

Influência do tempo de polimerização no grau de conversão e na durabilidade de união da interface dentina-adesivo.

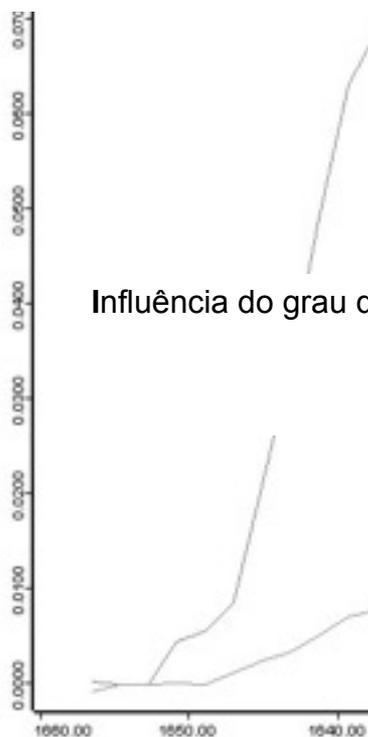
Influência do tempo de polimerização no grau de conversão e na durabilidade de união da interface dentina-adesivo.

2016



UNIVERSIDADE DE BRASÍLIA – UnB  
FACULDADE DE CIÊNCIAS DA SAÚDE  
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIAS DA SAÚDE

Paula Costa Pinheiro Sampaio



Influência do grau de conversão e do tempo de exposição na estabilidade da interface adesiva.

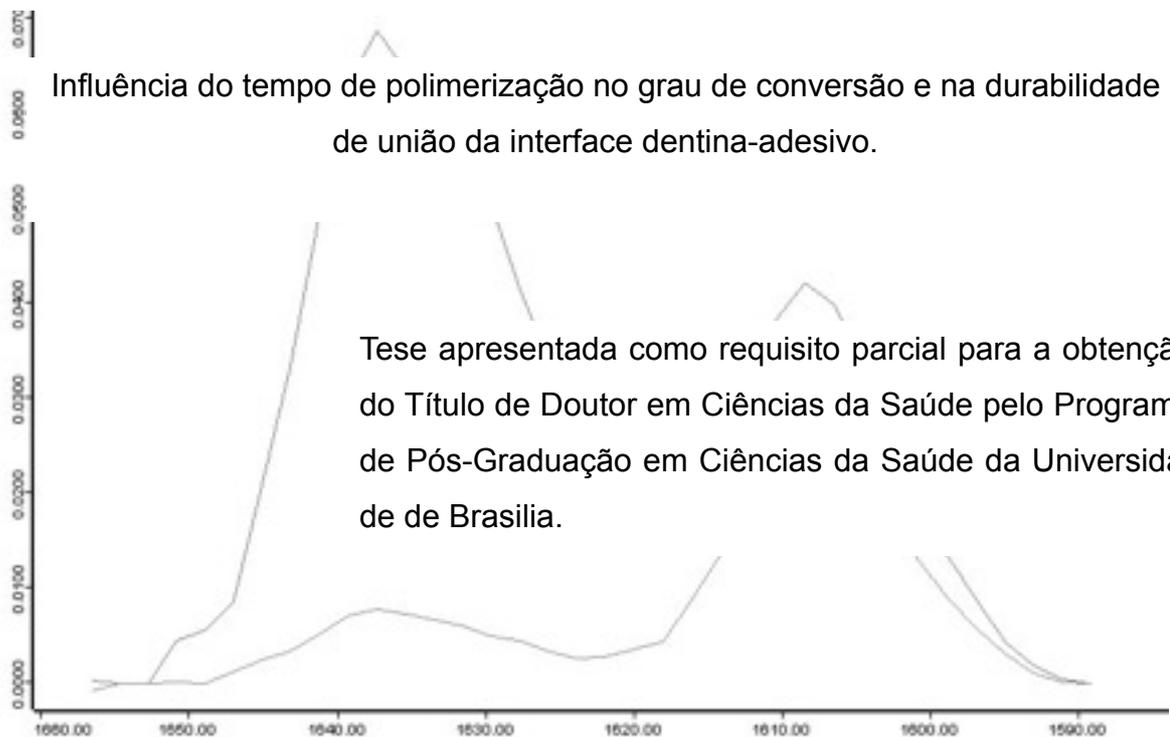
Tese apresentada como requisito parcial para a obtenção do Título de Doutor em Ciências da Saúde pelo Programa de Pós-Graduação em Ciências da Saúde da Universidade de Brasília.

Orientadora: Profa Dra Fernanda Cristina Pimentel Garcia  
Co-orientador: Prof Dr Leandro Augusto Hilgert

Brasília

2016

Paula Costa Pinheiro Sampaio



Aprovado em \_\_\_\_\_ 2016

BANCA EXAMINADORA

**Fernanda Cristina Pimentel Garcia**

(Presidente da Banca Examinadora - Universidade de Brasília - UnB)

**Celso de Freitas Pedrosa Filho**

(Membro Interno - Universidade de Brasília - UnB)

**Ana Paula Ribeiro do Vale Pedreira**

(Membro Externo - Universidade Católica de Brasília)

**Gustavo Adolfo Gonçalves Rivera Moreira Santos**

(Membro Externo - Universidade Católica de Brasília)

**Maria Teresa Atta**

(Membro Externo - Faculdade de Odontologia de Bauru - USP)

**Ana Paula Dias Ribeiro**

(Membro Suplente - Universidade de Brasília - UnB)

*Dedico este trabalho.....*

*.....esta conquista, especialmente à minha família.*

*À minha mãe, Ana Maria, uma mulher forte e decidida que é um exemplo para toda nossa família. Amo muito você!!!.....*

*Ao meu pai, Sérgio Eduardo, que é antes de tudo meu amigo e um exemplo de profissional. Amo você!!!!.....*

*À minha avó, Léa, que foi uma mulher que correu atrás do que queria e se formou advogada depois de já ser mãe. Sei que onde estiver está muito feliz com a minha conquista....*

*...e aos meus mestres...*

*Dedico à minha orientadora, Fernanda, que me orientou em mais essa etapa da minha vida e teve paciência para me apoiar durante as dificuldades que enfrentei nesse período.....*

*Dedico à minha orientadora de mestrado, uma amiga que fiz em Bauru, Maria Teresa, que me ensinou muito durante o período em que estive lá.....*

*Dedico, ainda, aos meus professores, Eric e Lawrence, pessoas a quem estimo muito e as quais tenho como exemplo...*

*Sei que muito do que conquistei até aqui devo a vocês!!!*

# Agradecimentos

*Em primeiro lugar, à minha família, obrigada pelo apoio e eterna torcida...*

*A minha mãe, Ana Maria,*

*obrigada pela dedicação e pelo apoio incondicional à mim.*

*Você é uma pessoa muito especial na minha vida!! Agradeço à Deus todos os dia por ter você como minha mãe, meu exemplo, e agora venho agradecer a você. Ser uma mãe presente e atuante na vida de um filho é uma escolha, que na maioria das vezes parece difícilima! Por isso obrigada por escolher ser minha MÃE!!*

*Ao meu Pai, Sérgio Eduardo,*

*obrigada, antes de tudo, pela amizade! Obrigada pelo apoio, por entender que muitas vezes não pude estar presente. Obrigada por ser presente na minha vida, obrigada por seu meu Pai! Obrigada pela alegria que tem ao receber uma noticia minha, comemorar com você é sempre especial!!*

*Aos meus Irmãos e ao meu cunhado,*

*Agradeço pelos momentos que passamos juntos. Marina, minha médica preferida, obrigada por ser minha amiga, mesmo com nossos jeitos tão diferentes. Maria Amélia, obrigada pela paciência, por me ouvir desabafar, por me deixar ir me acalmar na sua casa, e mais importante, obrigada pela luz da minha vida, minhas **sobrinhas lindas!** Eduardo e Luna, obrigada por trazerem alegria aos meus dias quando estamos juntos. "Abinha", seu jeito calmo me acalma, "Luneta", sua vaidade me inspira. Fabiano, obrigada por me salvar sempre que preciso, por estar sempre disponível e disposto. E, assim como agradeço a minha irmã, obrigada pelas minhas sobrinhas.*

*Às minhas Sobrinhas Ana e Isadora,*

*Obrigada simplesmente por existirem. Depois que me tornei tia tenho mais vontade de viver, o simples fato de estar ao lado de vocês me traz uma paz e uma felicidade muito grande.*

*À minha Tia, e madrinha, Zuleide*

*obrigada por estar presente na minha vida, por ser para mim uma segunda mãe! Ser tia também é uma escolha, não é uma imposição e você sempre escolheu estar junto e apoiar; por isso Obrigada por ser minha Tia!*

*Ao meus tio Romero, e às minhas primas, Renata e Eduarda,*

*obrigada por fazerem parte da minha vida, cada um do seu jeito. Tio Romero, obrigada pela ajuda, por me atender sempre que ligo. Duda, minha vizinha, obrigada por me fazer companhia. Renata, minha gfilhada, obrigada pela sua doçura, por ser um exemplo de pessoa e profissional! Obrigada por torcerem por mim, de perto ou de longe!*

*Aos meus avós, Abílio, Paulo Luiz (Vovô Sampaio) e Therezinha,*

*obrigada pela torcida e pelo apoio e pelos ótimos momentos dos quais desfrutamos juntos.*

*Ao Luis Augusto, meu padrasto, Luisa, minha “irmãzinha”,*

*obrigada por terem entrado na minha família. Luis, obrigada pela paciência, por cuidar da minha família, especialmente da minha mãe. Obrigada por se preocupar comigo como se eu fosse sua filha. Obrigada pelo apoio em todas as áreas. Luisa, obrigada por ser minha companheira de sol e de viagem. Sua dedicação ao trabalho e estudo são inspiradoras.*

*A Valéria, minha madraستا,*

*minha eterna companheira de caranguejadas. Obrigada pelas conversas, pelo apoio, pelos meus irmãos e por cuidar do meu pai! Os momentos que passamos juntas são sempre prazerosos!*

*Aos meus tios, tias e primos: Tio Celso, Tia Regina, Tia Maria Luisa, Tio Luiz Antônio, Tio Luiz Paulo, Tia Vera, Tio Bilo, Tio Caco; Tio Zé, Danielle, Luiza e Mateus; Pedro Henrique, Nora, Gustavo e Julia; Luiz Paulo, Isabela Sampaio e Isabela Saleme,*

*obrigada por torcerem pela minha vitória, sempre ajudando no que preciso. Dani, Pedro e Nora, obrigada por aguentar a minha ausência e por estarem sempre dispostos a siar comigo para me distrair. Todos são muito importantes para mim, cada um à sua maneira.*

*À amiga que fiz na UnB, Talita,*

*obrigada pela paciência que teve comigo durante a pesquisa e pelo companheirismo que tem mostrado durante esses anos de amizade. Você tem se tornado cada dia mais importante na minha vida. Agora com a chegada da Helena, teremos ainda mais alegrias para dividir.*

*Às amigas, Michelline, Alessandra, Andressa,*

*obrigada por me ouvir e por estarem comigo sempre que.*

*Obrigada por me ajudarem no trabalho, pela troca de experiências, enfim obrigada pela amizade que temos.*

*Aos amigos de trabalho, professores, como eu,*

*obrigada pela ajuda durante esses anos de doutorado, me aguentando cansada e estressada, e, ainda, me cobrindo sempre que foi preciso.*

*Aos amigos que fiz ao longo da vida: Aiane, Maykel, Patrícia, Maria Tereza, Samanta, Jan, Rafael,*

*obrigada por fazerem parte da minha vida. Sem vocês seria muito difícil conseguir chegar aqui. Sei que estive muito ausente, mas mesmo assim vocês continuaram me apoiando e incentivando. Amigos como vocês são muito importantes!*

*À amiga Polliana,*

*obrigada por me ajudar durante a minha pesquisa de doutorado, sem você não teria sido possível terminar. Obrigada pela amizade!!!*

*Ao amigo Gerson,*

*obrigada pela paciência, por me aguentar chorando e querendo desistir de tudo, sem o seu apoio não teria conseguido terminar. Obrigada pela amizade!!!*

# Agradecimentos Especiais

*À Profa. Dra. Fernanda Cristina Pimentel Garcia, quem tive o prazer de ter como orientadora no doutorado; quem é mais que uma professora e orientadora, é uma amiga. Serei eternamente grata pelos ensinamentos profissionais e pessoais.*

*Ao Prof. Dr. Leandro Augusto Hilgert, quem tive o prazer de ter como co-orientador e esteve sempre disposto a discutir a metodologia da pesquisa, ajudar e orientar durante todo o desenvolvimento do trabalho, sempre como o objetivo de agregar conhecimento.*

*Ao Prof. Dr. Ricardo Walter e a Profa. Patrícia Miguez, com quem eu tive o prazer de conviver durante os 6 meses que estive na Filadélfia; Obrigada por me acolher como um membro da família, por me ensinarem muito e me mostrarem um mundo novo na pesquisa.*

*À Profa. Dra. Eliete Guerra, que sempre mostrou disposição para me ajudar com alegria. Sua ajuda foi indispensável para essa minha conquista, sem você não estaria vivendo esse momento tão especial. Obrigada!*

*Às amigas Polliana e Linda, que de alguma forma me ajudaram na execução deste trabalho. Sem vocês, a realização e a finalização do mesmo seriam impossíveis.*

*Aos professores, da UnB: Profa. Dra., Ana Paula Dias Ribeiro; Prof. Dr. Leandro Augusto Hilgert; Profa. Dra. Fernanda Cristina Pimentel Garcia; Dra. Profa. Dra. Patricia Nóbrega Rodrigues Pereira; Prof. Dr. Jacy Ribeiro de Carvalho Junior; Prof. Dr. Celso de Freitas Pedrosa Filho; Profª. Dra. Eliete Neves da Silva Guerra, Prof. Dr. Julio Lemos Macedo, Profª. Dra. Paloma Vieira Muterlle, pessoas que participaram de alguma forma do meu curso de doutorado, com profissionais como vocês consegui me tornar melhor e cada dia mais empolgada com a profissão que escolhi, Professor.*

*Aos Funcionários Departamento de Odontologia da Faculdade de Saúde da UnB e da Pós-graduação em Ciências da Saúde.*

*A todos os demais professores e funcionários da UnB*

*As alunas de iniciação científica, Loretta, Paula e Clara, com quem aprendi muito. Obrigada pela confiança, pela amizade e por permitirem que aprendesse com vocês a cada dia de convivio.*

# Agradecimentos Institucionais

*Ao Prof. Dr. Ivan Marques de Toledo Camargo, digníssimo reitor da Universidade de Brasília;*

*À Profª. Drª. Maria Fátima de Sousa, digníssima Diretora da Faculdade de Saúde da Universidade de Brasília;*

*Ao Profª. Dra. Maria do Carmo Machado Guimarães, digníssima Coordenadora do curso de Odontologia da Universidade de Brasília;*

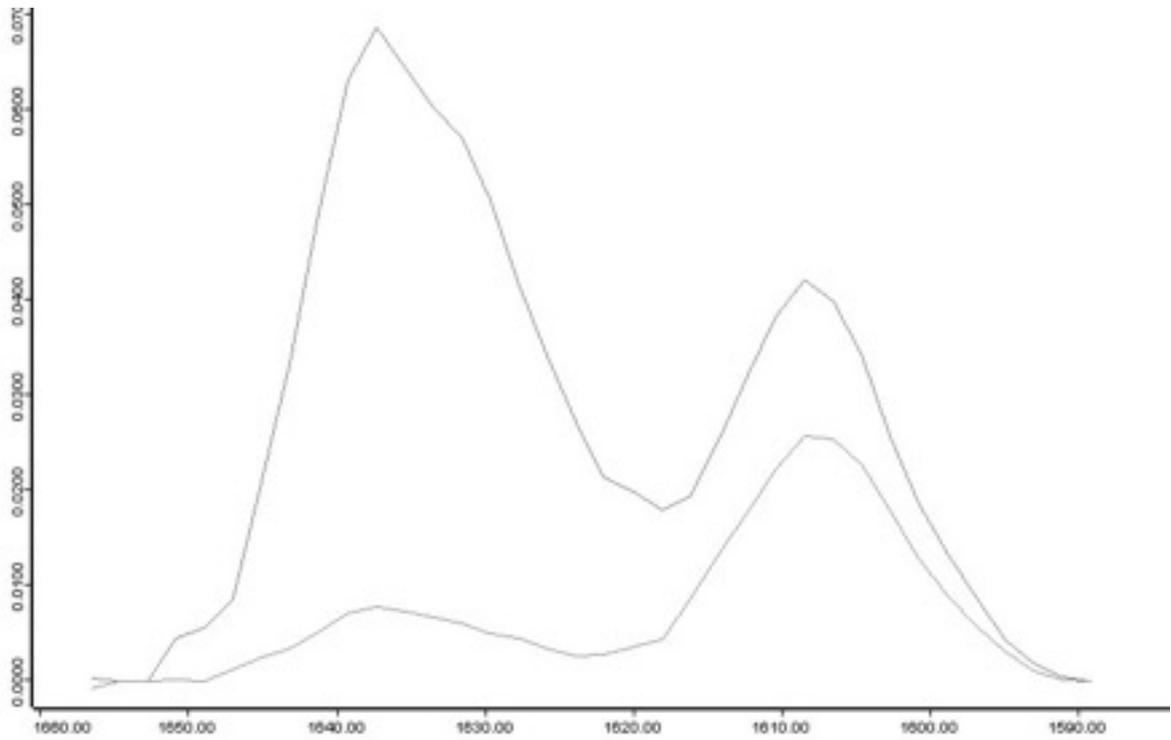
*À Profª. Drª. Eliete Neves da Silva Guerra, digníssima Coordenadora da Pós-Graduação em Ciências da Saúde da Universidade de Brasília;*

*À Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nivel Superior (CAPES), órgão de fomento deste trabalho.*

*"O período de maior ganho em conhecimento e experiência é o período mais difícil da vida de alguém"*

Dalai Lama

# RESUMO



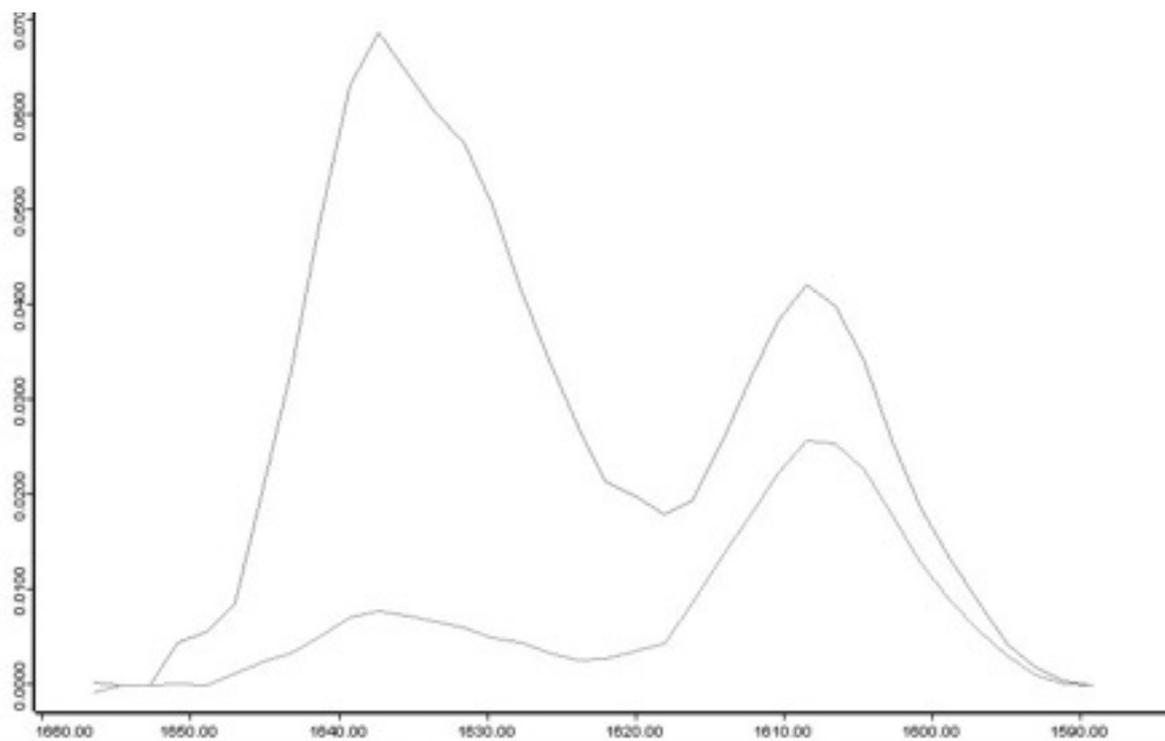
## RESUMO

O presente estudo teve como objetivo geral avaliar a influência do tempo de polimerização dos sistemas adesivos (SA) no grau de conversão (GC) e na durabilidade/resistência da união (RU) entre dentina e adesivo. Para o teste de grau de conversão e para o teste de microtração foram utilizados 5 SA, divididos em grupos: SB – Adper™ Single Bond 2® (3M ESPE - convencional simplificado), OS - Optibond Solo Plus® (Kerr - convencional simplificado), OA – Optibond All in One® (Kerr - autocondicionante simplificado), SU - Adesivo SchotchBond Universal® (3M ESPE - multi-modo, usado como autocondicionante simplificado), CSE – Clearfil SE Bond® (Kuraray - autocondicionante de 2 passos). Os adesivos foram fotopolimerizados com três diferentes tempos de exposição à luz, 10s, 20s e 40s, nos dois testes realizados. O GC dos grupos foi obtido por meio da Espectroscopia Infravermelha de Transmissão de Fourier, por Reflectância (FTIR-ATR). Para o teste de resistência da união, foram utilizados 75 terceiros molares humanos recém extraídos. Os dentes foram cortados no sentido transversal da coroa de modo que a dentina média fosse exposta e depois restaurados seguindo a estratégia adesiva referente a cada grupo, com, resina composta Z350 XT (3M ESPE, St. Paul/MN - EUA). Após a restauração foram armazenados em estufa a 37°C por 24h, para depois serem cortados na forma de palitos (0,8 x 0,8 mm) e submetidos ao teste de microtração imediato (T0), e após 2 anos de armazenamento em água deionizada, em estufa à 37°C (T2). Os resultados do GC e da RU foram submetidos à análise de variância a 2 critérios (ANOVA) e ao teste de Tukey ( $p < 0,05$ ). Para o grau de conversão houve diferença estatisticamente significativa para ambos os fatores, tempo de exposição à luz e SA ( $p < 0,05$ ). Para a RU os resultados em T0 mostraram que um maior tempo de exposição aumenta a resistência adesiva de todos os sistemas testados, com exceção do CSE. Os resultados obtidos em T2 mostraram que o único adesivo que sofreu uma influência positiva da exposição à luz foi o OA (10s<40s, 10s=20s e 20s=40s). E quando comparados T0 com T2, foi possível observar que houve perda de RU em todos o SA, mas para alguns sistemas o aumento do tempo de exposição melhorou a estabilidade da interface adesiva (OA - 20s e 40s; OS e SU - 40s). Enquanto para outros sistemas esse aumento não favoreceu a estabilidade (CSE e SB) Um maior tempo

de polimerização levou a um maior grau de conversão para todos os SA testados, mas não aumentou a RU imediata e a longo prazo de todos os SA, se mostrando material dependente.

