001;29(1):35-41.
48. Osorio R, Toledano M, de Leonardi G, Tay F. Microleakage and interfacial morphology of self-etching adhesives in class V resin composite restorations. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater*. 2003;66(1):399-409.
49. Pashley DH. Smear layer: an overview of structure and function. *Proc Finn Dent Soc*. 1992; 88 Suppl 1:215-24.
50. Pashley DH, Sano H, Ciucchi B, Yoshiyama M, Carvalho RM. Adhesion testing of dentin bonding agents. *Dent Mater*. 1995; 11(2):117-25.
51. Pashley DH, Carvalho RM, Sano H, Nakajima M, Yoshiyama M, Shono Y, Fernandes CA, Tay F. The microtensile bond test: a review. *J Adhes Dent*. 1999;1(4):299-309.
52. Perdigão J, Lambrechts P, Van Meerbeek B, Vanherle G, Lopes AL. Field emission SEM comparison of four postfixation drying techniques for human dentin. *J Biomed Mater Res*. 1995;29(9):1111-20.
53. Perdigão J, Ramos JC, Lambrechts P. In vitro interfacial relationship between human dentin and one bottle adhesives. *Dent Mater*. 1997;13(4):218-27.
54. Perdigão J, Van Meerbeek B, Lopes MM, Ambrose WW. The effects of re-wetting agent on dentin bonding. *Dent Mater*. 1999;15(4):282-95.

55. Peumans M, Kanumilli P, De Munck J, Van Landuyt K, Lambrechts P, Van Meerbeek B. Clinical effectiveness of contemporary adhesives: a systematic review of current clinical trials. *Dent Mater* 2005a;21(9):864-81.
56. 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*. 2005b;113(6):512-8.
57. Peutzfeldt A, Asmussen E. Determinants of *in vitro* gap formation of resin composites. *J Dent*. 2004;32(2):109-15.
58. Saboia VP, Silva FC, Nato F, Mazzoni A, Cadenaro M, Mazzotti G, Giannini M, Breschi L. Analysis of differential artificial aging of the adhesive interface produced by a two-step etch-and-rinse adhesive. *Eur J Oral Sci*. 2009;117(5):618-24.
59. Salz U, Bock T. Adhesion performance of new hydrolytically stable one-component self-etching enamel/dentin adhesives. *J Adhes Dent* 2010; 12(1):7-10.
60. Sano H, Yoshiyama M, Ebisu S, Burrow MF, Takatsu T, Ciucchi B, Carvalho R, Pashley DH. Comparative SEM and TEM observations of nanoleakage within the hybrid layer. *Oper Dent*. 1995;20(4):160-7.
61. 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.
62. Sarr M, Kane AW, Vreven J, Mine A, Van Landuyt KL, Peumans M, Lambrechts P, Van Meerbeek B, De Munck J. Microtensile bond strength and interfacial characterization of 11 contemporary adhesives bonded to bur-cut dentin. *Oper Dent*. 2010;35(1):94-104.
63. Shono Y, Terashita M, Shimada J, Kozono Y, Carvalho RM, Russell CM, Pashley DH. Durability of resin-dentin bonds. *J Adhes Dent*. 1999;1(3):211-8.
64. Silva e Souza Junior MH, Carneiro KGK, Lobato MF, Silva e Souza PAR, De Góes MF. Adhesive systems: important aspects related to their composition and clinical use. *J Appl Oral Sci*. 2010;18(3):207-14.
65. Tanaka J, Ishikawa K, Yatani H, Yamashita A, Suzuki K. Correlation of dentin bond durability with water absorption of bonding layer. *Dent Mater*. 1999;18(1):11-18.
66. Tay FR, Pashey DH. Aggressiveness of contemporary self-etching systems. I: Depth of penetration beyond dentin smear layers. *Dent Mater*. 2001;17(4):296-308.
67. Tay FR, Pashley DH. Dental adhesives of the future. *J Adhes Dent*. 2002;4(2):91-103.
68. Tay FR, Pashley DH, Yoshiyama M. Two modes of nanoleakage expression in single-step adhesives. *J Dent Res*. 2002;81(7):472-6.
69. Tezvergil-Mutluay A, Lassila LV, Vallittu PK. Incremental layers bonding of silorane composite: the initial bonding properties. *J Dent*. 2008;36(7):560-3.