Palavras Chave: Sistemas Adesivos; Adesivo Multi-modo; Grau de conversão; Resistência da União; Envelhecimento

# ABSTRACT

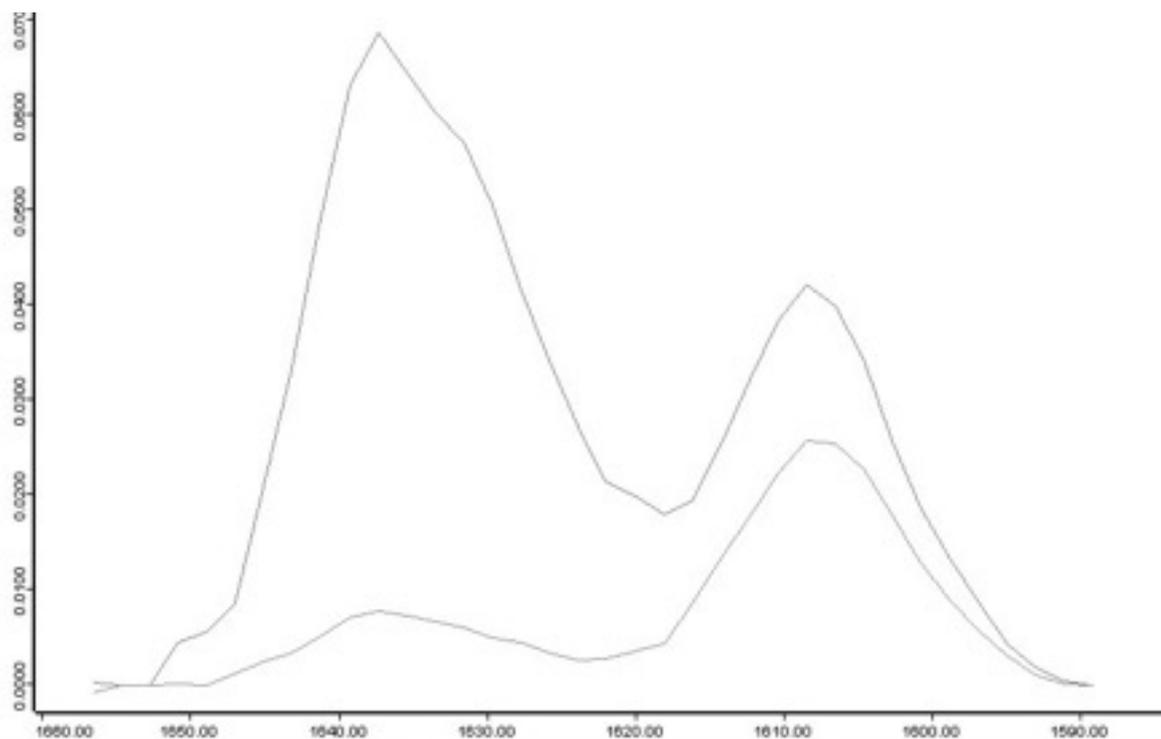


## ABSTRACT

The aim of this study was to evaluate the influence of exposure time on degree of conversion (DC) of dental adhesive systems (AS) and on Bond Strength (BS), between dentin and adhesive. For both test, DC and microtensile bond strength ( $\mu$ TBS), five dental adhesives were used, with 3 different exposure time, 10s, 20s and 40s: SB – Adper™ Single Bond 2® (3M ESPE, total-etch 2 steps); OS – Optibond Solo Plus® (Kerr, total-etch 2 steps); OA - Optibond All in One® (Kerr, self-etch, one step); SU – SchotchBond Unviversal® (3M ESPE, as self-etch, one step); CSE – Clearfil SE Bond® (Kuraray, self-etch, two steps). DC was obtained by FTIR-ATR. For  $\mu$ TBS test, 75 molars were cut to expose mid-coronal dentine and then restored with the group adhesive strategy, polymerized for one of the 3 times, built up with resin composite (350 XT, 3M ESPE). Resin-dentine sticks were processed according to non-trimming technique (1 mm<sup>2</sup>) after storage in deionized water (37°C) for 24h. Half of the sticks were tested immediately (T0), half were tested after 2 years (T2y) of storage in deionized water (37°C). The results for DC and  $\mu$ TBS were analyzed by two ways ANOVA and Tukey's test ( $p < 0,05$ ). Statistical differences were observed in degree of conversion for both adhesive tested ( $p < 0,05$ ). For  $\mu$ TBS, at baseline (T0) only SB and SU showed higher  $\mu$ TBS at 40s compared to other curing time. No difference were observed for CSE and OA in overall curing time. OS, at 10s, showed the lowest  $\mu$ TBS compared to other curing time. After 2 years of storage (T2y) no difference were found for SB, SU, OS and CSE according different curing time. OA was the only one that showed lower  $\mu$ TBS at 10s of curing time. When compared T0 to T2y no difference were observed for different time of light exposure for SB, OS, SU and CSE, only to OA, that showed a decrease in  $\mu$ TBS at 10s. Degree of conversion were positively affected by prolonged exposure time, but BS were not improved neither at T0 nor in T2 for all AS, since it showed to be material dependent.

**Keywords:** Dental Adhesive; Multi-mode adhesive; Degree of conversion; Aging; Bond Strength

# LISTAS





## LISTA DE ILUSTRAÇÕES

**Figura 1** Esquema ilustrativo do passo a passo da leitura do adesivo sobre o cristal de ZnSe, do FTIR-ATR.

**Figura 3** Preparo do dente para receber a restauração.

**Figura 4** Procedimento restaurador, para cada sistema adesivo testado e tempo de polimerização.

**Figura 5** Corte dos dentes para obtenção dos espécimes na forma de palitos (média por grupo = 14) usados no teste de microtração.

**Figura 6** Armazenamento do espécimes em estufa à 37°C, e Teste de microtração na maquina de ensaio universal Instron.

**Figura 7** Gráfico de médias (%) do Grau de Conversão dos sistemas adesivos testados.

**Figura 8** Gráfico de médias (MPa) da resistência da união com os três tempos de exposição à luz, em T0 e T2.

**Figura 9** Analise das fraturas.

**Figura 10** Gráfico da porcentagem de falhas dos palitos testado no teste de microtração (resistência da união), em T0, onde A = Adesina; CR = Coesiva em Resina; CD = Coesiva em Dentina; e M = Mista.

**Figura 11** Gráfico da porcentagem de falhas dos palitos testado no teste de microtração (resistência da união), em T2.

**Figura 12** Analise das fraturas feitas com Microscópio Óptico Digital ProScope HR2, 50X de aumento.

## LISTA DE TABELAS

**Tabela 01.** Materiais - composição, instruções do fabricante, lote, validade e fabricante

**Tabela 02.** Valores de grau de conversão (%), para cada adesivo de acordo com os tempos de polimerização: 10s, 20s e 40s

**Tabela 03.** Valores de Resistência da União (MPa), para cada adesivo utilizado nos tempos de 10s, 20s e 40s de polimerização de acordo com o tempo de armazenamento (24h e 2 anos).

**Tabela 4.** Relação dos modos de falha (%), para cada adesivo polimerizado pelos três tempos e armazenados por 24h (T0), observados em microscópio óptico digital.

**Tabela 5.** Relação dos modos de falha (%), para cada adesivo polimerizado pelos três tempos e armazenados por 2 anos (T2), observados em microscópio óptico digital.

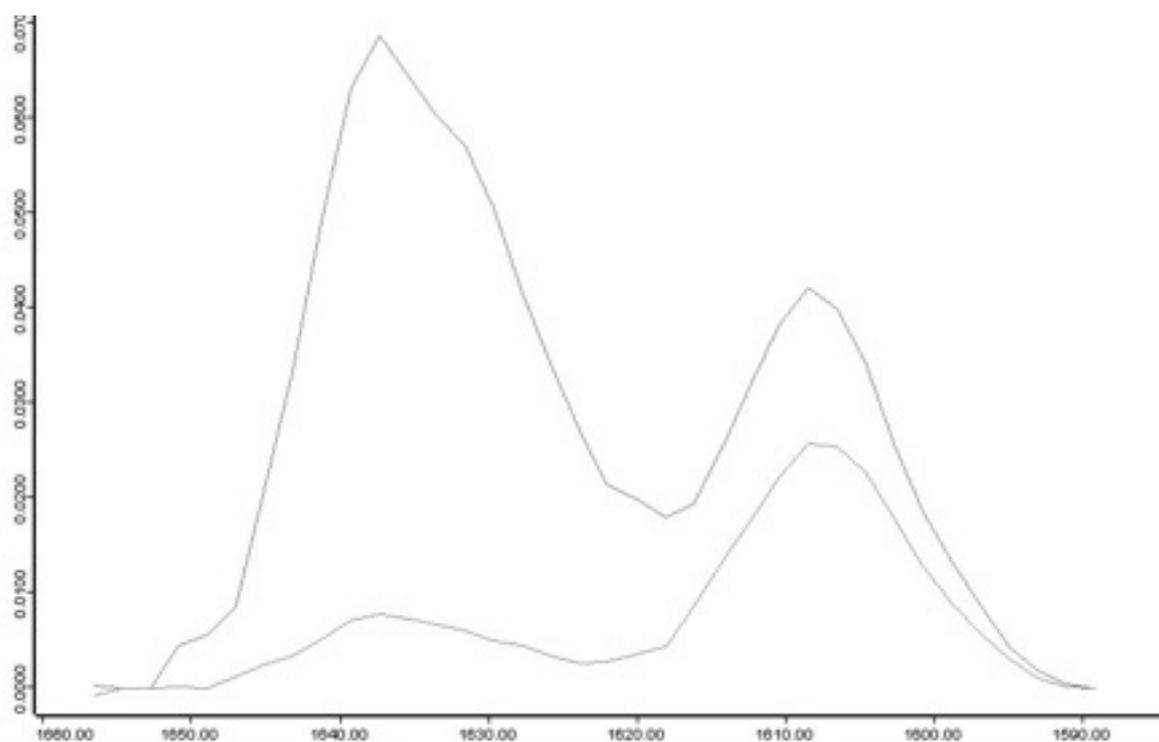


**LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS E SIMBOLOS**

$\mu$ TBS	microtração
C=C	Dupla ligação de carbono
CSE	Clearfil SE Bond
DF	Distrito Federal
dp	Desvio-padrão
<i>et al.</i>	e colaboradores
EUA	Estados Unidos da América
GC	Grau de conversão
n	Número(s)
OS	Optibond Solo Plus
OA	Optibond All in One
p	Nível de significância
RC	Resina composta
SB	Single Bond
SU	ScotchBond Universal
UnB	Universidade de Brasília
QTH	Lâmpada Halógena
LED	Light Emitting Diode ou Diodo Emissor de Luz
CQ	Canforoquinona
MF	Monômero Funcional



# SUMÁRIO





**SUMÁRIO**

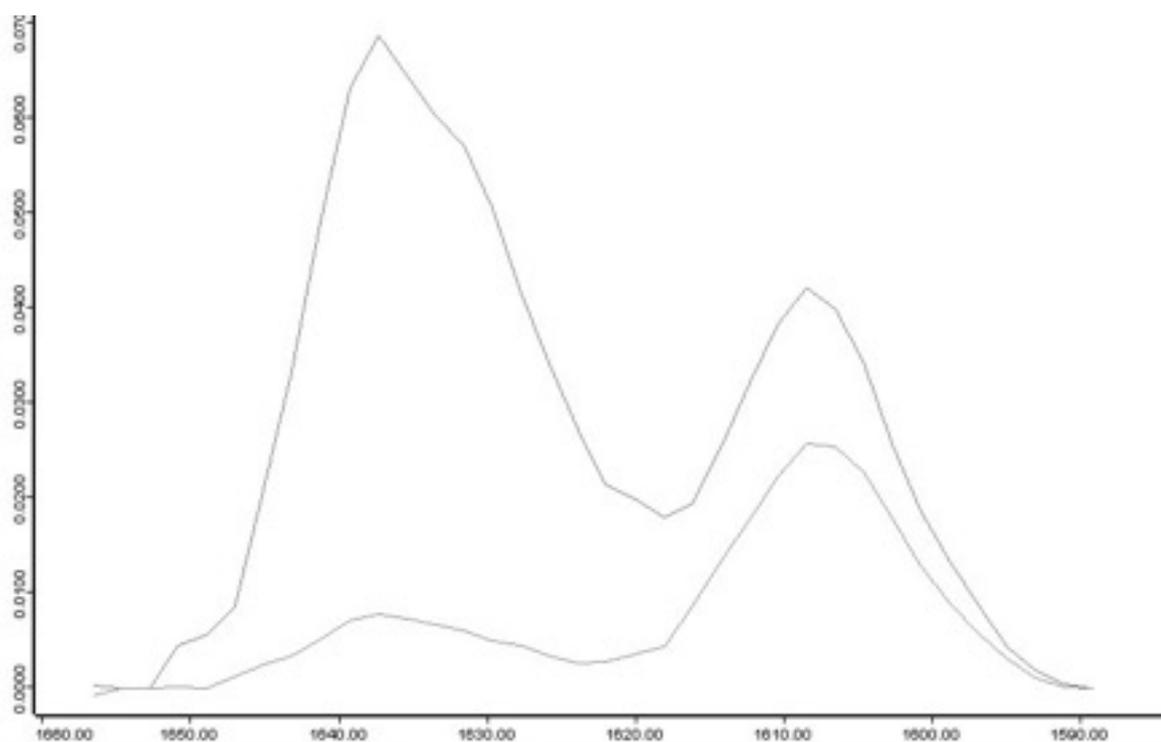
<b>1</b>	<b>INTRODUÇÃO</b>	<b>25</b>
	.....	
<b>2</b>	<b>REVISÃO DA LITERATURA</b>	<b>28</b>
	.....	
2.1	SISTEMAS ADESIVOS	28
	.....	
2.2	GRAU DE CONVERSÃO	33
	.....	
2.3	RESISTÊNCIA DA UNIÃO	34
	.....	
2.4	LONGEVIDADE DA INTERFACE ADESIVA	36
	.....	
<b>3</b>	<b>OBJETIVOS</b>	<b>42</b>
	.....	
3.1	OBJETIVO GERAL	42
	.....	
3.2	OBJETIVOS ESPECÍFICOS	42
	.....	
<b>4</b>	<b>MATERIAIS E MÉTODOS</b>	<b>43</b>
	.....	
4.1	MATERIAIS	43
	.....	
4.2	MÉTODOS	45
	.....	
4.2.1	<b>Grau de Conversão por Espectroscopia Infravermelha de Transmissão, por Refletância (FITR-ATR)</b>	<b>45</b>
	.....	
4.2.2	<b>Resistência da União</b>	<b>48</b>
	.....	
4.2.2.1	Procedimento Restaurador	48
	....	
4.2.2.2	Obtenção dos Espécimes	51
	....	
4.2.2.3	Teste de Microtração	52
	....	
4.3	ANÁLISE ESTATÍSTICA	53
	.....	

---

<b>5</b>	<b>RESULTADOS</b> .....	<b>54</b>
5.1	GRAU DE CONVERSÃO .....	54
5.2	RESISTÊNCIA DA UNIÃO .....	55
<b>6</b>	<b>DISCUSSÃO</b> .....	<b>58</b>
....		
6.1	GRAU DE CONVERSÃO .....	58
....		
6.2	RESISTÊNCIA DA UNIÃO .....	63
<b>7</b>	<b>CONCLUSÕES</b> .....	<b>71</b>
....		
	<b>REFERÊNCIAS</b> .....	<b>72</b>
	.....	
	<b>ANEXOS</b> .....	<b>92</b>
	.....	
A-	<b>Análise das Fraturas</b> .....	<b>92</b>
....		
B-	<b>Aprovação do Comitê de Ética em Pesquisa</b> .....	<b>96</b>
....		



# INTRODUÇÃO



## 1 INTRODUÇÃO

As técnicas restauradoras contemporâneas são baseadas nas propriedades adesivas dos materiais poliméricos que apresentam coloração similar ao dente natural. Desde o pioneiro processo de condicionamento ácido do esmalte de Buonocore em 1955<sup>[1]</sup>, pesquisadores e fabricantes buscam, até hoje, a melhora do selamento marginal e da adesão dos sistemas adesivos (SA) aos substratos dentais, principalmente em dentina. A interface adesiva em dentina, mesmo com significantes melhorias, continua sendo a área mais frágil das restaurações adesivas. Quando a interface dentina-adesivo é exposta à cavidade oral são encontrados, com frequência, descolorações e desadaptações marginais, e conseqüentemente, perda da retenção da restauração<sup>[2, 3]</sup>. Apesar de vários estudos terem revelado efetividade na resistência adesiva imediata e de curto prazo dos sistemas adesivos atuais<sup>[4]</sup>, a sua durabilidade e estabilidade ainda é objeto de estudo<sup>[5-11]</sup>. Pesquisas recentes mostraram que valores de resistência da união à dentina imediatamente após a aplicação do adesivo dentinário nem sempre significam uma estabilidade adesiva duradoura<sup>[8, 11-13]</sup> visto que a degradação que ocorre através dessa interface acontece rapidamente<sup>[7, 9, 11]</sup>.

A adesão à dentina ocorre por meio da infiltração e polimerização de resinas hidrofílicas na trama de fibrilas colágenas, formando uma camada de interdifusão denominada de “Camada Híbrida” (CH)<sup>[14]</sup>. Visto que esta camada deve ser compacta e homogênea para que a adesão seja confiável, a CH é o alvo dos estudos de longevidade e de degradação da adesão entre resina e dente<sup>[7, 13, 15-20]</sup>.

A longevidade clínica da CH parece envolver tanto fatores físicos como químicos. Dentre os fatores físicos que podem afetar a estabilidade da interface estão as forças mastigatórias e o repetitivo estresse de expansão e de contração devido às mudanças de temperaturas da cavidade bucal<sup>[21-25]</sup>. Os fatores químicos oriundos do fluido dentinário, da saliva, da comida, das bebidas e dos subprodutos bacterianos, também promovem desafios à interface dente-resina. Estes podem resultar em vários padrões de degradação das fibrilas de colágeno desprotegidas, como no caso das metaloenzimas (MMPs)<sup>[22, 26-29]</sup>, na diluição dos monômeros resinosos, provavelmente devido a subpolimerização<sup>[30-32]</sup>, e na degradação dos componentes resinosos<sup>[8, 22, 26, 33-35]</sup>. Por isso a infiltração ideal dos monômeros dentre a trama de

fibrilas de colágeno e o alcance de altos valores de conversão dos monômeros dos SA são fatores cruciais para estabelecer uma adesão duradoura entre dentina e resina<sup>[36, 37]</sup>. No entanto, testes que analisaram a degradação da CH tanto *in vitro* como *in vivo* sugerem que existem muitas fibrilas colágenas expostas, sem a proteção dos monômeros resinosos, dentro da camada híbrida, principalmente quando usados adesivos de condicionamento ácido total (convencionais), simplificados ou não<sup>[26-28, 36]</sup>.

A simplificação dos SA tem sido reportada como um fator complicador, em termos de durabilidade. Alguns estudos têm mostrado que, apesar de tornar a técnica mais rápida e menos sensível, a união de um passo operatório à outro, ou seja a simplificação desses sistemas convencionais e autocondicionantes, tornam essa camada híbrida membranas semipermeáveis, quando aplicados e polimerizados no dente<sup>[38-43]</sup>. Essa permeabilidade tem se mostrado desfavorável à durabilidade da união da interface dente-resina<sup>[42, 44, 45]</sup>, uma vez que foi observada presença de fluidos nessa região<sup>[38, 46-48]</sup>.

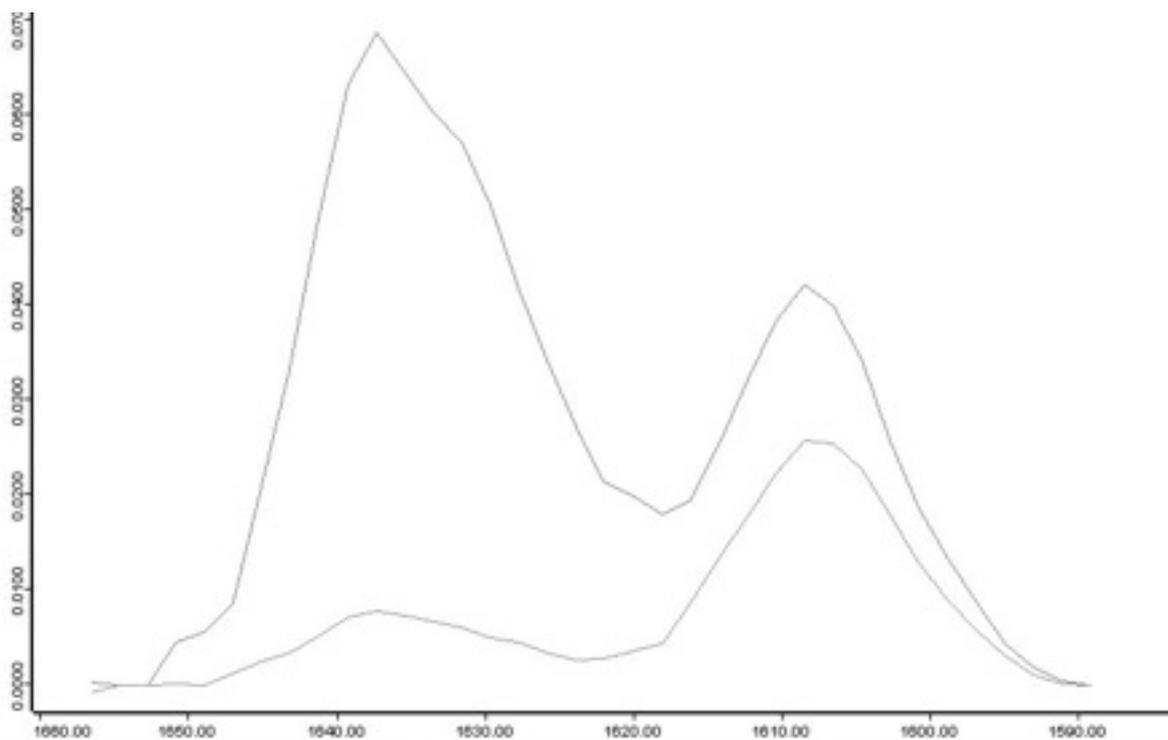
O problema tem sido correlacionado, também, à uma subpolimerização dos sistemas adesivos, independente do tipo e do número de passos necessários para sua aplicação. Todos os adesivos sofrem influência do tempo da polimerização no grau de conversão, podendo ser correlacionado com a permeabilidade a fluidos<sup>[31]</sup>. No entanto, nos sistemas simplificados, foram observados maior subpolimerização e permeabilidade, provavelmente devido a maior concentração de monômeros hidrofílicos<sup>[31]</sup>. Essa permeabilidade, dos sistemas adesivos simplificados, foi descrita como nanoinfiltração, ou seja, uma infiltração em escala nanométrica que ocorre através da camada de adesivo, o que permite a passagem de água oriunda do complexo dentinopulpar e de bactérias e seus subprodutos, reduzindo o tempo de vida clínica de uma restauração adesiva<sup>[38]</sup>.

Alguns protocolos com modificações na técnica adesiva como, a aplicação de uma camada adicional do agente resinoso hidrofóbico sobre os SA hidrofílicos<sup>[49]</sup>, a aplicação de múltiplas camadas do adesivo<sup>[50-53]</sup>, evaporação acentuada dos solventes<sup>[10, 54-59]</sup>, o uso de uma corrente elétrica para melhorar a permeação dos monômeros<sup>[60, 61]</sup>, e o aumento do tempo de polimerização<sup>[32, 50, 62, 63]</sup> têm influenciado positivamente a adesão entre dente e resina<sup>[62, 63]</sup>.

A mais nova classe de sistemas adesivos, os multi-modo ou universais, foram desenvolvidos para funcionar tanto como um sistemas de condicionamento ácido total, como autocondicionantes, usando a mesma solução, existente em um único frasco<sup>[64]</sup>. Segundo os fabricantes não há perda de efetividade adesiva em nenhuma das duas estratégias, com dentina úmida ou seca, podendo inclusive ser utilizado com a técnica de condicionamento seletivo do esmalte, quando o mesmo sofre o condicionamento com ácido fosfórico à 37% e a dentina é modificada apenas com o primer ácido.<sup>[65]</sup> Contudo, por serem sistemas novos no mercado, são poucas as informações acerca de durabilidade e qualidade da interface adesiva desses sistemas<sup>[10, 66-69]</sup>. E mais escassos ainda são os estudos que avaliam a RU e o grau de conversão de sistemas adesivos multi-modo, variando o tempo de polimerização.

Considerando-se a literatura citada torna-se importante um estudo que avalie se o tempo de polimerização irá influenciar no grau de conversão de monômeros em polímeros, na resistência da união da interface dentina-adesivo, contribuindo ou não na longevidade de restaurações adesivas, realizadas com sistemas adesivos convencionais, autocondicionantes e multi-modo.

# REVISÃO DE LITERATURA



## 2 REVISÃO DE LITERATURA

### 2.1 SISTEMAS ADESIVOS

O condicionamento ácido, preconizado por Buonocore em 1955<sup>[1]</sup>, o desenvolvimento das resinas compostas por Bowen, em 1962<sup>[70]</sup>, e o conceito de hibridização de Nakabayashi, em 1892<sup>[14]</sup>, trouxeram grandes avanços à odontologia restauradora adesiva. Desde tem evoluído rapidamente, devido principalmente ao fato de contribuir para o conceito da odontologia restauradora atual, que volta sua atenção para tratamentos mais conservadores, evitando desgastes desnecessários para confecções das tradicionais caixas e retenções que visavam a preservação das características mecânicas do material.<sup>[71, 72]</sup>

O mecanismo de união de materiais resinosos à dentina está alicerçado basicamente nos três passos fundamentais para realização de um procedimento adesivo: condicionamento ácido, aplicação do *primer* e aplicação da resina adesiva (bond). Esse mecanismo envolve essencialmente o processo de remoção de minerais dos tecidos dentais e aplicação de monômeros resinosos, que resultam na união mecânica pelas micro-porosidades criadas, descrito por Nakabayashi *et al.* e conhecido como hibridização ou formação da camada híbrida<sup>[14]</sup>.

Os *primers* são compostos por solventes orgânicos polares misturados aos monômeros resinosos hidrofílicos. Estes solventes são responsáveis por carrear os monômeros para o interior da matriz desmineralizada, além de provocarem a evaporação da água presente em seu interior, garantindo a ocupação dos espaços interfibrilares sem que seja permitida o colapso das fibrilas de colágeno. Dessa forma os monômeros podem penetrar para o interior dos túbulos dentinários desobstruídos, formando o que se denomina de *tags* resinosos<sup>[73-75]</sup>. É importante enfatizar que para haver compatibilidade entre o *primer* e o substrato, os monômeros utilizados devem ser obrigatoriamente hidrofílicos, já que a dentina é um substrato genuinamente úmido, assim como a técnica usada para seu tratamento, o que impede qualquer tentativa de uso de monômeros hidrofóbicos.

Superadas todas as dificuldades que se apresentam para a preparação do substrato durante a aplicação dos *primers*, tornando-o mais compatível para receber o adesivo, deve-se fazer a aplicação do adesivo propriamente dito, denominado *bond*, garantindo, dessa forma, a estruturação da camada híbrida ou zona de interdifusão resinosa.<sup>[73]</sup> Este componente dos sistemas adesivos caracteriza-se por sua composição hidrófoba, constituindo-se de monômeros viscosos e avessos à água, como por exemplo, o Bis-GMA, TEGDMA e UDMA<sup>[76]</sup>. Estes monômeros são mais estáveis e resistentes à sorção de fluidos<sup>[77]</sup>, o que possibilita maior durabilidade da restauração adesiva.

Baseados na estratégia de união, dois mecanismos de ação para os sistemas adesivos estão atualmente em uso na Odontologia<sup>[78, 79]</sup>. O primeiro deles necessita de um condicionamento ácido total antes da aplicação do adesivo (convencional). O segundo baseia-se na aplicação de monômeros ácidos, sem a necessidade de utilização do agente condicionante prévio, lavagem e controle da umidade na superfície dentinária previamente à aplicação do *bond* (*autocondicionantes*).

Além da classificação pelo modo de ação (condicionamento ácido total ou autocondicionamento), os sistemas adesivos podem ser classificados de acordo com a maneira de realização ou combinação dos três passos fundamentais para a realização de um procedimento adesivo em substrato dental (condicionamento, aplicação do *primer* e aplicação do *bond*), apresentando-se em sistemas de três passos, dois passos ou de passo único<sup>[79]</sup>.

Os sistemas adesivos utilizados na técnica de condicionamento ácido total utilizam um condicionador, como o próprio nome já diz, ácido (comumente gel de ácido fosfórico entre 30 e 40%), para remover a camada de esfregaço (*smear layer* e *smear plug*) e simultaneamente expor uma malha de fibrilas de colágeno pela desmineralização superficial.<sup>[14]</sup>

A versão de três passos dos sistemas adesivos convencional consiste na aplicação do *primer* e do *bond* em passos separados, após o condicionamento com ácido fosfórico. A versão de dois passos, simplificado, propõe, após o condicionamento ácido da dentina, a aplicação do *primer* e do *bond* em uma única etapa<sup>[80]</sup>.

Os sistemas adesivos autocondicionantes parecem ser os produtos mais promissores no que se refere à facilidade de uso e menor sensibilidade da técnica. Estes sistemas não requerem a fase do condicionamento com ácido fosfórico,

o que diminui o tempo de aplicação clínica e também reduz significativamente o risco de incorporação de erros durante a aplicação e manipulação. Outra importante vantagem é que a infiltração dos produtos ocorre simultaneamente com a fase do condicionamento, evitando o colapso das fibrilas de colágeno, pelo excesso de remoção de água e também, a ocorrência de fibrilas desprotegidas pela resina aplicada<sup>[79, 81, 82]</sup>.

Quando um *primer* autocondicionante é aplicado a uma superfície de dentina coberta com a camada de esfregaço, ele condiciona através dessa camada para dentro da dentina mineralizada subjacente. Esse mecanismo de ação tem sido descrito desde 1994, quando da utilização do phenyl-P, o primeiro monômero ácido responsável em preparar esmalte e dentina para união dos materiais restauradores resinosos aos substratos dentais<sup>[54, 83]</sup>. No entanto, a diferença na acidez dos *primers* pode refletir no modo do preparo do substrato, quanto a descalcificação, aumentando ou diminuindo a habilidade do mesmo<sup>[84]</sup>. O primer ácido tem como função modificar o substrato permitindo assim a sua incorporação junto à camada híbrida formada.<sup>[83, 84]</sup>

Estão disponíveis no mercado dois tipos de SA autocondicionantes, quanto à forma de aplicação: (i) dois passos, compostos por um componente de resina adesiva fotopolimerizável (hidrofóbica) utilizado após a aplicação de um *primer* autocondicionante; (ii) e os sistemas de passo único, que reúnem as etapas de condicionamento, infiltração e adesão em um único passo operatório. Apesar destes sistemas de união serem comercializados como simplificados, devido ao menor número de passos de aplicação, eles são na realidade misturas complexas de monômeros resinosos hidrófilos e hidrófobos, solventes, água e outros aditivos<sup>[85, 86]</sup>.

O fato de que com o uso dos adesivos autocondicionantes não haveria discrepância entre a quantidade de colágeno exposto e a quantidade de monômeros infiltrados, parecia promissor, mas o sucesso clínico destes adesivos foi contestado justamente por sua característica extremamente hidrofílica que permite a difusão de fluidos pela interface adesiva<sup>[40]</sup>, formando o que foi denominado de “favos de mel” devido à presença de poros na interface<sup>[87, 88]</sup>.

Outra característica da micromorfologia das interface formada pelos adesivos autocondicionantes e/ou convencionais simplificados, é a presença de ca-

nais de água (*water trees*) que percorrem toda a extensão da camada híbrida<sup>[85]</sup> e aumentam em tamanho e comprimento com envelhecimento da restauração.<sup>[46]</sup>

Diante das características obtidas pelas interfaces adesivas provenientes das duas técnicas de adesão em dentina, é possível concluir que em ambos os casos faz-se uso de monômeros hidrofílicos para garantir o selamento de um substrato intrinsecamente úmido, o que nos parece ser uma questão bastante controversa, pois a durabilidade das restaurações com compósitos depende de substâncias extremamente vulneráveis à degradação hidrolítica e sorção de fluidos. Em contrapartida, por ser a dentina um substrato com tais características, não parece existir outro meio para realizar a hibridização com substâncias resinosas, que não seja o uso destes monômeros ávidos por umidade.

Os dois tipos de sistemas adesivos apresentam vantagens e desvantagens. Se por um lado os SA convencionais são capazes de promover uma camada híbrida mais espessa, o que poderia levar a uma união mais resistente e estável, por outro lado, a presença de uma camada com fibrilas colágenas expostas e não infiltradas por adesivo, pode levar a uma degradação mais rápida da interface<sup>[89]</sup>.

Já os adesivos autocondicionantes que deveriam modificar e infiltrar o substrato simultaneamente promove a formação de uma camada híbrida mais delgada, com tags mais curtos, o que pode levar a uma pior resistência da união da interface adesiva.

Com o objetivo de melhorar a resistência da união dos SA autocondicionantes, foram introduzidos monômeros ácidos que apresentam uma ligação química ao substrato mineral (hidroxiapatita) presente na dentina e no esmalte<sup>[90]</sup>. Um exemplo desse tipo de monômero é 10-MDP, presente em alguns sistemas adesivos<sup>[23]</sup>. Inoue *et al.*, observaram que os SA com 10-MDP não apresentaram sinais de degradação após envelhecimento com termociclagem, sugerindo um maior durabilidade da interface<sup>[18]</sup>.

No entanto, o grande problema do uso dos SA autocondicionantes em dentina e esmalte é a falta de capacidade desses materiais em conseguir a mesma profundidade de desmineralização do esmalte, alcançada com ácido fosfórico.<sup>[85, 91, 92]</sup> Para superar esse problema alguns autores tem recomendado o condicionamento ácido seletivo (apenas em esmalte) antes da aplicação do SA.<sup>[93, 94]</sup> Nem sempre esse passo operatório leva a melhora da resistência da união,<sup>[95-97]</sup> uma vez que não

é fácil a tarefa de colocar o ácido apenas em esmalte sem condicionar a dentina junto. O condicionamento da dentina antes da aplicação de um SA autocondicionante pode levar a uma superdesmineralização do substrato, o que pode diminuir a eficácia adesiva dos sistemas.<sup>[92, 98]</sup> O grande desafio da odontologia adesiva atual é conseguir uma adesão igualmente efetiva em esmalte e em dentina.<sup>[89]</sup>

Frente a esse empasse, os fabricantes desenvolveram um sistema mais versátil que dá a oportunidade ao dentista de escolher quando usá-lo como um sistema autocondicionante e quando usá-lo como um sistema de condicionamento ácido total. Essa nova família de adesivos é conhecida como multi-modo ou universais e representa a última geração de SA do mercado.<sup>[64, 68, 99, 100]</sup>

Os sistemas multi-modo são apresentados comercialmente com o mesmo conceito dos adesivos autocondicionantes de passo único, mas com a versatilidade de se adaptar à situação clínica, ou seja, podem ser usados com o protocolo que melhor se adaptar a cavidade que está sendo preparada.<sup>[64, 101]</sup>

Apesar do esforço dos fabricantes em desenvolver novos materiais a dúvida sobre quando os cirurgiões dentistas devem usar esses adesivos com condicionamento ácido prévio ou não, continua. Não existem estudos clínicos de longevidade suficientes para determinar qual seria a melhor estratégia, e apenas alguns estudos *in vitro*. Rosa *et al.*, 2015, realizaram uma revisão sistemática, com metanálise, com o objetivo de determinar qual a melhor estratégia adesiva para os sistemas multi-modo, em dentina e esmalte e concluíram que a resistência da união desse SA em esmalte é melhorada com condicionamento prévio, mas o mesmo não foi encontrado em dentina quando testados adesivos de média acidez.<sup>[101]</sup>

Cardenas *et al.*, 2016, avaliaram o efeito do protocolo de aplicação de três sistemas multi-modo, na resistência da união entre esmalte e dentina, no grau de conversão *in situ*, e no padrão de condicionamento. E concluíram que uma aplicação ativa pode se uma alternativa viável para melhorar o padrão de condicionamento, a resistência adesiva e o grau de conversão desses sistemas, quando aplicados em esmalte.<sup>[102]</sup>

## 2.2 GRAU DE CONVERSÃO

Alguns autores têm estudado a relação entre grau de conversão e permeabilidade dos sistemas adesivos e conseqüentemente a maior estabilidade da camada híbrida (CH). Falhas na união da interface dentina-adesivo têm sido associadas à uma incompleta polimerização dos monômeros adesivos e infiltração, à uma separação de fases e a degradação hidrolítica/enzimática.<sup>[28, 103-105]</sup>

Como são utilizadas luzes visíveis na polimerização dos sistemas adesivos, é importante a compreensão do impacto que a intensidade de luz pode gerar sobre a camada adesiva. Breschi *et al.*, 2007, observaram uma relação inversa entre o grau de conversão dos SA e a estabilidade da CH. Seus resultados mostraram que um maior tempo de exposição à luz, do que a normalmente recomendada pelos fabricantes (10s), pode proporcionar a diminuição da permeabilidade nessa interface, para os dois tipos de estratégias adesivas.<sup>[106]</sup>

O tipo de luz usado no processo de polimerização dos sistemas adesivos é alvo de vários estudos<sup>[107-109]</sup> que apresentam resultados diferentes entre si. Faria-e-Silva *et al.*, 2010, observaram que a combinação entre o tipo de luz e o tipo de sistema adesivo estão diretamente relacionados com o grau de conversão (GC). Para os sistemas adesivos autocondicionantes seus resultados mostraram que os maiores valores de GC foram obtidos com a lâmpada halógena, já para os adesivos convencionais não houve diferença entre as diferentes fontes de luz (halógena e LED)<sup>[109]</sup>. No entanto, Arrais *et al.*, 2007, mostraram que o LED promoveu menores valores de grau de conversão quando comparado à lâmpada halógena para os adesivos convencionais e para os autocondicionantes, tanto imediatamente a polimerização quanto após uma semana de armazenamento em água<sup>[107]</sup>. Já, Ye *et al.*, 2007, observaram que o LED promoveu uma melhor polimerização para os sistemas adesivos autocondicionantes. Seus resultados mostraram, ainda, que para os adesivos convencionais o tipo de luz não interferiu no grau de conversão, o que mostrou apresentar interferência nesses valores foi o tempo de exposição a luz. Quanto maior o tempo de exposição maiores foram os valores de conversão para esse tipo de adesivos<sup>[108]</sup>.

Aparelhos com alta irradiância, como os de arco plasma, têm sido vinculados a uma subpolimerização dos materiais monoméricos, o que pode gerar propriedades

físicas inferiores. Dentre essas propriedades estão: (i) Menor conversão dos monômeros<sup>[110-112]</sup>; (ii) maior diluição dos monômeros<sup>[113, 114]</sup>; (iii) menor dureza<sup>[115, 116]</sup>; (iv) e menor resistência da união<sup>[117, 118]</sup>. Feng *et al.*, 2009, observaram que a subpolimerização de materiais a base de monômeros pode ser gerada tanto pelo arco de plasma como por qualquer outro fotopolimerizador com alta irradiância, quando um curto tempo de irradiação é usado. Isso porque sobre alta irradiância o tempo de vida dos radicais livres é menor<sup>[119]</sup>.

Abedin *et al.*, 2015, observaram que a intensidade de luz usada na polimerização de sistemas adesivos tem impacto direto sobre a estrutura do polímero formado dentro da camada híbrida.<sup>[120]</sup> Um grau de conversão limitado pode resultar em falha precoce da restauração.<sup>[121]</sup>

### 2.3 RESISTÊNCIA DA UNIÃO

A resistência da união dos sistemas adesivos aos substratos dentários foi, por muitos anos, avaliada quantitativamente por meio dos testes mecânicos de tração e cisalhamento<sup>[122, 123]</sup>. Contudo, o melhoramento dos materiais e da técnica de aplicação, decorrente do estudo minucioso das características do substrato, fez com que estes testes apresentassem limitações relativas ao número crescente de fraturas coesivas<sup>[124]</sup>, não informativas da união real entre substrato e material e sim com provável consequência da distribuição não uniforme das tensões ao longo da interface adesiva<sup>[125]</sup>.

Sano *et al.*, (1994) publicaram um estudo sobre resistência adesiva em pequenas áreas do substrato, modificando a metodologia do teste de tração com a redução das dimensões dos corpos de prova<sup>[126]</sup>. Este foi um estudo pioneiro na metodologia do teste de microtração. Neste caso, as áreas de união variavam entre 0,5 X 0,5mm e 3,0 X 3,0mm. Os autores concluíram que a resistência da união é dependente da área aderida, sendo que quanto menor a área, maior o valor de resistência obtido. Além disso, os autores encontraram menor ocorrência de falhas coesivas nos espécimes com área reduzida. Uma área adesiva pequena, como essa utilizada no ensaio de microtração, contém menos defeitos e por consequência menor

estresse na interface do substrato, quando comparada com os espécimes maiores utilizados nos ensaios de cisalhamento e tração. Desta forma, durante a aplicação do teste, a concentração de tensões nesses defeitos, inicia a formação e propagação de trincas, resultando conseqüentemente na ruptura a níveis de carga baixos<sup>[126]</sup>.

Devido à menor ocorrência de fraturas coesivas, à maior facilidade de alinhamento dos corpos de prova garantindo uma melhor axialidade da carga, à possibilidade de avaliação de pequenas regiões clinicamente relevantes e à obtenção de múltiplos espécimes com um único dente, fazem com que o teste de microtração se torne uma das metodologias mais utilizadas para testar a resistência da união dos sistemas adesivos ao substrato dental<sup>[8, 124]</sup>, e para informar a eficiência da adesão de sistemas adesivos aos substratos dentais<sup>[127]</sup>

Garcia *et al.*, 2002, por meio de uma revisão de literatura, concluíram que os métodos de avaliação da resistência adesiva quer seja de tração, cisalhamento, microtração, entre outros, são apenas um dos elementos que determinam os resultados observados e que o melhor método é aquele que atende aos requisitos dos objetos do trabalho.<sup>[123]</sup>

Estão relacionadas à qualidade da adesão, além da capacidade de união do sistema adesivo ao substrato dental, as propriedades mecânicas dos próprios sistemas adesivos, assim como, da região envolvida nessa adesão, ou seja, camada híbrida, dentina e resina composta<sup>[128]</sup>.

Os dois testes aqui citados, grau de conversão e resistência da união podem ser considerados como dependentes, quando o objeto de estudo é a interface adesiva, como mostra Kanehira *et al.*, em 2006. Em seu estudo os autores observaram que o grau de conversão é um dos principais parâmetros que influenciam a eficiência da resistência da união e a durabilidade da camada adesiva<sup>[129]</sup>.

Cadenaro *et al.*, 2005, e Breschi *et al.*, 2007, demonstraram que uma forma de aumentar o grau de conversão dos SA e diminuir a sua permeabilidade, possivelmente, afetando a durabilidade da interface, seria aumentar o tempo de exposição a luz.<sup>[31, 106]</sup> Já Ferreira *et al.*, 2011, observaram que com tempos de exposição prolongados (20s e 40s), apesar de ser observada melhora na conversão e na resistência à união, não houve redução na nanoinfiltração, o que pode afetar a longevidade da interface adesiva.<sup>[63]</sup>

## 2.4 LONGEVIDADE DA INTERFACE ADESIVA

A evolução dos sistemas adesivos está atrelada a preocupações quanto à durabilidade da camada adesiva formada e quanto ao menor tempo clínico proveniente da simplificação dos sistemas adesivos autocondicionantes e convencionais. No entanto, com essa simplificação, grupos iônicos (carboxil e fosfato) e hidrofílicos (hidroxil) ficam retidos dentro de micro-espacos da camada adesiva<sup>[130]</sup> que, por serem hidrofílicos, permitem a passagem de água pela camada híbrida (permeabilidade), devido a formação de um gradiente de pressão osmótica na interface adesiva, mesmo após a polimerização do adesivo<sup>[131]</sup>. Por tanto a simplificação pode significar diminuição da longevidade da interface adesivo-dentina.<sup>[63]</sup>

Devido à alta concentração de monômeros ácidos e hidrofílicos, a baixa espessura de adesivo (pela eliminação de uma camada adicional no sistema) e a falta de resinas hidrofóbicas os sistemas autocondicionantes de passo único, têm sido reportados como membranas semipermeáveis após a polimerização<sup>[48]</sup>. Tal característica permite o trânsito de água na camada de adesivo, evento claramente visível em análises por microscopia de transmissão, após impregnação por nitrato de prata amoniaca<sup>[48, 132]</sup>.

Estudos mostram que nesses sistemas adesivos existe uma formação osmótica de bolhas na região adesiva, sendo que em alguns sistemas essas bolhas podem se concentrar na região da camada adesiva mais próxima à resina causando grande parte da perda de adesão quando o substrato dentinário hibridizado é exposto a altas umidades<sup>[133]</sup>. Além disso, os locais das bolhas têm sido apontados como iniciadores das falhas adesivas ao substrato dental<sup>[42]</sup>.

Dessa forma, a presença da água na camada adesiva em sistemas autocondicionantes, não é necessariamente causada por disparidades entre profundidade de desmineralização e infiltração do adesivo, como acontece para os sistemas convencionais. Segundo Tay *et al.*, 2002, esse fenômeno não se caracteriza por nanoinfiltração propriamente dita, porém representa áreas com aumento de permeabilidade no interior da matriz resinosa, na qual a água não foi completamente removida da

dentina hibridizada ou das camadas de adesivo, resultando em áreas com polimerização incompleta e/ou formação de hidrogel microporoso<sup>[81]</sup>.