70. Toledano M, Osorio R, Albaladejo A, Aguilera FS, Osorio E. Differential effect of in vitro degradation on resin-dentin bonds produced by self-etch versus total-etch adhesives. *J Biomed Mater Res A*. 2006;77(1):128-35.
71. Türkün SL. Clinical evaluation of a self-etching and a one-bottle adhesive system at two years. *J Dent*. 2003;31(8):527-34.
72. Van Landuyt KL, Snauwaert J, De Munck J, Peumans M, Yoshida Y, Poitevin A, Coutinho E, Suzuki K, Lambrechts P, Van Meerbeek B. Systematic review of the chemical composition of contemporary dental adhesives. *Biomater*. 2007;28(26):3757-85.
73. Van Landuyt KL, Peumans M, Fieuws S, De Munck J, Cardoso MV, Ermis RB, Lambrechts P, Van Meerbeek B. A randomized controlled clinical trial of a HEMA-free all-in-one adhesive in non-carious cervical lesions at 1 year. *J Dent*. 2008;36(10):847-55.
74. Van Meerbeek B, Peumans M, Verschueren M, Gladys S, Braem M, Lambrechts P, Vanherle G. Clinical status of ten dentin adhesive systems. *J Dent Res*. 1994;73(11):1690-1702.
75. Van Meerbeek B, Vargas M, Inoue S, Yoshida Y, Perdigão J, Lambrechts P, Vanherle G. Microscopy investigations. Techniques, results, limitations. *Am J Dent*. 2000;13(Spec No):3D-18D.
76. Van Meerbeek B, De Munck J, Mattar D, Van Landuyt K, Lambrechts P. Microtensile bond strengths of an etch and rinse and self-etch adhesive to enamel and dentin as a function of surface treatment. *Oper Dent*. 2003a;28(5):647-60.
77. 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*. 2003b;28(3):215-35.
78. Van Meerbeek B, Yoshida Y, Van Landuyt KL, Perdigão J, De Munck J, Lambrechts P, Inoue S, Peumans M. In: Summitt JB, Robbins JW, Hilton TJ, Schwartz RS, Eds. *Fundamentals of Operative Dentistry. A contemporary approach*. 3rd. Quintessence Publishing 2006;183-260.
79. Van Meerbeek B, Peumans M, Poitevin A, Mine A, Van Ende A, Neves A, De Munck J. Relationship between bond-strength tests and clinical outcomes. *Dent Mater*. 2010;26(2):100-21.
80. Van Meerbeek B, Yoshihara K, Yoshida Y, Mine A, De Munck J, Van Landuyt KL. State of the art of self-etch adhesives. *Dent Mater*. 2011; 27(1):17-28.
81. Villela-Rosa ACM, Gonçalves M, Orsi IA, Miani PK. Shear bond strength of self-etch and total-etch bonding systems at different dentin depths. *Braz Oral Res*. 2011;25 (2):109-15.
82. Watanabe I, Nakabayashi N. Bonding durability of photocured Phenyl-P in TEGDMA to smear layer-retained bovine dentin. *Quintessence Int*. 1993;24(5):335-42.

83. Xie C, Han Y, Zhao XY, Wang ZY, M. Microtensile bond strength of one- and two-step self-etching adhesives on sclerotic dentin: the effects of thermocycling. *Oper Dent*. 2010;35(5):547-55.
84. Yang B, Adelung R, Ludwig K, et al. Effect of structural change of collagen fibrils on the durability of dentin bonding. *Biomater*. 2005;26(24):5021-31.
85. Yiu CK, King NM, Pashley DH, Suh BI, Carvalho RM, Carrilho, MR, Tay FR. Effect of resin hydrophilicity and water storage on resin strength. *Biomater*. 2004;25(26):5789-96.
86. Yoshida Y, Nagakane K, Fukuda R, Nakayama Y, Okazaki M, Shintani H, Inoue S, Tagawa Y, Suzuki K, De Munck J, Van Meerbeek B. Comparative study on adhesive performance of functional monomers. *J Dent Res*. 2004;83(6):454-8.
87. Zhang Y, Wang Y. Hydroxyapatite effect on photopolymerization of self-etching adhesives with different aggressiveness. *J Dent*. 2012 Mar 22. [Epub ahead of print]

Carta de aprovação do projeto pelo comitê de ética em pesquisa da FORP – USP.

UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO
Faculdade de Odontologia de Ribeirão Preto
Comitê de Ética em Pesquisa

Of.ATAc.CEP/51210/FORP-USP/21.12.2010
JTLF/rcms

Ref. processo n.º 2010.1.1362.58.7
CAAE n.º 0087.0.138.000-10

Senhora Pesquisadora:

Informamos que o Comitê de Ética em Pesquisa, em sua 116ª Sessão, realizada em 15 de dezembro de 2010, aprovou o desenvolvimento do projeto de pesquisa envolvendo seres humanos, intitulado *"Influência do sistema adesivo e do envelhecimento na resistência ao cisalhamento da interface dentina humana - resina"*.

Na oportunidade, lembramos da necessidade de serem entregues, na secretaria do CEP, os **Relatórios Parciais** em 15/12/2011 e 15/12/2012 e o **Relatório Final** em 15/12/2013, com os respectivos formulários preenchidos pelo pesquisador responsável.

Lembramos ainda que, quando da submissão dos relatórios a este Comitê, quaisquer inclusões ou modificações no projeto original deverão ser comunicadas e justificadas ao CEP, através do formulário supracitado.

Prof. Dr. JOSÉ TARCÍSIO LIMA FERREIRA
Vice-Coordenador do Comitê de Ética em Pesquisa