Esse fenômeno pode ser responsável pela presença de canais de água na camada adesiva, sendo já demonstrada a capacidade de difusão da água na passagem por barreiras formadas por resinas orgânicas<sup>[22]</sup>. Íons orgânicos dissolvidos, não polimerizados, solúveis em água, monômeros resinosos hidrofílicos ou componentes de colágeno e proteoglicanos dissolvidos dentro camada inibida por oxigênio do adesivo polimerizado pode gerar um movimento da água devido à diferença de concentração osmótica dentro dessa<sup>[133]</sup>. A água tende a se movimentar de regiões de menor concentração osmótica (túbulos dentinários e substrato de dentina hidratada) para regiões de maiores concentrações (interface adesivo-compósito), resultando na formação de gotas microscópicas na região da interface adesiva. Além disso, bolhas de ar são incorporadas à camada de adesivo e ficam aprisionadas no interior dessa camada após sua polimerização. Acredita-se que com o tempo e gradiente osmótico a água pode se acumular nesses locais, contribuindo para a possível degradação precoce da interface desses sistemas<sup>[134]</sup>.

Com o advento dos adesivos autocondicionantes, caracterizados por serem mais suscetíveis à degradação devido à sua natureza extremamente hidrofílica, ficou ainda mais claro que monômeros hidrofóbicos deveriam ser preferencialmente usados para a constituição da camada híbrida. Alguns estudos foram desenvolvidos com o objetivo de melhorar a durabilidade da interface adesiva formada pelo uso dos adesivos autocondicionantes. Nesses estudos avaliou-se o potencial do uso de um adesivo hidrófobo extra sobre a camada de adesivo autocondicionante. Os resultados mostraram que quando esta condição foi testada de forma imediata, houve tendência de melhora nos resultados de resistência da união, embora não fosse estatisticamente significativa<sup>[135, 136]</sup>. Entretanto, quando esta mesma condição foi testada após um período de armazenamento prolongado (72 horas), a camada hidrófoba mostrou-se significativamente eficiente na melhora da resistência adesiva<sup>[137]</sup>. Estes resultados corroboram a hipótese de que monômeros hidrófobos são mais resistentes a ação hidrolítica das moléculas de água, fazendo com que a interface adesiva torne-se mais estável ao longo tempo.

A redução nos valores de resistência da união em longo prazo, tanto em estudos *in vitro*<sup>[7, 15-17, 138]</sup> como *in vivo*<sup>[26]</sup>, confirmaram uma provável degradação da in-

terface. Isto porque resinas mais hidrofílicas são, inerentemente, menos resistentes<sup>[139]</sup> e também porque a conversão de monômeros em polímeros num meio úmido (técnica de adesão à dentina úmida) determina a formação de polímeros mais frágeis<sup>[31, 140, 141]</sup> e suscetíveis à sorção de fluidos extra e intra-orais<sup>[77, 142]</sup>, sendo, portanto, menos capazes de selar adequadamente a dentina<sup>[38, 130, 134]</sup>.

Para os sistemas adesivos com condicionamento ácido prévio também têm sido demonstrado severa degradação da CH com o passar do tempo<sup>[8]</sup>. A consideração mais importante para a formação de uma camada de interdifusão (camada híbrida) de qualidade é a capacidade que os componentes resinosos têm de infiltrar na dentina desmineralizada. Em consequência da diferença de capacidade dos agentes condicionadores desmineralizarem o substrato dentinário e da penetração dos agentes resinosos nessa dentina desmineralizada, forma-se uma zona de dentina com fibrilas colágenas desprotegidas, resultante da discrepância entre a profundidade de dentina desmineralizada e a infiltrada pelo adesivo<sup>[128, 143]</sup>.

Santini A e Miletic V, 2008, estudaram, por meio da espectroscopia micro-raman, o grau de desmineralização dentinária, a penetração dos adesivos e o grau de conversão dos mesmos dentro da interface adesivo/dentina. Eles observaram que todos os sistemas mostraram diferenças entre o grau de desmineralização e a penetração dos adesivos, assim como uma quantidade significativa de monômeros não polimerizados. Esse último achado foi observado, principalmente, nos sistemas convencionais<sup>[104]</sup>.

A diferença entre a desmineralização dentinária e a penetração dos adesivos nessa dentina deixa regiões com fibrilas de colágeno sem proteção, o que, segundo Hashimoto *et al.*, 2000, parece não ocorrer quando do uso de sistemas autocondicionantes, em função da simultânea dissolução da fase inorgânica da dentina e infiltração do monômero adesivo<sup>[29]</sup>. Essas fibrilas colágenas desprotegidas provenientes da hibridização incompleta da dentina ficam vulneráveis à degradação hidrolítica<sup>[26]</sup>. A literatura tem reportado que a matriz de metaloendoproteínase (MMPs) pode ser um fator responsável pela degradação da camada híbrida nesses casos<sup>[144]</sup>. Essa matriz corresponde a um grupo de 23 enzimas capazes de degradar os componentes da matriz extracelular<sup>[145]</sup>, pertencentes à família de endopeptidases zinco-cálcio dependentes<sup>[146]</sup> que, durante o desenvolvimento dental, localizam-se dentro da matriz de dentina mineralizada<sup>[147]</sup>.

MMPs são secretadas como enzimas inativas e ficam na matriz dentinária junto com outras proteínas não colagênicas. Quando ativadas atuam na degradação de fibrilas de colágeno, de elastina e de componentes da matriz extracelular<sup>[145]</sup>. Essas enzimas são sensíveis a variação do pH local, sendo inativadas quando ocorre uma queda, a exemplo do que acontece no momento do condicionamento ácido da dentina em sistemas adesivos do tipo convencional. Entretanto, a presença de água nessa região após a polimerização do sistema adesivo pode reativar as MMPs, deixando a região suscetível à degradação<sup>[148]</sup>.

A presença de água na interface adesiva é responsável pelas principais causas de degradação química dessa interface, a hidrólise e plastificação dos componentes resinosos. Sendo o ingresso de água nessa região muitas vezes causado por difusão, os mecanismos de degradação acabam por ser difuso<sup>[26]</sup>.

A hidrólise é responsável por quebrar ligações covalentes, promovendo a ligação das diferentes unidades de fibrilas de colágeno assim como de polímeros resinosos. Além disso, esses produtos resultantes da quebra de ligações, juntamente com os monômeros residuais podem ser liberados piorando a mecânica interfacial e permitindo que mais água possa ingressar na interface adesiva. A presença da água pode reduzir as forças friccionais entre as cadeias poliméricas da resina, o que reduz suas propriedades mecânicas fazendo com que o polímero sofra um amolecimento, processo conhecido com plastificação da resina<sup>[8]</sup>.

Independente da maneira com que a água chega à região de adesão, infiltração marginal, nanoinfiltração ou ingresso de fluido orais por meio de canais nanométricos ao longo das fibrilas de colágeno dentro da camada híbrida, ela parece contribuir fortemente para a diminuição da integridade do sistema adesivo em longo prazo. Dentre os sistemas adesivos disponíveis, segundo De Munck, (2005) os do tipo convencionais e autocondicionantes simplificados estão mais suscetíveis a degradação pela água<sup>[8]</sup>.

Os sistemas adesivos multi-modo têm se mostrado mais estáveis quando usados como autodicionantes, uma vez que menores índices de nanoinfiltração foram encontrados tanto em testes imediatos com em testes com armazenamento em água.<sup>[11]</sup>

Sabe-se que embora a técnica adesiva que mantém o substrato dental úmido forneça altos valores de resistência adesiva imediata, também produz uma camada

híbrida porosa<sup>[149]</sup>. Essa porosidade pode ser causada tanto por difusão restrita de monômeros resinosos em uma matriz de colágeno contraída, como ocorre em condições de secagem excessiva da superfície ou devido à água residual aprisionada nas fibras em superfícies com excesso de água. Independente da causa, camadas híbridas mais porosas provavelmente contribuem para a deterioração em longo prazo da união dentina-resina<sup>[86]</sup>.

A nova família de adesivo tem se mostrado indiferente a umidade da dentina, na estratégia adesiva de condicionamento ácido total. Hanabusa *et al.*, 2012, observaram que a deposição do nitrato de prata dentro da camada híbrida (nanoinfiltração) foi abundante tanto na dentina úmida quanto na dentina seca.<sup>[64]</sup>

Muitos estudos acerca da durabilidade da camada adesiva têm sido feitos por meio da exposição direta da interface dentina-resina à água<sup>[150]</sup>. Descartando o componente mecânico, também responsável por afetar a durabilidade da interface adesiva *in vivo*, a hidrólise dos componentes da interface, como o colágeno e a resina, e a subsequente diluição dos produtos hidrolisados têm sido apontadas como os principais fatores responsáveis pela queda dos valores de união em logo prazo<sup>[8]</sup>. Sendo a maioria desses processos difuso-dependentes, a extensão da difusão é tão importante quanto o tempo de ocorrência. Dessa forma, muitos experimentos que abordam esse assunto têm utilizado a armazenagem de micro-espécimes em água e comparado suas resistências adesivas com micro-espécimes não armazenados<sup>[8, 151]</sup>.

A queda dos valores de resistência adesiva para os espécimes armazenados parece ser consenso na literatura. Armstrong *et al.*, 2003, compararam a resistência adesiva de um sistema convencional de três passos e um de dois passos, um sistema autocondicionante de dois passos e um de passo único durante 15 meses de armazenamento em água. Observou que embora os sistemas tenham apresentado diferenças quanto ao seu comportamento após 6 meses de armazenamento, nenhuma diferença foi demonstrada após 15 meses. Isso pode representar mecanismos comuns de degradação embora os sistemas ajam de forma diferenciada durante a hibridização da dentina<sup>[152]</sup>. Koshiro *et al.*, também encontraram quedas nos valores de resistência adesiva para sistemas do tipo autocondicionante e convencionais após 1 ano em restaurações realizadas em macacos. Embora tenham detectado essa diminuição da adesão em ambos os sistemas, com o tempo a interface ade-

siva para o sistema autocondicionante permaneceu estável, na observação do aumento de porosidades nessa camada, fato não observado no sistema convencional<sup>[153, 154]</sup>.

Em estudo com cinco diferentes marcas de adesivos autocondicionantes de passo único, Hashimoto *et al.*, 2007, encontraram quedas nos valores de resistência da união para espécimes armazenados por mais de cem dias<sup>[19]</sup>. Ao passo que Chaves *et al.*, 2009 observaram resultados semelhantes para 90 dias de armazenamento<sup>[155]</sup>. Breschi *et al.*, 2009, observaram diferenças entre os grupos armazenados por 6 meses e um ano para marcas de adesivos do tipo convencional<sup>[20]</sup>. Sendo que o mesmo foi concluído por Loguercio *et al.*, 2009, e Skovron *et al.*, 2010.  
<sup>[156, 157]</sup>

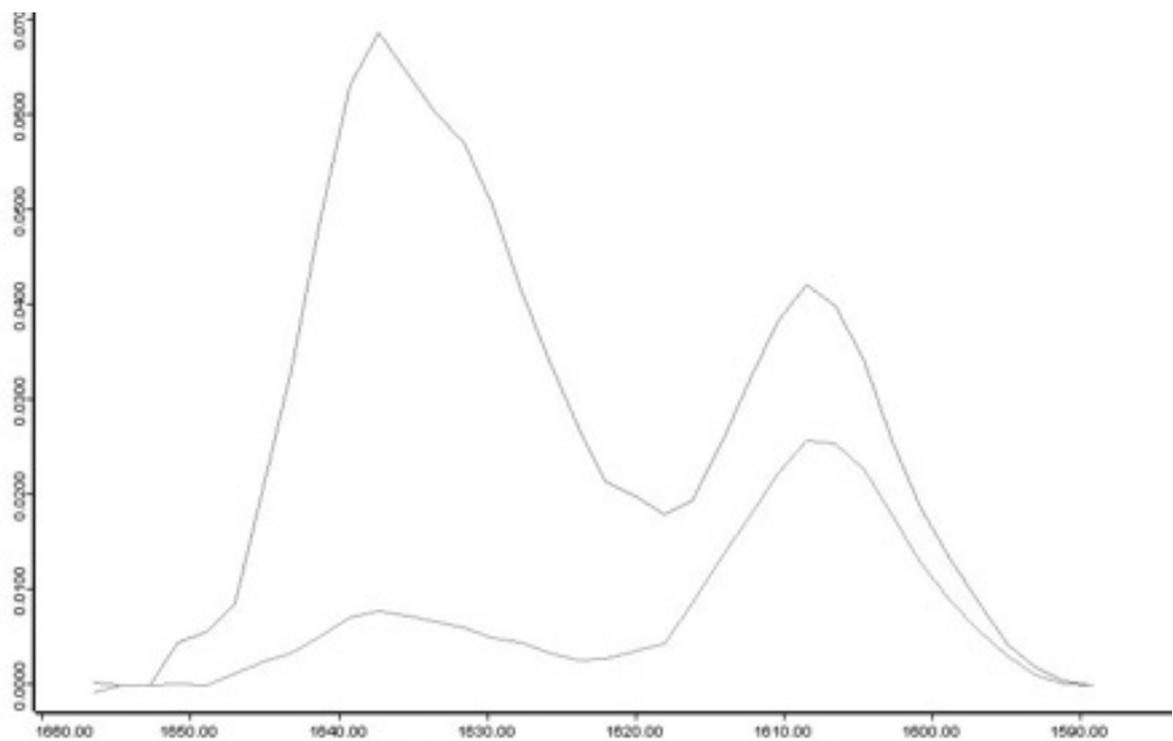
Loguercio *et al.*, 2015, observaram que os novos adesivos multi-modo, apesar de apresentarem pequenos sinais de degradação, são confiáveis quando usados em restaurações de lesões cervicais não cariosas, após 36 meses de acompanhamento clínico, com a estratégia adesiva autocondicionante.<sup>[158]</sup>

Os reais mecanismos relativos à fragilidade da união adesiva decorrentes do envelhecimento não foram ainda totalmente elucidados. A correlação entre parâmetros de resistência da união à dentina e resistência máxima à tração de sistemas adesivos, apontada por Takahashi *et al.*, 2002, sustenta a sugestão da forte influência das propriedades mecânicas dos sistemas adesivos sobre a união adesiva<sup>[159]</sup>. Assim, a redução das propriedades mecânicas do componente resinoso após o envelhecimento pode influenciar fortemente a degradação da interface adesiva<sup>[7, 141]</sup>.

Navarra *et al.*, 2009, observaram que um maior grau de conversão é pré-requisito para uma melhor estabilidade da interface adesiva<sup>[160]</sup>. Por tanto é notável que estudos sobre como obter uma melhor conversão dos sistemas adesivos poderia melhorar a união entre dentina e resina imediatamente e a longo prazo são de suma importância.



# OBJETIVOS





### 3 OBJETIVOS

#### 3.1 OBJETIVO GERAL

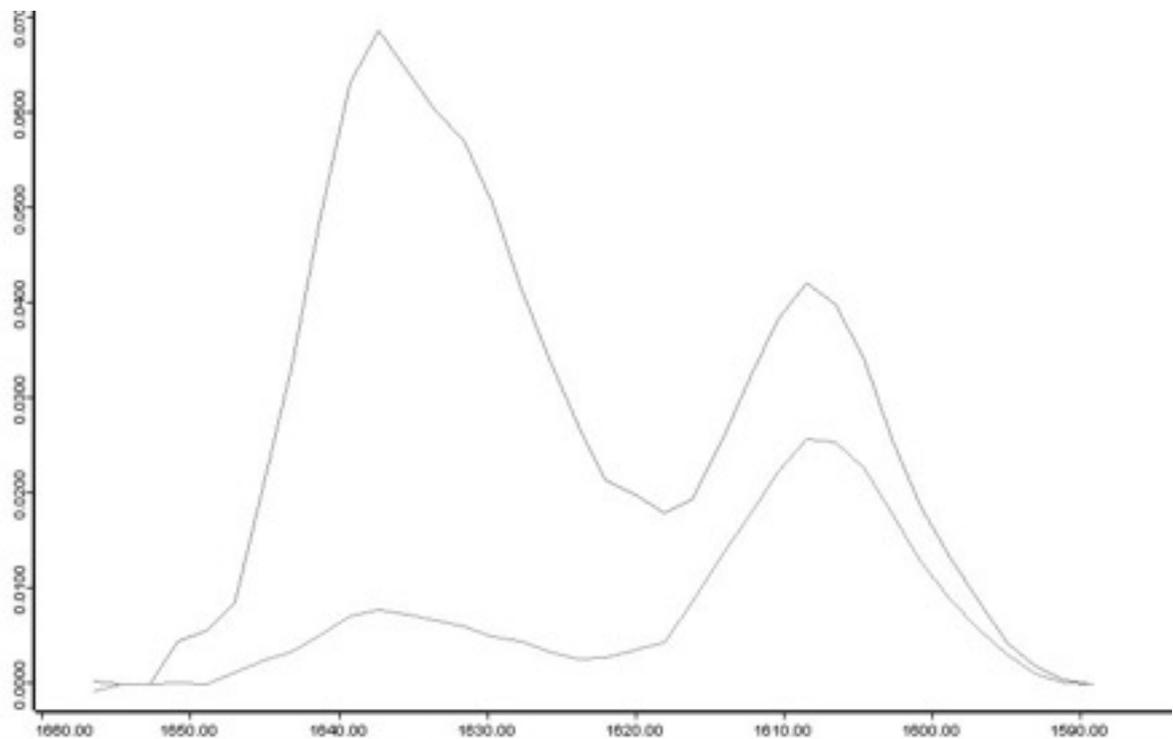
Este estudo teve como objetivo primário avaliar se o tempo de polimerização dos sistemas adesivos (SA) interfere no grau de conversão e na durabilidade da resistência da união da interface dentina-adesivo.

#### 3.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS:

Avaliar as seguintes hipóteses nulas:

- 1.O tempo de polimerização não irá influenciar no grau de conversão dos SA;
- 2.O tempo de polimerização não irá influenciar na resistência da união da interface dentina-adesivo imediata;
- 3.O tempo de polimerização não irá influenciar na resistência da união da interface dentina-adesivo a longo prazo.

# MATERIAIS E MÉTODOS



## 4 MATERIAIS E MÉTODOS

### 4.1 MATERIAIS

Os materiais utilizados estão descritos na Tabela 01 contendo a composição, o lote, a validade e o fabricante.

**Tabela 01:** Materiais - composição, instruções do fabricante, lote, validade e fabricante

Materiais	Composição	Instruções do Fabricante	Fabricante Validade (Lote)
Condac 37®	Ácido Fosfórico a 37%, Espessante, Corante e Água Deionizada  pH 0,5	1. Aplicar por um período de 15 segundos 2. Lavar a superfície com água em abundância e secar de modo que a dentina não fique desidratada.	FGM, Dentscare LTDA – Joinville, SC.  02/2013 (176-7)
Filtek™ Z350 XT Universal Restorative® - Cor A2E	Cerâmica tratada com silano Bisfenol A diglicidil éter dimetacrilato (Bis-GMA) Bis-EMA Sílica tratada com silano Sílica Óxido de zircônia tratado com silano Diuretano dimetacrilato Dimetacrilato polietilenoglicol TEG-DMA BHT	Inserir na superfície/ cavidade e fotopolimerizar por 20s cada incremento.	3M ESPE Dental Products, St. Paul/MN – USA  05/2013 (1118000186)
Adper™ Single Bond 2®	Bis-GMA HEMA Diuretano dimethacrilato ácido poliacenoico copolímero canforoquinona água Etanol glycerol 1.3 dimethacrilato sílica (5 nm; 10% peso)	1. Condicionamento ácido da superfície seguido de lavagem e secagem com papel absorvente 2. Aplicação ativa do Adesivo por 15s 3. Evaporação do solvente por 5s 4. Fotopolimerização por 10s	3M ESPE Dental Products, St. Paul/MN – USA  03/2013 (1124000697)

Optibond Solo Plus®	BIS-GMA HEMA GDM GPDM etanol sílica e vidro de bário (15% peso) Canforoquinona (CQ)	1. Condicionamento ácido da superfície seguido de lavagem e secagem com papel absorvente 2. Aplicação ativa do Adesivo por 15s 3. Evaporação do solvente por 3s 4. Fotopolimerização por 20s	Kerr, Orange, CA, EUA  10/2013 (3533713)
---------------------	---	---	---

Continua

Materiais	Composição		Fabricante Validade (Lote)
Optibond All-In-One®	GPDM co-mônômeros incluindo mônômeros metacrilatos mono e disfuncional. água acetona etanol. canforoquinona (CQ). três nano cargas (nano-sílica) hexafluorosilicato de sódio. Ph 2,5	1. Aplicação ativa do Adesivo por 20s (2 camadas 3. Evaporação do solvente por 5s 4. Fotopolimerização por 10s	Kerr, Orange, CA, EUA  10/2013 (33381 E)
ScotchBond Universal®	BisGMA Metacrilato de 2-hidroxietila Decametileno dimetacrilato Água Etanol Sílica tratada de silano 1,10-Decanodiol fosfato metacrilato Co-polímero de acrílico e ácido itacônico Metacrilato de 2-dimetilaminoetilo N,N-Dimetilbenzo-caína Caforoquinona Metil etil cetona pH 2,7	Modo autocondicionante:  Aplicação do Single Bond Universal por 20 segundos, seguido de leve jato de ar por 5 segundos e fotoativação por 10 segundos.	3M ESPE Dental Products, St. Paul/MN – USA  06/2013 (590806)

Clearfil SE Bond <sup>®</sup>	Primer: MDP, HEMA Dimetacrilato hidrofílico Di-canforoquinona N,N-Dietanol-p-toluidina Água pH 2,3	Primer: aplicar e deixar agir por 20s, não lavar e evaporar o solvente com um leve jato de ar	Kuraray
	Bond: MDP Bis-GMA HEMA Dimetacrilato hidrofílico Di-canforoquinona N,N-Dietanol-p-toluidina Silica coloidal silanizada	Bond: Aplicar e espalhar com leve jato de ar. Fotopolimerizar por 10s	09/2013 (1548 AA)

## 4.2 MÉTODOS

Os Adesivos foram divididos em 05 grupos: SB - Single Bond 2; OS - Optibond Solo Plus; OA - Optibond All in One; SU - ScotchBond Universal; e CSE - Clearfil SE Bond. Cada adesivo foi testado com 3 diferentes tempos de polimerização, sendo assim subdivididos em 03 subgrupos (10s, 20s e 40s). Para o teste de microtração os espécimes foram, ainda divididos em 2 tempos de armazenamento: 24 horas (T0) e 2 anos (T2)

### 4.2.1 Grau De Conversão Por Espectroscopia Infravermelha De Transmissão (FTIR - ATR) Por Reflectância:

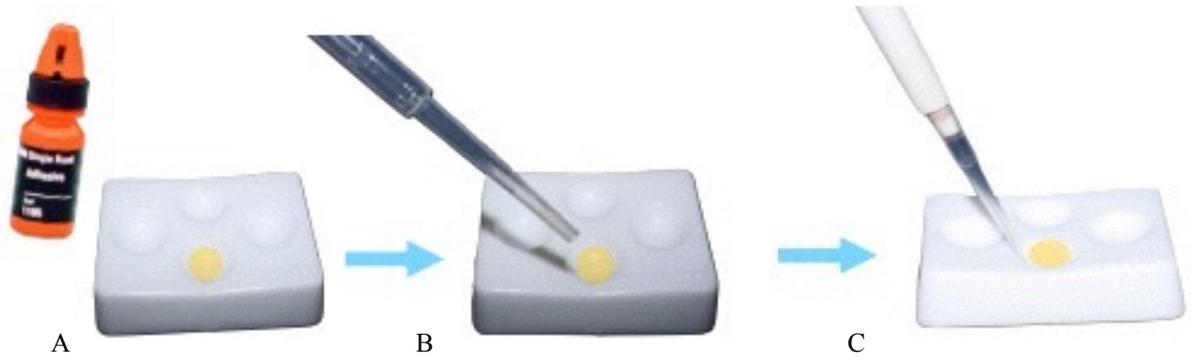
A Espectroscopia Infravermelha de Transmissão de Fourier (FTIR-ATR) por reflectância foi utilizada para mensuração do grau de conversão dos sistemas adesivos, após a polimerização por 10s, 20s ou 40s. Para isso, foram mensurados o grau

de conversão dos monômeros em polímeros por meio das cadeias alifáticas e aromáticas de carbono (C=C) dos adesivos não polimerizados e polimerizados, respectivamente<sup>[109]</sup>.

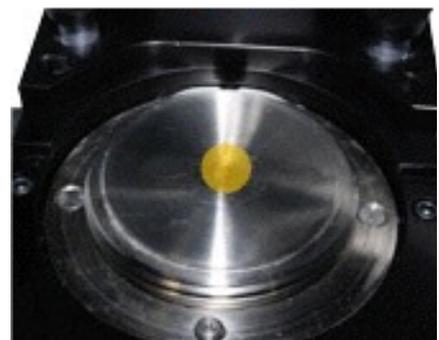
Antes da mensuração do grau de conversão de cada espécime foi feita a leitura do “branco”, que consiste na detecção dos componentes existentes no ambiente para evitar influência no grau de conversão dos espécimes de adesivo. Dessa forma o equipamento iniciava sempre em zero.

A mensuração do grau de conversão foi feita por meio da deposição de 10µl do adesivo, referente a cada grupo, sobre um cristal de ZnSe. O solvente de cada adesivo foi evaporado por 30s em um casulo (figura 1A e B), e posteriormente com auxílio de uma pipeta foram separados 10µl (figura 1C). O adesivo foi colocado sobre o cristal (figura 1D), evitando a formação de bolhas, e coberto por uma tampa opaca, que impede a passagem de luz, e então foi realizada a leitura do espécime não polimerizado (figura 1F). Após essa leitura, o mesmo espécime foi fotopolimerizado (Demetron LC – SDS Kerr) pelo tempo determinado para cada subgrupo (figura 1G) e a tampa reposicionada para permitir qualquer polimerização residual até completar 120s (figura 1H). Passado esse tempo, o espécime foi pressionado sobre o cristal para garantir que o adesivo estivesse em contato direto com o mesmo (figura 1I). Foram confeccionados 5 espécimes para cada tempo de exposição/sistema adesivo (n=5).

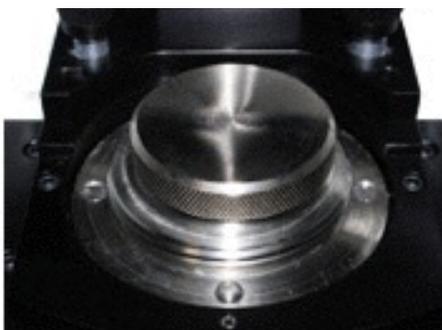
Através de um software, foi obtido um gráfico onde foram avaliadas as áreas de absorção de energia associadas aos grupos funcionais C=C (grupos polimerizáveis de metacrilato, com pico em 1638 cm<sup>-1</sup>) dos adesivos nas versões fluida e polimerizada (figura 2). Além disso, as áreas de absorção associadas ao anel aromático (grupo fenil com pico em 1608 cm<sup>-1</sup>) também foram consideradas como referência interna de proporcionalidade de matéria entre as amostras fluidas e polimerizadas. Após a realização das médias da absorbância (polimerizado e não-polimerizado), o grau de conversão foi obtido de acordo com a equação mostrada abaixo.



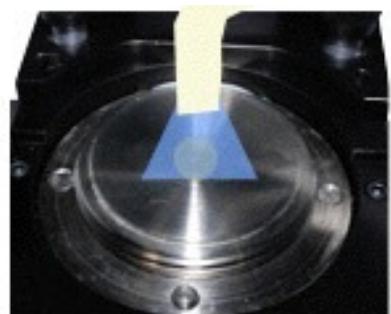
D



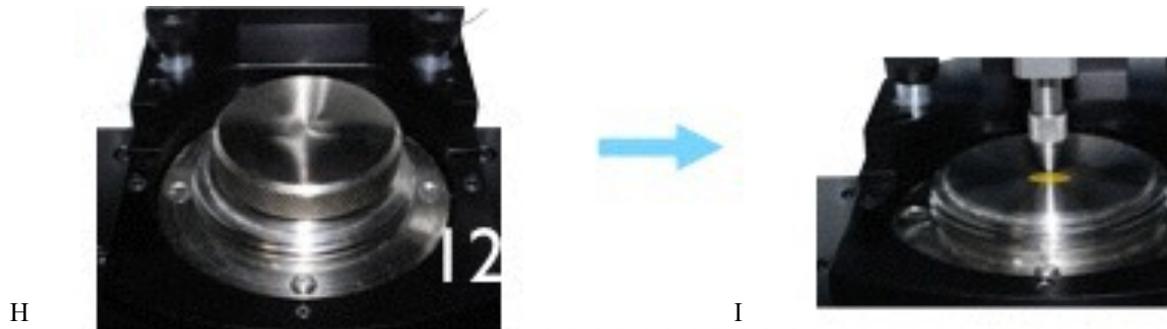
E



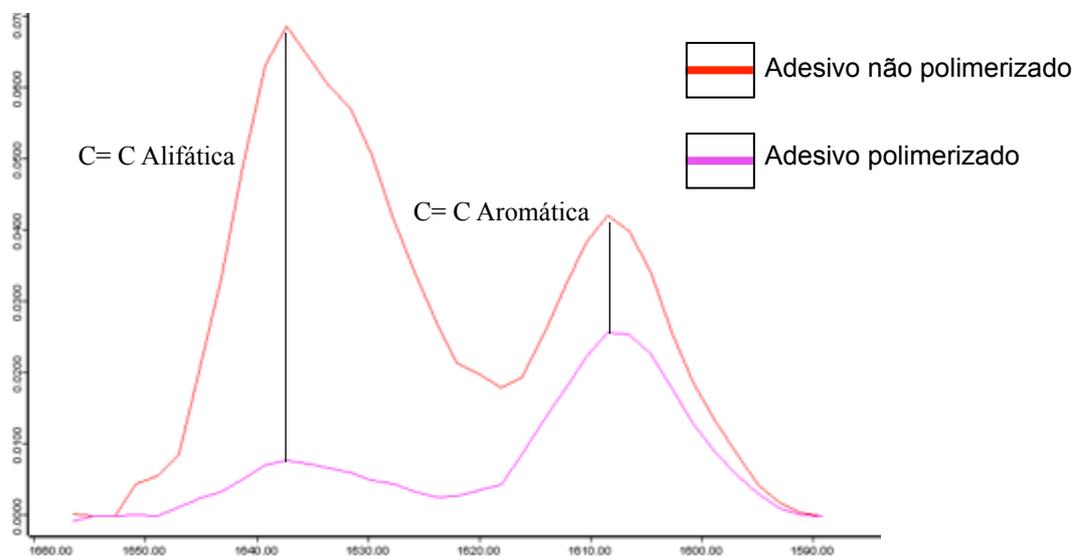
PauFa Co



G



**Figura 1** Esquema ilustrativo do passo a passo da leitura do adesivo sobre o cristal de ZnSe, do FTIR-ATR. A: Exemplo de sistema adesivo colocado sobre o casulo; B: Evaporação do solvente; C: Captura de 10 $\mu$ l do adesivo com auxílio de uma pipeta; D: inserção dos 10 $\mu$ l do adesivo sobre o cristal de ZnSe; E: Espécime em posição sobre o cristal de ZnSe; F: Leitura do espécime não polimerizado com uma tampa metálica, para evitar a polimerização precoce; G: Polimerização do espécime por 10s/20s/40s, dependendo do grupo; H: Espécime polimerizado e tampado por 103s para permitir a polimerização residual; I: Leitura do espécime depois de polimerizado.



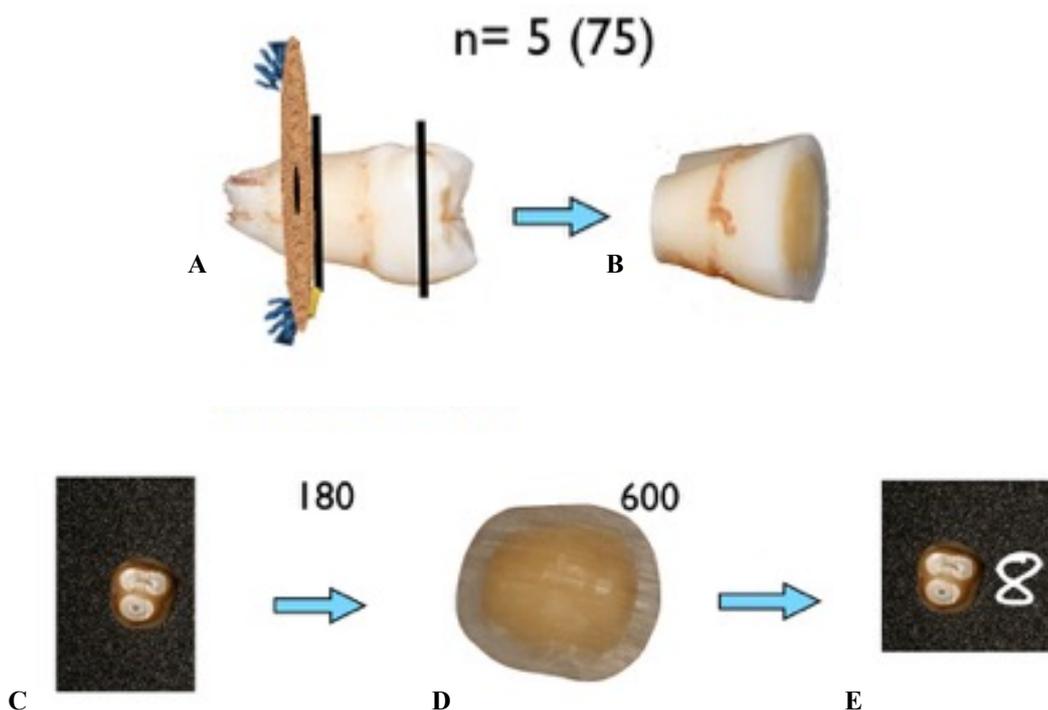
**Figura 2** Leitura dos espécimes não polimerizados e polimerizados (espectros de luz)

#### 4.2.2 Resistência da União

#### 4.2.2.1 Procedimento Restaurador:

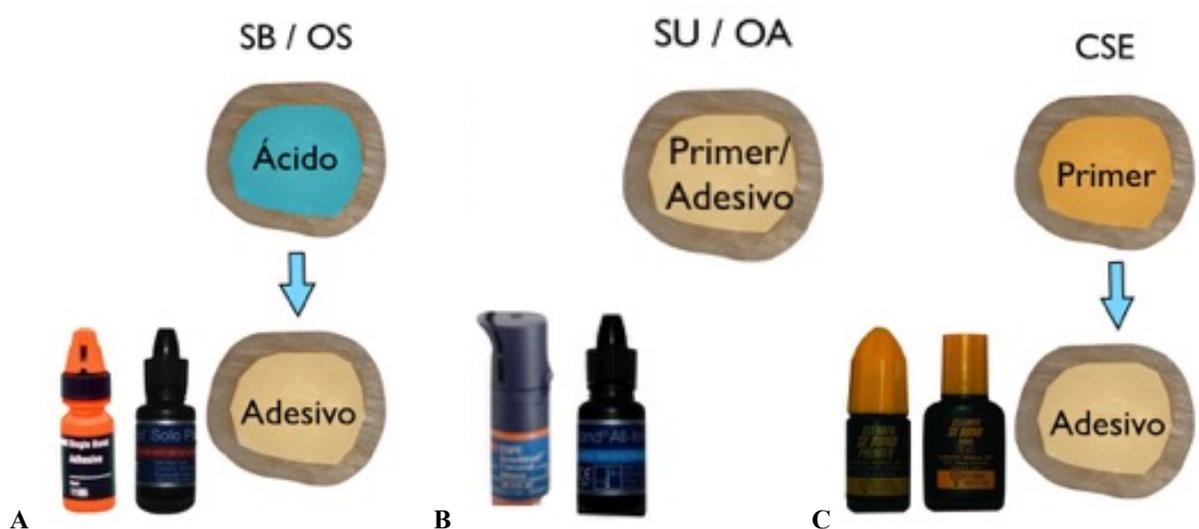
Foram selecionados 75 terceiros molares extraídos recentemente (6 meses, máximo), após a assinatura, por parte dos pacientes, do termo de consentimento informado aprovado pelo comitê de ética da Faculdade de Saúde da UnB (055/11) (Anexo B). Os mesmos foram incluídos em resina epóxica pela porção radicular, terço apical. após essa etapa a porção coronal do esmalte foi removida com um disco diamantado, em máquina de corte seriado (Secotom - 15, Struers A/S, Dinamarca), sob refrigeração de água, perpendicular ao longo eixo do dente (figura 3A/B), de forma que a dentina média fosse exposta. O esmalte remanescente, após o corte com disco, foi removido com o auxílio de uma lixa d'água (granulatura 180), até que a face exposta fosse apenas de dentina (figura 3C/D). Em caso de exposição do corno pulpar ou exposição de dentina profunda o dente foi descartado.

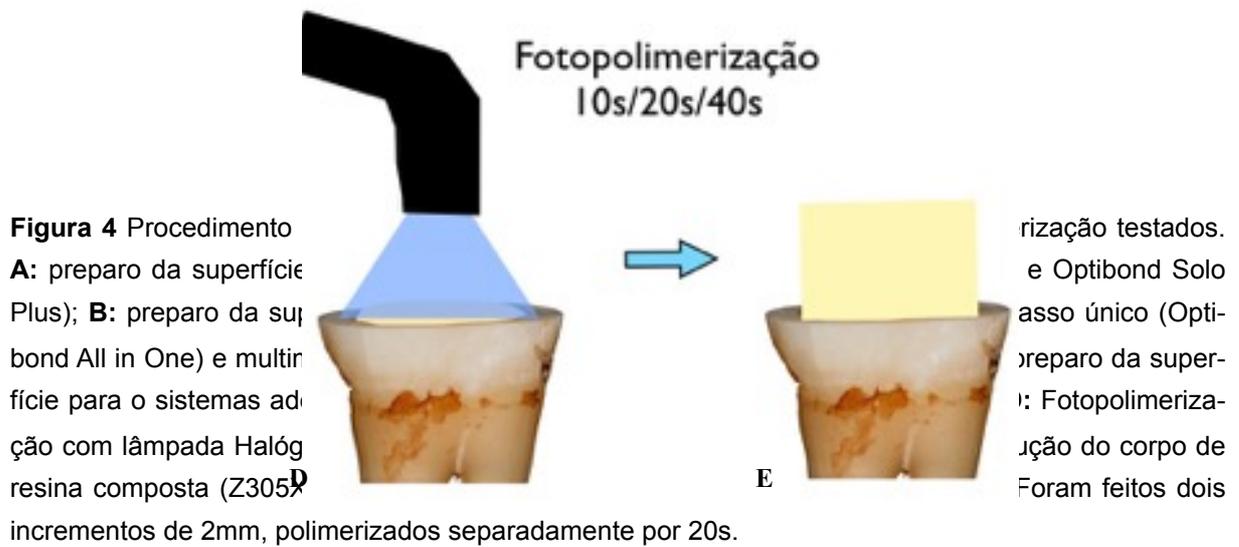
As superfícies dentinárias expostas, de cada dente, foram lixadas manualmente com uma lixa d'água (granulatura 600) por 10s segundos, com movimento em forma de "8" para simulação de uma *smear layer* (figura 3E). Nos grupos SB e OS, a dentina exposta foi condicionada com ácido fosfórico à 37% por 15s, lavada com água por 30s e depois seca com papel absorvente, de modo com que a superfície dentinária se mantivesse úmida, mas sem excesso de água (figura 4A).



**Figura 3:** Preparo do dente para receber a restauração: **A:** corte da porção radicular e do esmalte oclusal para exposição de dentina média; **B:** espécime já cortado (cortes paralelos) **C:** Remoção do esmalte com lixa d'água com granulatura de 180; **D:** Análise da superfície de dentina exposta para certificar que não ha presença de esmalte; **E:** Simulação da smear layer na superfície que receberá o material adesivo e restaurador, com lixa d'água de granulatura 600. Feito movimentos em forma de 8 com água.

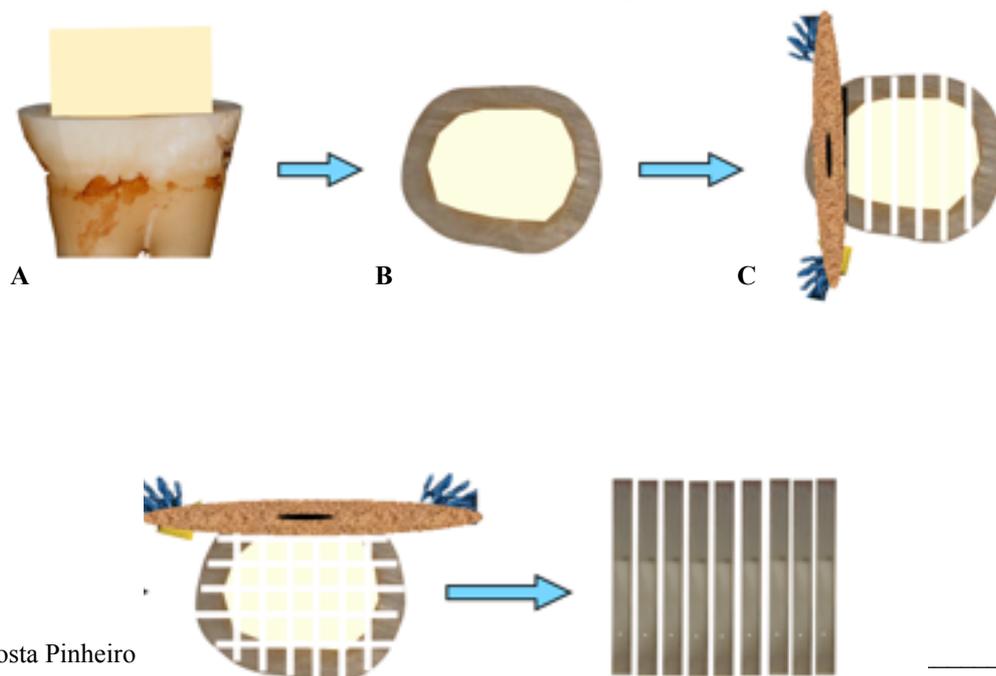
Nos grupos OA, SU e CSE, o passo operatório de condicionamento ácido não foi realizado, visto que os adesivos são autocondicionantes (figura 4B e C). A fotoativação foi efetuada pelo tempo determinado para cada subgrupo (figura 4D), com lâmpada halógena (Demetron LC – SDS Kerr), de densidade de potência de 540 mW/cm<sup>2</sup>. A densidade de potência foi aferida regularmente utilizando o radiômetro. Após a realização do processo adesivo foi feita a construção de um corpo de resina composta (Filtek Z350 XT, 3M ESPE) sobre a dentina. Foram usados dois incrementos de 2mm cada, fotopolimerizados separadamente por 20s, com a mesma luz (Figura 4E)





#### 4.2.2.2 - Obtenção dos Espécimes

O espécime foi posicionado na máquina de corte seriados (Secotom - 15, Struers A/S, Dinamarca) para corte, com disco diamantado, paralelo ao longo eixo do dente no sentido médio-distal e depois vestibulo-lingual (figura 5A - 5D). Após os cortes dos palitos foi feito um corte na porção radicular, perpendicularmente, ao longo eixo do dente para liberação dos palitos de 0,8 x 0,8mm, aproximadamente (figura 5E). O corte dos palitos foi realizado com um disco diamantado, montado em uma máquina de cortes seriados sobre refrigeração de água.



**D****E****média: 14 palitos/grupo**

**Figura 5:** Corte dos dentes para obtenção dos espécimes na forma de palitos (média por grupo = 14) usados no teste de microtração. **A:** vista vestibular do dente já restaurado, a porção de esmalte não recebeu resina composta; **B:** vista oclusal do dente já restaurado, a porção de esmalte não recebeu resina composta; **C:** primeiro corte feito no sentido vestibulo-lingual com máquina de corte seriados com espaço de 0,8mm entre cada corte; **D:** segundo corte feito no sentido méso-distal com máquina de corte seriados com espaço de 0,8mm entre cada corte; **E:** obtenção dos palitos de dentina/resina composta, com a interface adesiva perpendicular aos cortes realizados (0,8mm x 0,8mm)

#### 4.2.2.3 - Teste de Microtração

Os palitos foram armazenados em água deionizada por 24 horas (T0) e 2 anos (T2) em estufa à 37°C (figura 6A), com troca da solução mensalmente, até a realização dos testes.<sup>[8]</sup>

Nesse teste foram usados os palitos obtidos em cada grupo nos tempos T0 e T2 que foram fixados individualmente a um dispositivo de microtração (figura 6B), adaptado a uma máquina de ensaios universal (Instron, Illinois Tools Works Inc) (Figura 6C), pelas extremidades com auxílio de um adesivo à base de cianocrilato (SuperBonder Gel, Loctite, Brasil). Os espécimes foram colados no dispositivo de modo a posicionar a interface adesiva em orientação perpendicular à força aplicada, com velocidade de 0,5mm/min, até o seu rompimento (figura 6D). Os valores da força aplicada foram registrados em Kgf.





**Figura 6** Armazenamento do espécime em uma máquina de ensaio universal Instron. **A:** armazenamento por 2 anos (T2); **B:** palito fixado apenas ao dispositivo antes do teste de microtração; **C:** teste de microtração sendo realizado; **D:** palito após o teste de microtração.

Teste de microtração na máquina de ensaio universal Instron em uma estufa à 37°C, por 24 horas (T0) e imediatamente após o teste de microtração em uma máquina de ensaios universais (Instron); **D:** palito após o teste de microtração.

Após o teste, as porções tratadas foram cuidadosamente removidas e a área transversal correspondente à fratura foi medida utilizando um paquímetro universal, com leitura eletrônica e precisão de 0,01mm. O valor da área de seção transversal foi transformado em cm<sup>2</sup> para o cálculo da resistência da união em Kgf/cm<sup>2</sup>, convertida em MPa.

#### 4.3 ANÁLISE ESTATÍSTICA

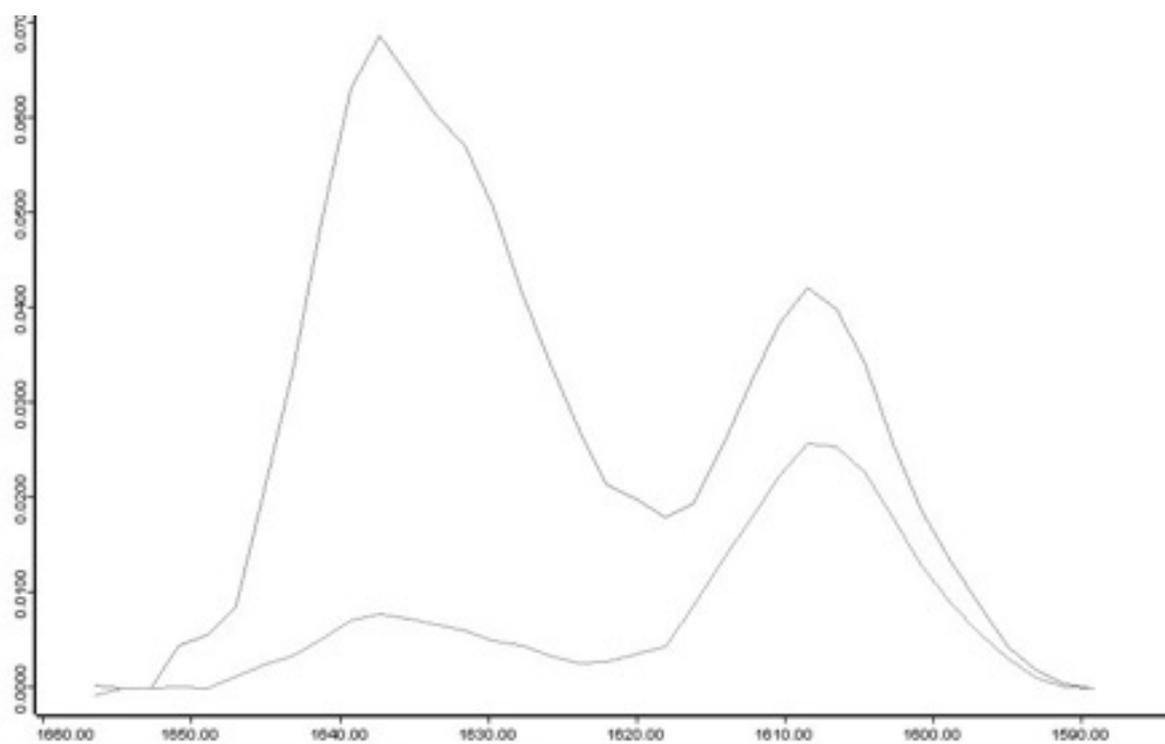
Os dados obtidos foram submetidos à análise estatística para a verificação das diferenças entre os grupos em relação à resistência de união adesiva e grau de conversão, em função do tipo de sistema utilizado, o tempo de exposição à luz e o tempo de armazenamento.

As médias de grau de conversão dos diferentes sistemas adesivos (SB, OS, OA, SU e CSE), com os três tempos de polimerização foram comparadas com análise de variância a dois critérios (ANOVA) e seguido do teste *post hoc* Tukey com  $p < 0,05$ .

As médias de resistência da união dos diferentes tempo de exposição à luz (10s, 20s e 40s), nas condições imediata e envelhecida (armazenamento 2 anos) foram comparadas com análise de variância a dois critérios (ANOVA) e pelo teste *post hoc* Tukey com  $p < 0,05$ .

O número de espécimes fraturados prematuramente foram anotados, contudo, não entraram na análise estatística pois essas fraturas ocorreram antes dos testes

# RESULTADOS



## 5 RESULTADOS

### 5.1 GRAU DE CONVERSÃO

Os valores do grau de conversão (%) são apresentados descritivamente na tabela 03 contendo média e desvio padrão.

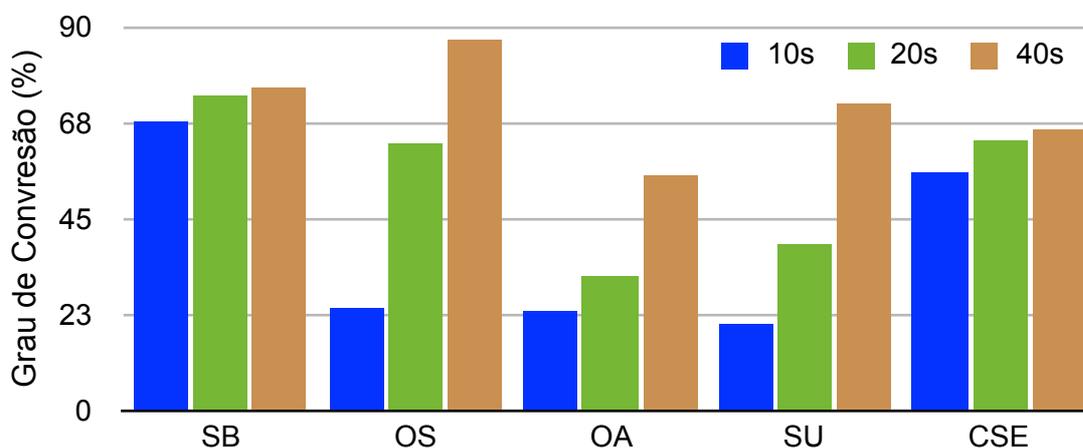
**Tabela 02.** Valores médios de grau de conversão (%), para cada adesivo de acordo com os tempos de polimerização: 10s, 20s e 40s:

	10s	20s	40s
<b>SB</b>	67,81±1,85 <sup>Ba</sup>	73,81±1,75 <sup>Aa</sup>	75,57±1,85 <sup>Ab</sup>
<b>OS</b>	23,83±1,35 <sup>Cc</sup>	62,97±5,66 <sup>Bb</sup>	86,99±1,76 <sup>Aa</sup>
<b>OA</b>	23,40±1,52 <sup>Cc</sup>	31,48±2,04 <sup>Bd</sup>	55,47±1,37 <sup>Ad</sup>
<b>SU</b>	20,45±2,04 <sup>Cc</sup>	38,75±2,48 <sup>Bc</sup>	72,31±4,34 <sup>Ab</sup>
<b>CSE</b>	55,87±3,07 <sup>Bb</sup>	63,52±1,50 <sup>Ab</sup>	65,93±1,40 <sup>Ac</sup>

Letras maiúsculas e minúsculas diferentes apontam diferença estatisticamente significativa na linha e na coluna, respectivamente ( $p < 0,05$ ).

A análise dos resultados permitiu verificar que o aumento do tempo de exposição à luz resultou em uma maior porcentagem do grau de conversão para todos os adesivos testados ( $p < 0,05$ ).

Para os adesivos Single Bond 2 e Clearfil SE Bond, a partir do tempo de 20s de polimerização foi obtido um significativo maior GC, não havendo diferença estatisticamente significativa deste com o tempo de 40s. Para os demais adesivos testados, um significativo maior GC foi obtido no tempo de 40s ( $p < 0,05$ ).



**Figura 7.** Gráfico de médias (%) do Grau de Conversão dos sistemas adesivos testados.  
**5.2 RESISTÊNCIA DA UNIÃO**

Os valores de resistência da união (MPa) são apresentados descritivamente na tabela 03 contendo média e desvio padrão e o número de palitos testados.

**Tabela 03.** Valores médios de Resistência da União (MPa), para cada adesivo utilizado nos tempos de 10s, 20s e 40s de polimerização de acordo com o tempo de armazenamento (24h e 2 anos):

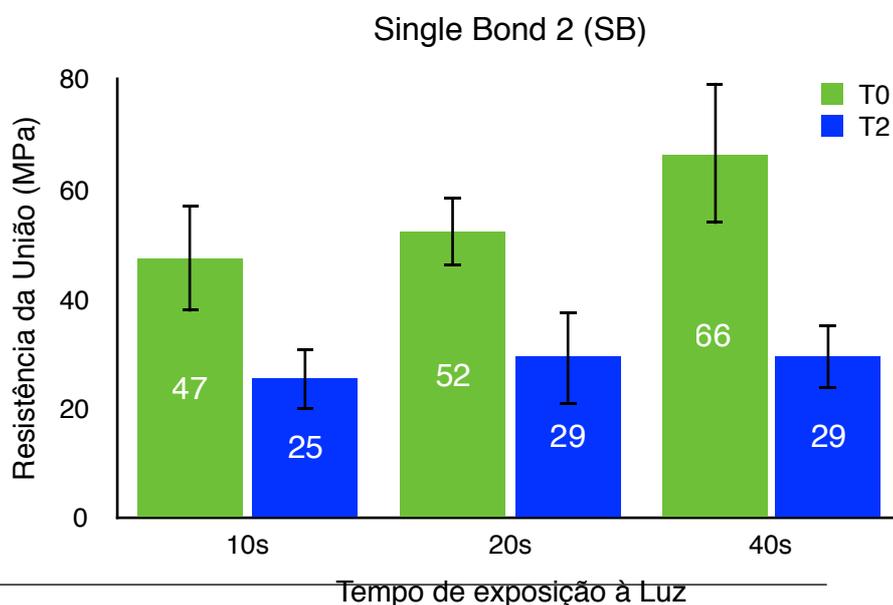
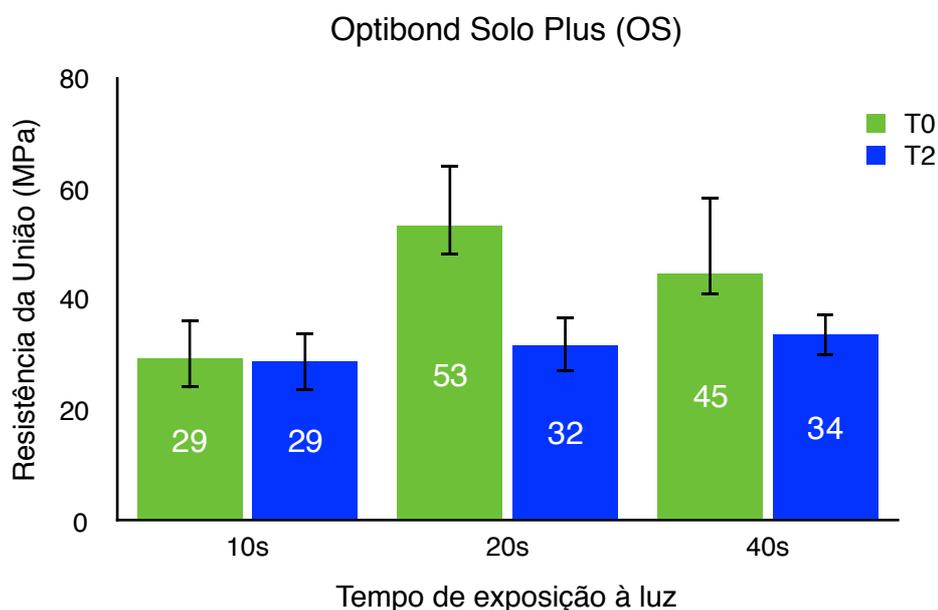
	T0 (24 horas)			T2 (2 Anos)		
	10s	20s	40s	10s	20s	40s
<b>SB</b>	47,43±9,78 <sup>B</sup> (n=8)	52,19±6,18 <sup>B</sup> (n=9)	66,36±12,98 <sup>A</sup> (n=9)	25,35±5,54 <sup>C</sup> (n=14)	29,17±8,58 <sup>C</sup> (n=15)	29,28±5,94 <sup>C</sup> (n=25)
<b>OS</b>	29,22±7,54 <sup>B</sup> (n=14)	35,16±11,04 <sup>AB</sup> (n=24)	44,70±13,75 <sup>A</sup> (n=11)	28,72±5,16 <sup>B</sup> (n=14)	31,93±4,96 <sup>B</sup> (n=13)	33,70±3,90 <sup>B</sup> (n=17)
<b>OA</b>	25,11±8,05 <sup>A</sup> (n=9)	26,90±5,14 <sup>A</sup> (n=14)	36,26±8,22 <sup>A</sup> (n=8)	19,69±5,48 <sup>B</sup> (n=18)	23,93±4,41 <sup>AB</sup> (n=13)	31,95±3,87 <sup>A</sup> (n=19)
<b>SU</b>	29,41±3,66 <sup>B</sup> (n=10)	31,79±8,00 <sup>B</sup> (n=12)	44,08±4,82 <sup>A</sup> (n=12)	26,13±6,13 <sup>B</sup> (n=14)	28,90±5,65 <sup>B</sup> (n=18)	29,19±5,98 <sup>B</sup> (n=13)
<b>CS E</b>	51,53±8,29 <sup>A</sup> (n=7)	57,67±7,09 <sup>A</sup> (n=10)	61,81±6,50 <sup>A</sup> (n=9)	31,60±6,57 <sup>B</sup> (n=21)	36,71±5,93 <sup>B</sup> (n=18)	37,70±4,10 <sup>B</sup> (n=21)

Letras maiúsculas diferentes apontam diferença estatisticamente significativa na linha ( $p < 0,05$ ). n= número de palitos testados por grupo.

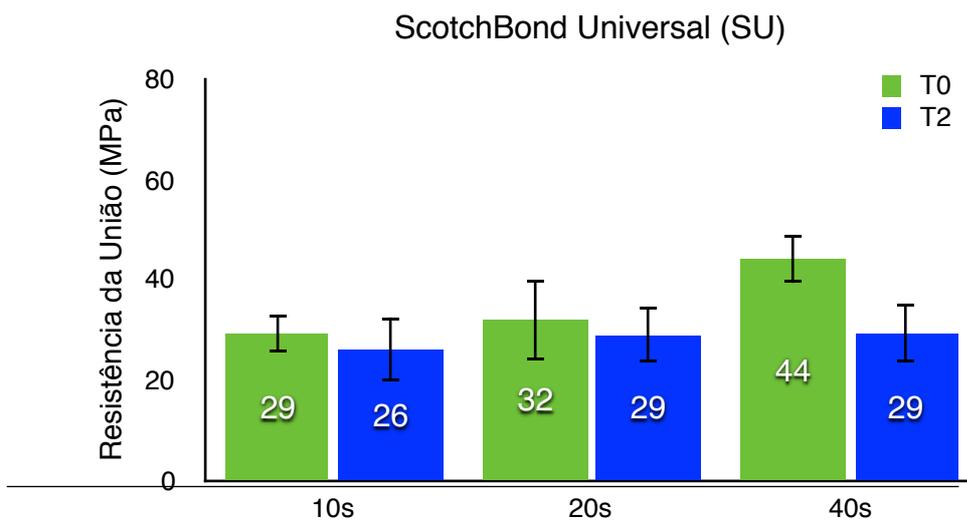
A análise dos resultados mostrou diferença estatisticamente significativa entre alguns grupos ( $p < 0,05$ ). Os resultados obtidos para os sistemas adesivos SB e SU, em T0, mostraram uma maior resistência da união no grupo de 40s ( $p = 0,000$ ), quando comparado com 20s e 10s (não houve diferença estatística entre 10s e 20s -  $p = 0,658$ ). Nos grupos do OS houve um aumento na RU entre 10s e 40s ( $p = 0,000$ ) porém não houve diferença para 10s e 20s e 20s e 40s ( $p = 0,658$ ). Já para os grupos do CSE não foram encontradas diferenças estatisticamente significantes entre os três tempos de exposição à luz, em T0 ( $p = 0,658$ ) vide Tabela 03

Os resultados obtidos em T2 não mostraram diferença estatisticamente significativa entre os tempos de exposição à luz para os grupos do SB, OS, SU e CSE. ( $p > 0,244$ ). Porém para o OA, houve um aumento na RU no grupo de 10s, quando comparado com 40s ( $p < 0,002$ ), sem apresentar diferença entre 20s e 40s e 10s e 20s ( $p > 0,002$ )

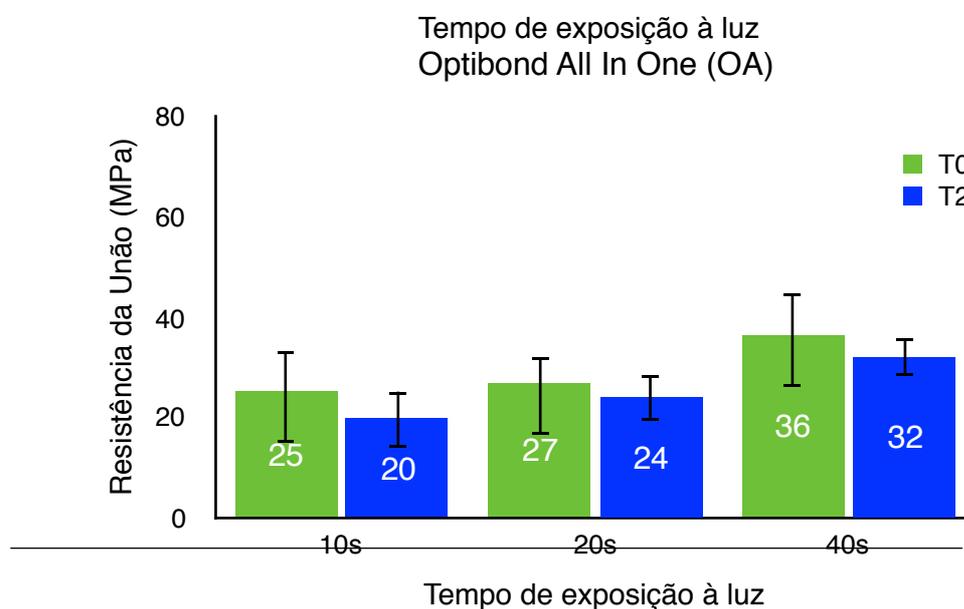
Quando houve uma comparação entre T0 e T2, para os adesivos SB e CSE houve diminuição da resistência da união em todos os tempos de exposição à luz após 2 anos de armazenamento ( $p=0,000$ ). Já para os adesivos OS e SU houve redução apenas entre os resultados de 40s ( $p=0,000$ ), sendo que quando comparados 10s e 20s, T0 com T2, não houve diferença ( $p=0,155$ ). O sistema adesivo OA mostrou redução na comparação entre os grupos de 10s,  $T2 < T0$  ( $p=0,000$ ), mas não teve diferença estatística entre os grupos de 20s e 40s ( $p=1,00$ )

**A****B**

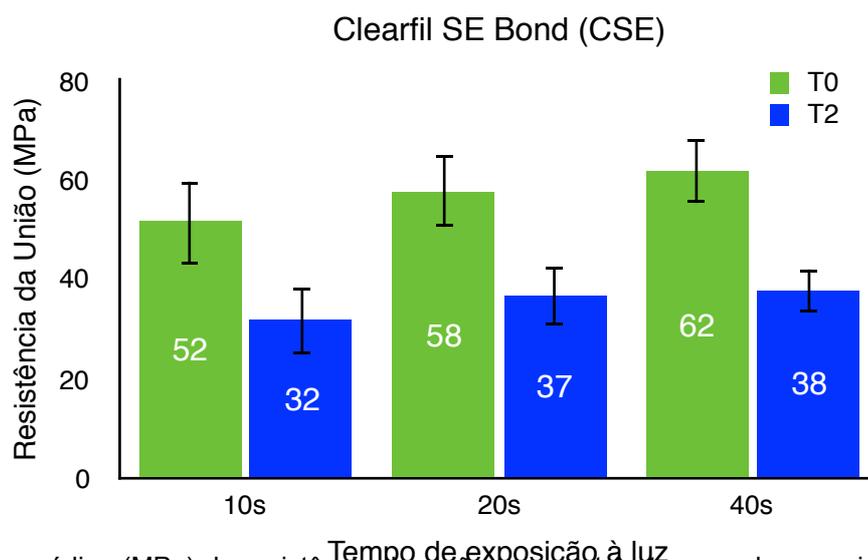
C



D

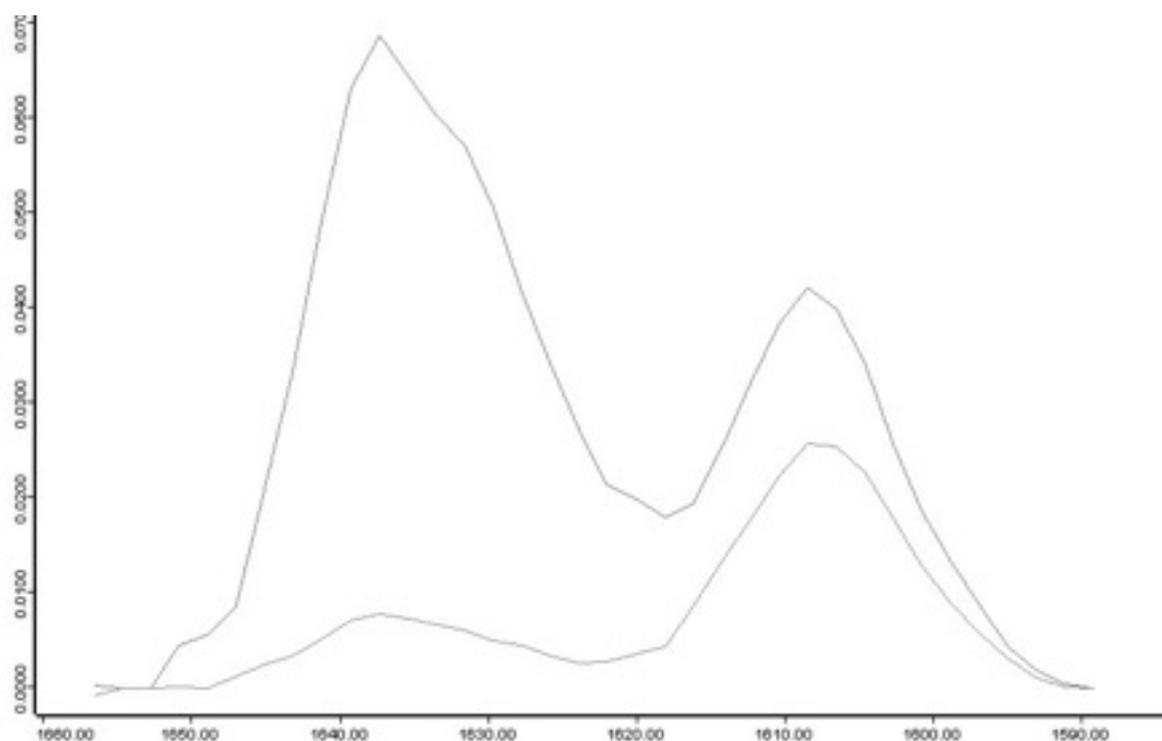


E



**Figura 8.** Gráfico de médias (MPa) da resistência da união com os três tempos de exposição à luz, em T0 e T2. **A:** Resultados Single Bond 2 **B:** Resultados Opibond Solo Plus **C:** Resultados Opitbond All in One **D:** Resultados ScotchBond Universal **E:** Resultados Clearfil SE Bond.

# DISCUSSÃO



## 6 DISCUSSÃO

As restaurações de resina composta são a primeira opção de tratamento para a maioria dos pacientes, principalmente pela demanda estética.<sup>[161]</sup> Já esta comprovado que as restaurações adesivas contendo um selamento em esmalte são bem sucedidas<sup>[161, 162]</sup>, contudo a obtenção de uma longevidade para o substrato dentinário continua um desafio para a odontologia adesiva<sup>[163]</sup>, principalmente relacionado a qual tipo de sistema adesivo terá melhor desempenho clinico(adesivos convencionais ou autocondicionantes).<sup>[75, 89, 164]</sup>

O grau de conversão, assim como a resistência da união<sup>[63]</sup>, têm sido correlacionados à obtenção de uma maior longevidade das restaurações adesivas<sup>[165]</sup>. Há uma relação direta entre esse fatores, ou seja, um melhor grau de conversão poderia levaria a uma melhor e mais duradoura união da interface dente/restauração.<sup>[62, 63, 166]</sup>

### 6.1 GRAU DE CONVERSÃO

A literatura tem correlacionado o grau de conversão à melhora de propriedades físicas e mecânicas de materiais resinosos.<sup>[167]</sup> Conseguir um alto CG significa que o material polimérico conseguiu uma alta porcentagem de conversão de monômeros em polímeros, ou seja, houve a transformação de duplas ligações de carbono em ligações simples de carbono, após a polimerização do material.<sup>[168]</sup>

Existem vários parâmetros que podem afetar a conversão dos materiais monoméricos quando é feita por meio da fotopolimerização, ou seja com o uso de uma luz.<sup>[169]</sup> Dentre esse fatores os mais importantes são: (i) intensidade da luz do aparelho fotopolimerizador; (ii) o comprimento de onda da luz emitida; e (iii) o tempo de exposição do material à essa luz.<sup>[167, 170]</sup> Os dois primeiros fatores são mais difíceis de serem manipulados pois dependem de vários aspectos, relacionados ao aparelho fotopolimerizador. Já o tempo de exposição do material à luz é mais facilmente manipulado pelo clínico durante o procedimento restaurador.

Um maior tempo de exposição ajuda a manter a canforoquinona no seu estado tripleto, estado reativo ou excitado, permitindo que esse fotoiniciador reaja

com o co-iniciador (amina terciária) e aumente a formação de radicais livres.<sup>[171]</sup> Esse aumento pode levar à um maior grau de conversão por causa da maior densidade de energia, ou maior irradiância gerada.<sup>[169]</sup>

O grau de conversão foi medido, no presente trabalho através de um dispositivo auxiliar do FTIR de reflexão total atenuada (ATR). Assim como Arrais *et al.*, em 2007, o teste foi realizado despejando sobre o cristal desse dispositivo auxiliar a forma fluida do material para leitura do espécime não polimerizado, sendo depois polimerizado e realizada a leitura do espécime polimerizado.<sup>[107]</sup> Todos os espécimes puderam ser comparados antes e depois da polimerização.<sup>[109]</sup>

Os resultados do presente estudo mostraram que o grau de conversão está diretamente relacionado ao tempo de exposição, para todos os adesivos testados, rejeitando a primeira hipótese nula.

No entanto não é possível afirmar que são proporcionais, para todos materiais testados, uma vez que nos adesivos SB e CSE houve aumento do GC quando comparados os resultados de 10s com os de 20s, mas contudo não houve aumento quando comparados os de 20s com os de 40s. Já os resultados obtidos com os adesivos OS, OA e SU, mostraram uma proporcionalidade entre GC e quantidade de luz. Este fato demonstra que o grau de conversão é material dependente, uma vez que os adesivos testados apresentam diferentes composições.

Os resultados apresentados por Ferreira *et al.*, 2011, corroboram os resultados obtidos nesse estudo, uma vez que também foi observado um maior GC com maiores tempos de exposição à luz (20s e 40s), para adesivos simplificados. Foi observado ainda que maiores tempos de exposição à luz levaram a um aumento da resistência da união, imediata. No entanto, não foi possível fazer uma correlação entre o grau de conversão e a nanoinfiltração da camada híbrida.<sup>[63]</sup>

Uma maneira de explicar a diferença de conversão em adesivos com composições diferentes está ligada ao tipo de solvente e tipo de monômero presentes em cada sistema. Os resultados obtidos no presente estudo mostraram os adesivos OS, SU que possuem como solventes etanol e etanol e água; respectivamente, apresentaram maior grau de conversão com mais tempo de exposição à luz. A pressão de vapor pode justificar os resultados aqui obtidos, uma vez que os valores do etanol e da água (43.9 and 17.5 mmHg à 20 °C, respectivamente)<sup>[172]</sup> que são maiores do que o da acetona, por exemplo (184 mmHg à 20°C)<sup>[172]</sup> e por isso precisam

de mais tempo exposição para evaporarem mais, uma vez que quando mais luz é aplicada, mais calor é gerado, e conseqüentemente um maior grau de conversão é alcançado.<sup>[63]</sup> A remoção do solvente do filme adesivo pode facilitar a formação de cadeias poliméricas maiores. Malacarne-Zanon *et al.*, 2009, e Chiba *et al.*, 2016, corroboram esse fato.<sup>[173, 174]</sup>

Em contra partida, o OA, mesmo com a presença da acetona entre seus solventes, obteve resultados semelhantes aos dois sistemas acima citados. Esse resultado não era esperado uma vez que o acetona não precisa de mais calor para ser volatilizado (pressão de vapor 184 mmHg). Uma maneira de justificar a melhora do grau de conversão por esse sistema, que também está associada ao OS e SU, é a hidrofiliçidade dos monômeros usados nesses sistemas. Segundo Yiu *et al.*, 2005, quanto maior a hidrofiliçidade e a polaridade da resina maiores são os números de ligações de hidrogênio entre o monômero e o solvente, o que pode dificultar a sua volatilização<sup>[175]</sup> dos mesmos. Por isso, quanto mais luz e, conseqüentemente mais calor, são aplicados sobre esses materiais, melhor se torna a volatilização dos solvente (rompimento das ligações de hidrogênio), independente da pressão de vapor deles, e maior o GC.

Por outro lado os resultados obtido no grupo do CSE (sem solvente, nem monômero hidrofílico), apesar de ter sido utilizada para o teste apenas a sua porção hidrofóbica obteve melhora com 20s de polimerização. Esse resultado pode ser explicado pela alta viscosidade deste material. Cadenaro *et al.*, 2009, mostraram que SA mais viscosos levam a menores GC devido a dificuldade de movimentação do monômeros e, conseqüentemente, reduzindo o tamanho das moléculas poliméricas formadas.

O SB, apesar de possuir como solvente o etanol e a água, e possuir monômeros hidrofílico, em sua constituição, obteve resultados diferentes dos outros sistemas com o mesmo solvente. Para ele o GC não aumentou com 40s de exposição (20s=40s), o aumento só ocorreu com 20s. Uma forma de explicar esse GC estatisticamente igual é a sua menor hidrofiliçidade, o que facilita a remoção do solvente da interface.<sup>[141]</sup>

Ye *et al.*, 2007, e Faria-e-silva *et al.*, 2011, observaram a composição dos materiais adesivos também pode influenciar no comportamento desse frente a diferentes tipos de fontes de luz <sup>[108, 109]</sup>, com diferentes irradiâncias<sup>[108]</sup> e densidade de po-

tência<sup>[109]</sup>. Ou seja o grau de conversão não é apenas material dependente, como também fonte de luz depende. <sup>[108, 109]</sup> A comparação entre os materiais testados no presente estudo e no estudo de Ferreira *et al.*, 2011, demonstra que para o primeiro não houve diferença no grau de conversão entre os tempos de 20s e 40s para o SB, enquanto, no segundo, o mesmo adesivo apresentou aumento de conversão nos três tempos.<sup>[63]</sup> Isso pode ser explicado pelo uso de diferentes tipos de fonte de luz, uma vez que foram usados uma luz halógena (QTH) e um LED (Light Emitting Diode ou Diodo Emissor de Luz), respectivamente.

De acordo com os fabricantes todos os materiais testados no presente estudo e no estudo de Ferreira *et al.*, 2011, possuem como fotoiniciador a canforoquinona (CQ), que absorve um largo espectro luz (de 360 a 510nm) com seu pico de absorção em 468nm.<sup>[176]</sup> Para uma efetiva fotopolimerização, o espectro de irradiância de uma unidade de luz precisa se sobrepor ao máximo do espectro de absorção do fotoiniciador presente no material.<sup>[177, 178]</sup> Indiferente do nível de irradiância os LEDs possuem uma maior concentração do espectro de luz gerado perto de 468nm, do que a QTH, por tanto espera-se um maior grau de conversão quando usada uma lâmpada de LED, contrariando os resultados obtidos por Faria-e-Silva *et al.*, 2011, e não contrariando os achados do presente estudo.

Uma possível explicação para esses resultados foi reportado por Chen *et al.*, em 2007.<sup>[178]</sup> Os autores mostraram que o pico de absorção da CQ diminui enquanto a luz continua a ser aplicada, ou seja, um maior tempo de exposição a luz levaria a mudança do pico de absorção desse fotoiniciador. No final do processo de fotopolimerização esse pico se desloca para 400nm.<sup>[178]</sup> A mudança do pico de absorção da canforoquinona pode favorecer a polimerização alcançada com a QTH, que possui um espectro de luz mais abrangente, enquanto que o espectro emitido pelos LED de primeira e segunda gerações podem não conseguir excitar a canforoquinona.<sup>[178]</sup>

No presente estudo, foram usados adesivos com canforoquinona polimerizados por uma luz halógena e foi possível observar aumento do grau de conversão quando exposto a um maior tempo de luz (20s e 40s).

Portanto, para análise do grau de conversão os fatores composição do material e tempo de exposição/densidade de potência da fonte luz foram essenciais. Foi possível observar que, dentro dos limites do presente estudo, há uma tendência de melhora do GC quando mais tempo de luz é aplicada ao mesmo.

Um outro ponto a ser discutido quanto ao grau de conversão é o substrato dental, uma vez que diferentes substratos podem levar a diferentes GC do mesmo material, usando a mesma fonte de luz e o mesmo tempo de polimerização.<sup>[179]</sup>

Zhang, Y. e Wang, Y, 2013, avaliaram o grau de conversão de dois SA autocondicionantes em superfícies reativas e não reativas e observaram que houve diferença na conversão obtida, nos dois materiais testados, quando muda o substrato e a agressividade (pH) do material adesivo.<sup>[179]</sup>

Os sistemas adesivos possuem diferentes agressividades, ou seja, possuem pHs diferentes. Para os sistemas autocondicionantes essa agressividade vai indicar se o adesivo condiciona mais ou menos o substrato dentinário. Esse tipo de sistema precisa penetrar na lama e túbulos dentinários pela dissolução dos cristais de hidroxiapatita (HAp) para conseguir alcançar uma adesão satisfatória.<sup>[76, 180]</sup> A capacidade de condicionar possui um papel muito importante na avaliação e comparação de diferentes SA autocondicionantes, por isso eles podem ser classificados quanto à agressividade em moderado (pH > 2), intermediário (1 < pH < 2) e forte (pH < 1).<sup>[73]</sup> Essa variação se dá em virtude da composição e da concentração dos monômeros funcionais (MF)<sup>[85]</sup>

Tay *et al.*, 2003, mostraram que há um efeito negativo do pH do adesivo no seu sistema iniciador.<sup>[181, 182]</sup> A reação ácido base dos monômeros funcionais ácidos (MF) consomem as aminas terciárias que seriam usadas pelo sistema iniciador, levando então a uma pior conversão. No entanto, quando um SA autocondicionante é aplicado na dentina, o mineral existente nesse substrato tampona esse monômeros, levando à diminuição do consumo das aminas, que por sua vez iniciam a reação de polimerização.<sup>[183]</sup>

Hanabusa *et al.*, 2016, avaliaram a influência de monômeros funcionais no grau de conversão de sistemas adesivos. Os resultados obtidos claramente mostram que os monômeros testados diminuíram a eficiência de polimerização dos adesivos quando testados sem a presença de hidroxiapatita. No entanto, quando foi adicionado HAp não foram mais observadas diferenças estatísticas no GC entre os sistemas com e sem monômero funcional, confirmando que a presença do substrato dental influencia positivamente no GC dos mesmos.<sup>[184]</sup>

Por tanto, no caso dos SA que têm em sua composição monômeros funcionais (OA, SU e CSE)<sup>[160]</sup> os resultados do teste de GC poderiam ter sido maio-

res, principalmente para o sistema multi-modo. Uma vez que os resultados do CSE foram obtidos apenas com a porção hidrofóbica do sistema (adesivo), sem a aplicação prévia do primer, onde estão presentes MFs e o solvente. E o OA é um adesivo com pH baixo (2,5), considerado de agressividade moderada, que tem como solvente a acetona, dois fatores que alteram o GC, por si só.<sup>[85, 173, 185, 186]</sup>

O sistema multi-modo, por sua vez, poderia ter alcançado maiores porcentagens de conversão se testado com o substrato dentinário, pelo tamponamento sobre o pH do MF presente nele e conseqüente diminuição do consumo das aminas terciárias, facilitando a reação de polimerização.

Uma limitação dos resultados obtidos no presente estudo é exatamente a falta do substrato durante o teste de grau de conversão.

## 6.2 RESISTÊNCIA DA UNIÃO

A resistência da união em dentina pode ser afetada por fatores biológicos e clínicos, como a permeabilidade desse substrato, o fluxo do fluido pulpar e o tipo de dentina esclerosada, cariada ou afetada por cárie.<sup>[187-189]</sup> A grande variação morfológica e física desse substrato faz com que seja difícil alcançar uma união duradoura entre resina e dentina. Essa união se dá por meio da formação da camada híbrida e está diretamente relacionada com a penetração do primer e do adesivo entre as fibras colágenas desse substrato.<sup>[14]</sup>

Para tornar possível a penetração desse material dentro de um substrato úmido como a dentina, os sistemas adesivos tiveram que se tornar mais hidrofílicos, o que, por sua vez, pode atrapalhar essa união. A formação de uma camada híbrida hidrofílica sobre um substrato, que além de úmido é permeável, significa aumentar a permeabilidade da própria CH.<sup>[130]</sup>

Cadenaro *et al.*, 2009, especularam que os adesivos mais simplificados quando aplicados em dentina úmida, criariam uma película adesiva heterogênea, com uma parte hidrofílica e outra hidrofóbica. Especularam ainda que na junção entre essas duas partes poderiam existir microinterfaces, com espaços tão pequenos que não podem ser identificados por métodos convencionais denominadas “water trees”.<sup>[185]</sup>

Estudos *in vitro* têm indicado que há uma relação entre a permeabilidade da camada híbrida<sup>[31]</sup>, as propriedades mecânicas dos adesivos (resistência da união)<sup>[190]</sup> e o grau de conversão.<sup>[129, 191, 192]</sup>

Uma incompleta polimerização dos SA tem sido apontada como uma das razões para a nanoinfiltração, causada por essa permeabilidade<sup>[186]</sup>.

Portanto, uma forma direta de aumentar a resistência da união é, provavelmente, o aumento da conversão de monômeros em polímeros, pois essa conversão levaria a uma cadeia polimérica mais resistente.<sup>[62]</sup>

Os resultados encontrados no presente estudo podem ser explicados pelo fato exposto acima, uma vez que foi observado uma tendência de aumento da RU, para a maioria dos SA testados, quando mais tempo de exposição a luz foi empregado. A segunda hipótese nula foi rejeitada, uma vez que nos resultados obtidos em T0, os adesivos foram influenciados positivamente pelo aumento do tempo de exposição a Luz (20s e/ou 40s).

Os resultados obtidos imediatamente (T0) mostraram que para o SB e para o SU um aumento da RU só foi observado com 40s de exposição à luz, enquanto para o grupo OS um maior valor de RU ocorreu com 20s. Os adesivos OA e CSE foram os únicos que não foram influenciados pelo tempo de exposição a luz, ou seja, estatisticamente, 10s de exposição foi suficiente para alcançar uma RU semelhante a RU de 20s e 40s.

Ferreira *et al.*, 2011, corroboram esses resultados, uma vez que observaram que há uma relação direta do tempo de exposição à luz com o grau de conversão e por consequência a resistência da união imediata, em sistemas adesivos simplificados, mas nem sempre é capaz de diminuir a nanoinfiltração.<sup>[63]</sup> Os autores justificaram os resultados obtidos em seu estudo por meio da composição dos sistemas testados. Para eles o calor gerado pelos aparelhos de fotopolimerização pode ter facilitado a evaporação dos solventes presentes, <sup>[193-195]</sup> uma vez que se o material é exposto a luz por mais tempo, conseqüentemente é exposto a mais calor.<sup>[194, 195]</sup>

Um maior aquecimento do SA pode levar a melhor remoção do solvente residual que fica aprisionado na camada adesiva, facilitando a configuração da cadeia polimérica formada após a conversão do mesmo.<sup>[63]</sup>

Yiu *et al.*, 2005, observaram que é possível detectar mais solvente retido na camada híbrida nos sistemas adesivos à base de etanol e água do que nos sistemas

à base de acetona.<sup>[175]</sup> Os SA adesivos a base de etanol e água precisam de mais tempo de evaporação para que se consiga remover a mesma quantidade de solvente de um SA à base de acetona, uma vez que a acetona possui menor valor de pressão de vapor, o que facilitaria a sua evaporação em menos tempo.<sup>[134]</sup> Por isso os adesivos a base de etanol e água podem ser favorecidos com um maior aquecimento dos mesmos durante o processo de fotopolimerização.<sup>[56]</sup>

Este fato corrobora os resultados obtidos no presente estudo, uma vez que foram testados adesivos com composições diferentes: SB, OS, SU e CSE são sistemas à base de etanol ou etanol e água ou apenas água; e o OA à base de acetona/etanol.

O calor produzido em 40s de exposição à luz pode ter sido o responsável pela melhora da resistência da união dos adesivos SB, OS e SU, em T0. Enquanto o adesivo que possuem a acetona como solvente, OA, um maior valor de RU foi obtido com 10s de exposição.

O CSE é o único SA que possui como único solvente a água e, assim como para o OA, em T0, os resultados obtidos foram estatisticamente semelhantes nos três tempos de polimerização. Esse fato pode ser explicado por, apesar de possuir água como solvente (mais difícil evaporação, maior pressão de vapor - 17,5mmHg), ser também o único sistema que possui, como passo operatório separado, uma camada de adesivo hidrofóbico aplicada após o *primer* ácido e hidrofílico.

A camada extra de resina adiciona monômeros hidrofóbicos, sem solvente, na interface adesiva, o que pode reduzir a concentração de solventes retidos na camada híbrida, e também, a quantidade de monômeros não polimerizados.<sup>[196]</sup> A aplicação desta camada tem mostrado resultados favoráveis tanto na resistência da união como na permeabilidade dos SA, *in vivo* e *in vitro*.<sup>[49, 197]</sup> Essa camada adicional hidrofóbica de resina tem o objetivo de aumentar a espessura e a uniformidade da camada adesiva<sup>[49]</sup>, assim como reduzir a passagem de fluidos pela interface dente-adesivo<sup>[49, 198]</sup>, o que pode promover maior estabilidade da união.<sup>[49, 197-199]</sup>

Uma camada híbrida mais densa torna-se mais resistente às forças de tensão exercidas, por exemplo, durante o teste de microtração, e menos suscetível a degradação com o passar do tempo.<sup>[200, 201]</sup> Esses fatos podem explicar os resultados obtidos nos grupos do CSE, em T0, onde não houve diferença estatística entre os tempos de exposição à luz ( $p > 0,05$ ), mas não explica a redução da RU obtida

após 2 anos de armazenamento, fato que ocorreu, de forma geral, para todos os sistemas testados.

A estabilidade da interface adesiva é um fator muito importante quando a qualidade dos SA está em questão. Uma restauração pode ser considerada bem sucedida quando é capaz de permanecer na cavidade bucal por mais tempo, sem apresentar sinal de falha. Por isso estudos de envelhecimento, longevidade, tanto clínicos como laboratoriais se tornam importantes. O material precisa apresentar boas propriedades imediatas, mas também a longo prazo.

Os resultados obtidos após 2 anos de armazenamento (T2) rejeita a terceira hipótese nula, uma vez que mesmo havendo redução dos valores, quando comparados aos valores obtidos imediatamente, não houve diferença estatística, entre os tempos de polimerização nos grupos SB, OS, SU e CSE, mas houve diferença estatisticamente significativa entre os tempos de polimerização e estabilidade da RU após 2 anos, para o adesivo OA.

Na comparação da RU entre o grupo de 10s com o de 40s, foi possível observar um aumento da resistência quando mais tempo de exposição a luz foi usado (20s=40s e 10s=20s). Esses resultados podem mostrar que após 2 anos de armazenamento em água há uma tendência de melhorar a estabilidade da RU se houver mais exposição à luz, para este material. Enquanto que para os outros sistemas testados mais tempo de exposição não significou melhor estabilidade da resistência após 2 anos.

Assim como já descrito anteriormente a composição dos SA parece, mais uma vez, ser um importante fator para explicação do comportamento dos materiais. Nesse caso o único adesivo que apresentou resultados diferentes foi o que possui acetona na sua composição. Por se tratar de um solvente mais volátil, nos testes imediatos, os resultados foram estatisticamente iguais, ou seja, com 10s, 20s ou 40s, a quantidade de acetona volatilizada em 10s já foi suficiente para alcançar uma resistência da união uniforme.<sup>[58, 59, 192]</sup>

No entanto, após 2 anos de armazenamento, 10s de exposição à luz resultou no menor valor de RU. Esses resultados podem ser explicados pela formação de uma camada híbrida mais permeável e menos estável, nos espécimes que receberam menos luz. Enquanto que com 20s e 40s de exposição as cadeias polimérica formadas seriam mais organizadas<sup>[62]</sup>, menos permeáveis<sup>[165]</sup> e por isso com maior

longevidade<sup>[201]</sup>, uma vez que os resultados desses grupos foi estatisticamente semelhante em T0 e T2.

O sistema adesivo, multi-modo, apesar de ter apresentado um maior valor de RU com mais tempo de exposição à luz, quando testado em T0, não mostrou diferença estatística entre os três tempos de exposição à luz, quando testado em T2. Os grupos de 10s e 20s se mostraram estáveis após armazenamento em água, e o grupo de 40s mostrou redução da resistência após esse período. O resultado mostra que apesar de ter melhorado a resistência imediata quando o adesivo foi exposto à luz por mais tempo, esse ganho não foi mantido depois do envelhecimento.

Marchesi *et al.*, 2014, também não observaram diferenças estatísticas entre um sistema adesivo multi-modo (Scotchbond Universal), quando usado como auto-condicionante, após 6 meses e 1 ano de armazenamento, com 10s de exposição à luz. No entanto, quando esse sistema foi testado como um sistema convencional foi observada diminuição da RU após 1 ano de armazenamento.

Os autores testaram também um sistema à base de acetona (Prime&Bond NT), e observaram redução da RU nos dois tempos de armazenamento, com 10s de exposição à luz, assim como no resultado obtido no presente estudo no sistema à base de acetona (OA). Os resultados do Prime&Bond foram explicados pelo solvente, e os resultados do Scotchbond Universal, pela presença do MDP na sua fórmula.<sup>[11]</sup> Sistemas adesivos contendo este monômero funcional se beneficiam da presença residual de cristais de hidroxiapatita (HAp) nas fibrilas colágenas, o que resulta em uma adesão química e pode levar à uma maior estabilidade e longevidade da interface.<sup>[90]</sup>

No entanto, os resultados observados no presente estudo mostraram que mesmo os sistemas com MDP (SU e CSE) sofreram redução da RU após 2 anos de armazenamento. Todos os sistemas baseados em etanol mostraram menos estabilidade e longevidade mesmo com mais tempo de exposição à luz, o que pode ser explicado, mais uma vez, pela menor pressão de vapor.<sup>[175]</sup> Luque-Martinez *et al.*, 2014, mostraram que uma evaporação prolongada pode melhorar a efetividade adesiva para um grupo específico de adesivo multi-modo dependendo a estratégia utilizada.<sup>[10]</sup>

Os sistemas adesivos convencionais (condicionamento ácido prévio) testados no presente estudo, SB e OS apesar de apresentarem padrões de resulta-

dos semelhantes quando comparados em T0 (40s obteve a maior RU) e em T2 (10s=20s=40s), foi possível observar que para o OS mesmo depois de 2 anos de armazenamento em água não houve redução da resistência para os tempos de 10s e 20s, sendo 10s=20s. Esse resultado mostra que com o tempo recomendado pelo fabricante (10s) é suficiente para manter a longevidade dessa interface no que diz respeito a resistência adesiva. Por outro lado o SB apresentou redução na RU em todos os tempos de exposição, ou seja indiferente do tempo de exposição esse sistema apresenta menor resistência após 2 anos de armazenamento.

Corroborando os resultados obtidos no presente estudo, De Munck, *et al.*, 2005, mostraram, em sua revisão crítica, que os sistemas adesivos com condicionamento ácido prévio também têm demonstrado severa degradação da CH com o passar do tempo<sup>[8]</sup>. Esses sistemas mostram uma diferença entre a capacidade de desmineralizar a dentina e a capacidade de penetrar na mesma. Em consequência dessa diferença forma-se uma zona de dentina com fibrilas colágenas desprotegidas, zona de baixa difusão. <sup>[104, 128, 143]</sup>

A redução da RU encontrada, após 2 anos de armazenamento, desses materiais, pode ser explicada pela degradação hidrolítica<sup>[19, 26]</sup> da resina e/ou das fibrilas colágenas causada exatamente por essa diferença entre desmineralização e penetração, o que prejudica a estabilidade e longevidade da interface.<sup>[151]</sup>

A literatura tem reportado que a matriz de metaloendoproteínase (MMPs) pode ser um fator responsável pela degradação da camada híbrida nesses casos<sup>[144]</sup>. MMPs são secretadas como por enzimas inativas e ficam na matriz dentinária junto com outras proteínas não colagênicas. Quando ativadas atuam na degradação de fibrilas de colágeno, de elastina e de componentes da matriz extracelular<sup>[145]</sup>. A presença de água nessa região de baixa difusão, após a polimerização, pode reativar as MMPs, deixando a região suscetível à degradação<sup>[148]</sup>.

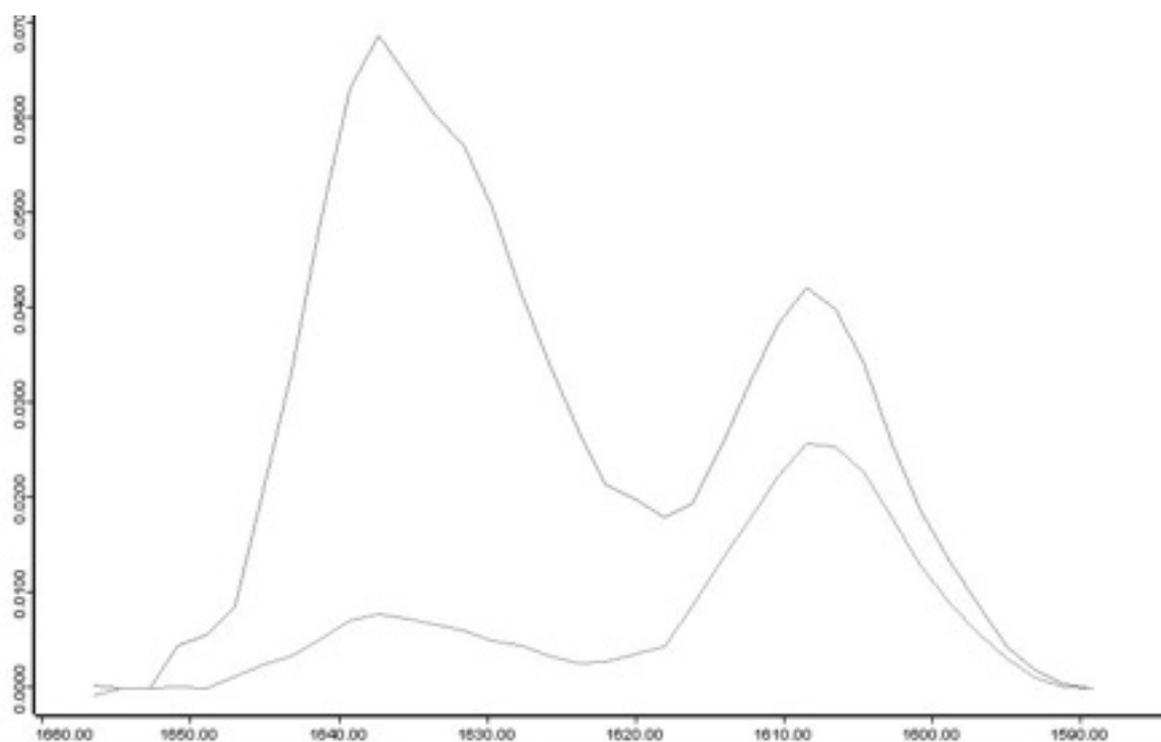
A presença de água na interface adesiva é responsável pelas principais causas de degradação química dessa interface, pela hidrólise e pela plastificação dos componentes resinosos<sup>[26]</sup>, o que, por sua vez, reduz as propriedades mecânicas dos polímeros.<sup>[8]</sup>

Independente da maneira com que a água chega à região de adesão, infiltração marginal, nanoinfiltração ou ingresso de fluido orais por meio de canais nanométricos ao longo das fibrilas de colágeno dentro da camada híbrida, ela parece contri-

buir fortemente para a diminuição da integridade do sistema adesivo em longo prazo.

Face ao exposto, é possível notar que o aumento no tempo de exposição à luz pode afetar positivamente não só o GC<sup>[31]</sup>, como também a RU<sup>[62]</sup> e a permeabilidade<sup>[31]</sup> de sistemas adesivos, mas não a longevidade dessa interface<sup>[165]</sup>.

# CONCLUSÕES





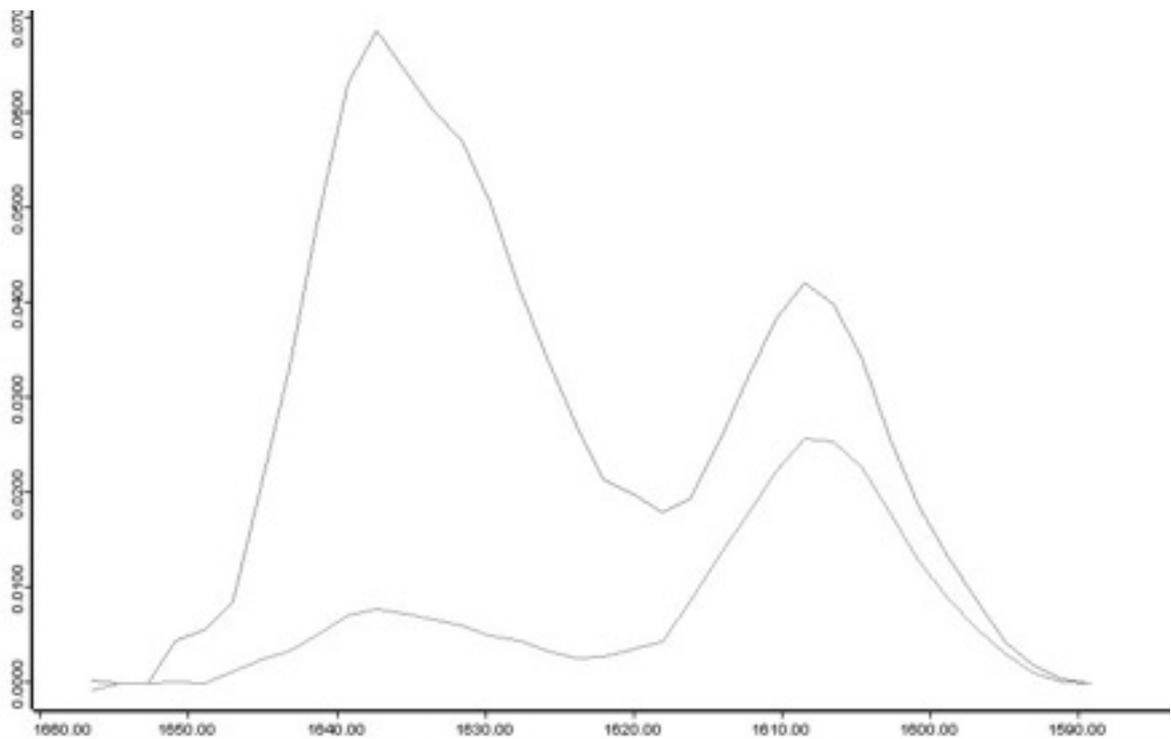
## 7 CONCLUSÕES

Com base nos resultados obtidos, pode-se concluir que:

1. Um maior tempo de polimerização levou a um maior grau de conversão para todos os SA testados.
2. O tempo de polimerização levou a um maior valor de RU imediata para os sistemas adesivos convencionais e multi-modo,
3. O tempo de polimerização levou a um maior valor de RU a longo prazo somente para o sistema autocondicionante simplificado.

Por isso as três hipóteses nulas devem ser rejeitadas.

# REFERÊNCIAS





---

## REFERÊNCIAS

1. Buonocore, M.G., A simple method of increasing the adhesion of acrylic filling materials to enamel surfaces. *J Dent Res*, 1955. **34**(6): p. 849-53.
2. Mjor, I.A. and V.V. Gordan, Failure, repair, refurbishing and longevity of restorations. *Oper Dent*, 2002. **27**(5): p. 528-34.
3. Mjor, I.A., et al., Placement and replacement of restorations in general dental practice in Iceland. *Oper Dent*, 2002. **27**(2): p. 117-23.
4. Sano, H., et al., Microporous dentin zone beneath resin-impregnated layer. *Oper Dent*, 1994. **19**(2): p. 59-64.
5. van Dijken, J.W., Clinical evaluation of three adhesive systems in class V non-carious lesions. *Dent Mater*, 2000. **16**(4): p. 285-91.
6. Brackett, W.W., D.A. Covey, and H.A. St Germain, Jr., One-year clinical performance of a self-etching adhesive in class V resin composites cured by two methods. *Oper Dent*, 2002. **27**(3): p. 218-22.
7. Carrilho, M.R., et al., Durability of resin-dentin bonds related to water and oil storage. *Am J Dent*, 2005. **18**(6): p. 315-9.
8. De Munck, J., et al., A critical review of the durability of adhesion to tooth tissue: methods and results. *J Dent Res*, 2005. **84**(2): p. 118-32.
9. Tay, F.R., et al., Water treeing in simplified dentin adhesives--deja vu? *Oper Dent*, 2005. **30**(5): p. 561-79.
10. Luque-Martinez, I.V., et al., Effects of solvent evaporation time on immediate adhesive properties of universal adhesives to dentin. *Dent Mater*, 2014. **30**(10): p. 1126-35.

11. Marchesi, G., et al., Adhesive performance of a multi-mode adhesive system: 1-year in vitro study. *J Dent*, 2014. **42**(5): p. 603-12.
12. Perdigao, J., et al., A new universal simplified adhesive: 18-month clinical evaluation. *Oper Dent*, 2014. **39**(2): p. 113-27.
13. Munoz, M.A., et al., In vitro longevity of bonding properties of universal adhesives to dentin. *Oper Dent*, 2015. **40**(3): p. 282-92.
14. Nakabayashi, N., K. Kojima, and E. Masuhara, The promotion of adhesion by the infiltration of monomers into tooth substrates. *J Biomed Mater Res*, 1982. **16**(3): p. 265-73.
15. Gwinnett, A.J. and S. Yu, Effect of long-term water storage on dentin bonding. *Am J Dent*, 1995. **8**(2): p. 109-11.
16. Kato, G. and N. Nakabayashi, The durability of adhesion to phosphoric acid etched, wet dentin substrates. *Dent Mater*, 1998. **14**(5): p. 347-52.
17. Okuda, M., et al., Relationship between nanoleakage and long-term durability of dentin bonds. *Oper Dent*, 2001. **26**(5): p. 482-90.
18. Inoue, S., et al., Hydrolytic stability of self-etch adhesives bonded to dentin. *J Dent Res*, 2005. **84**(12): p. 1160-4.
19. Hashimoto, M., et al., In vitro durability of one-bottle resin adhesives bonded to dentin. *Dent Mater J*, 2007. **26**(5): p. 677-86.
20. Breschi, L., et al., Influence of chlorhexidine concentration on the durability of etch-and-rinse dentin bonds: a 12-month in vitro study. *J Adhes Dent*, 2009. **11**(3): p. 191-8.
21. Gale, M.S. and B.W. Darvell, Thermal cycling procedures for laboratory testing of dental restorations. *J Dent*, 1999. **27**(2): p. 89-99.

22. Tay, F.R. and D.H. Pashley, Have dentin adhesives become too hydrophilic? *J Can Dent Assoc*, 2003. **69**(11): p. 726-31.
23. Yoshida, Y., et al., Comparative study on adhesive performance of functional monomers. *J Dent Res*, 2004. **83**(6): p. 454-8.
24. De Munck, J., et al., Micro-rotary fatigue of tooth-biomaterial interfaces. *Bio-materials*, 2005. **26**(10): p. 1145-53.
25. Sampaio, P.C., et al., Effect of conventional and resin-modified glass-ionomer liner on dentin adhesive interface of Class I cavity walls after thermocycling. *Oper Dent*, 2011. **36**(4): p. 403-12.
26. Hashimoto, M., et al., In vivo degradation of resin-dentin bonds in humans over 1 to 3 years. *J Dent Res*, 2000. **79**(6): p. 1385-91.
27. Hashimoto, M., et al., Micromorphological changes in resin-dentin bonds after 1 year of water storage. *J Biomed Mater Res*, 2002. **63**(3): p. 306-11.
28. Hashimoto, M., et al., In vitro degradation of resin-dentin bonds analyzed by microtensile bond test, scanning and transmission electron microscopy. *Biomaterials*, 2003. **24**(21): p. 3795-803.
29. Hashimoto, M., et al., SEM and TEM analysis of water degradation of human dentinal collagen. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater*, 2003. **66**(1): p. 287-98.
30. Eick, J.D., et al., Current concepts on adhesion to dentin. *Crit Rev Oral Biol Med*, 1997. **8**(3): p. 306-35.
31. Cadenaro, M., et al., Degree of conversion and permeability of dental adhesives. *Eur J Oral Sci*, 2005. **113**(6): p. 525-30.
32. Cadenaro, M., et al., Influence of whitening on the degree of conversion of dental adhesives on dentin. *Eur J Oral Sci*, 2006. **114**(3): p. 257-62.

33. Santerre, J.P., L. Shajii, and B.W. Leung, 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): p. 136-51.
34. Jaffer, F., Y. Finer, and J.P. Santerre, Interactions between resin monomers and commercial composite resins with human saliva derived esterases. *Biomaterials*, 2002. **23**(7): p. 1707-19.
35. Finer, Y. and J.P. Santerre, Salivary esterase activity and its association with the biodegradation of dental composites. *J Dent Res*, 2004. **83**(1): p. 22-6.
36. Sano, H., et al., Long-term durability of dentin bonds made with a self-etching primer, in vivo. *J Dent Res*, 1999. **78**(4): p. 906-11.
37. Reis, A.F., et al., Ultramorphological analysis of resin-dentin interfaces produced with water-based single-step and two-step adhesives: nanoleakage expression. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater*, 2004. **71**(1): p. 90-8.
38. Tay, F.R., et al., Single-step adhesives are permeable membranes. *J Dent*, 2002. **30**(7-8): p. 371-82.
39. Chersoni, S., et al., Water movement in the hybrid layer after different dentin treatments. *Dent Mater*, 2004. **20**(9): p. 796-803.
40. Chersoni, S., et al., In vivo and in vitro permeability of one-step self-etch adhesives. *J Dent Res*, 2004. **83**(6): p. 459-64.
41. Itthagarun, A., et al., Single-step, self-etch adhesives behave as permeable membranes after polymerization. Part III. Evidence from fluid conductance and artificial caries inhibition. *Am J Dent*, 2004. **17**(6): p. 394-400.
42. Tay, F.R., et al., Single-step, self-etch adhesives behave as permeable membranes after polymerization. Part I. Bond strength and morphologic evidence. *Am J Dent*, 2004. **17**(4): p. 271-8.

43. Prati, C., et al., Permeability of marginal hybrid layers in composite restorations. *Clin Oral Investig*, 2005. **9**(1): p. 1-7.
44. Tjan, A.H., J. Castelnovo, and P. Liu, Bond strength of multi-step and simplified-step systems. *Am J Dent*, 1996. **9**(6): p. 269-72.
45. Nishitani, Y., et al., Effects of resin hydrophilicity on dentin bond strength. *J Dent Res*, 2006. **85**(11): p. 1016-21.
46. Tay, F.R., et al., Aging affects two modes of nanoleakage expression in bonded dentin. *J Dent Res*, 2003. **82**(7): p. 537-41.
47. Tay, F.R., et al., Single-bottle adhesives behave as permeable membranes after polymerization. I. In vivo evidence. *J Dent*, 2004. **32**(8): p. 611-21.
48. Tay, F.R., et al., Single-step, self-etch adhesives behave as permeable membranes after polymerization. Part II. Silver tracer penetration evidence. *Am J Dent*, 2004. **17**(5): p. 315-22.
49. de Andrade e Silva, S.M., et al., Effect of an additional hydrophilic versus hydrophobic coat on the quality of dentinal sealing provided by two-step etch-and-rinse adhesives. *J Appl Oral Sci*, 2009. **17**(3): p. 184-9.
50. Pashley, E.L., et al., Effects of one versus two applications of an unfilled, all-in-one adhesive on dentine bonding. *J Dent*, 2002. **30**(2-3): p. 83-90.
51. Hashimoto, M., et al., Effects of multiple adhesive coatings on dentin bonding. *Oper Dent*, 2004. **29**(4): p. 416-23.
52. Hashimoto, M., et al., *Permeability of adhesive resin films*. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater*, 2005. **74**(2): p. 699-705.
53. Ito, S., et al., Effects of multiple coatings of two all-in-one adhesives on dentin bonding. *J Adhes Dent*, 2005. **7**(2): p. 133-41.

- 
54. Watanabe, I., N. Nakabayashi, and D.H. Pashley, Bonding to ground dentin by a phenyl-P self-etching primer. *J Dent Res*, 1994. **73**(6): p. 1212-20.
55. Carvalho, R.M., et al., Effects of HEMA/solvent combinations on bond strength to dentin. *J Dent Res*, 2003. **82**(8): p. 597-601.
56. Klein-Junior, C.A., et al., Evaporating solvents with a warm air-stream: effects on adhesive layer properties and resin-dentin bond strengths. *J Dent*, 2008. **36**(8): p. 618-25.
57. Garcia, F.C., et al., Influences of surface and solvent on retention of HEMA/ mixture components after evaporation. *J Dent*, 2010. **38**(1): p. 44-9.
58. Garcia, G., et al., Solvent retention of contemporary commercial dentin bonding agents in a demineralized dentin matrix. *Eur J Dent*, 2010. **4**(3): p. 293-7.
59. Chimeli, T.B., et al., Effects of solvent evaporation on water sorption/solubility and nanoleakage of adhesive systems. *J Appl Oral Sci*, 2014. **22**(4): p. 294-301.
60. Breschi, L., et al., Electric-current-assisted application of self-etch adhesives to dentin. *J Dent Res*, 2006. **85**(12): p. 1092-6.
61. Pasquantonio, G., et al., Electric device improves bonds of simplified etch-and-rinse adhesives. *Dent Mater*, 2007. **23**(4): p. 513-8.
62. Reis, A., et al., Effects of increased exposure times of simplified etch-and-rinse adhesives on the degradation of resin-dentin bonds and quality of the polymer network. *Eur J Oral Sci*, 2010. **118**(5): p. 502-9.
63. Ferreira, S.Q., et al., Improvement of exposure times: effects on adhesive properties and resin-dentin bond strengths of etch-and-rinse adhesives. *J Adhes Dent*, 2011. **13**(3): p. 235-41.
64. Hanabusa, M., et al., Bonding effectiveness of a new 'multi-mode' adhesive to enamel and dentine. *J Dent*, 2012. **40**(6): p. 475-84.

65. Perdigao, J., et al., New trends in dentin/enamel adhesion. *Am J Dent*, 2000. **13**(Spec No): p. 25D-30D.
66. Munoz, M.A., et al., Immediate bonding properties of universal adhesives to dentine. *J Dent*, 2013. **41**(5): p. 404-11.
67. Kearns, J.O., J.G. Barry, and G.J. Fleming, Cuspal deflection and cervical microleakage scores to determine the adhesive potential of universal bonding systems. *J Dent*, 2014. **42**(8): p. 970-6.
68. Wagner, A., et al., Bonding performance of universal adhesives in different etching modes. *J Dent*, 2014. **42**(7): p. 800-7.
69. Chen, C., et al., Bonding of universal adhesives to dentine - Old wine in new bottles? *J Dent*, 2015. **43**(5): p. 525-36.
70. Bowen, R.L. and M.S. Rodriguez, Tensile strength and modulus of elasticity of tooth structure and several restorative materials. *J Am Dent Assoc*, 1962. **64**: p. 378-87.
71. Tyas, M.J., et al., Minimal intervention dentistry--a review. FDI Commission Project 1-97. *Int Dent J*, 2000. **50**(1): p. 1-12.
72. ANUSAVICE, K.J.S., Chiayi RAWLS, H. Ralph, *Phillips' Materiais Dentários*. 12 ed. 2013: Elsevier, Saunders.
73. Van Meerbeek, B., et al., Morphological aspects of the resin-dentin interdiffusion zone with different dentin adhesive systems. *J Dent Res*, 1992. **71**(8): p. 1530-40.
74. Van Meerbeek, B., et al., Comparative SEM and TEM examination of the ultrastructure of the resin-dentin interdiffusion zone. *J Dent Res*, 1993. **72**(2): p. 495-501.

75. Perdigao, J. and M. Lopes, Dentin bonding--state of the art 1999. *Compend Contin Educ Dent*, 1999. **20**(12): p. 1151-8, 1160-2; quiz 1164.
76. Van Landuyt, K.L., et al., Systematic review of the chemical composition of contemporary dental adhesives. *Biomaterials*, 2007. **28**(26): p. 3757-85.
77. Ferracane, J.L., Hygroscopic and hydrolytic effects in dental polymer networks. *Dent Mater*, 2006. **22**(3): p. 211-22.
78. Van Meerbeek, B., et al., The clinical performance of adhesives. *J Dent*, 1998. **26**(1): p. 1-20.
79. Van Meerbeek, B., et al., Buonocore memorial lecture. Adhesion to enamel and dentin: current status and future challenges. *Oper Dent*, 2003. **28**(3): p. 215-35.
80. Vargas, M.A., D.S. Cobb, and G.E. Denehy, Interfacial micromorphology and shear bond strength of single-bottle primer/adhesives. *Dent Mater*, 1997. **13**(5): p. 316-24.
81. Tay, F.R., et al., How can nanoleakage occur in self-etching adhesive systems that demineralize and infiltrate simultaneously? *J Adhes Dent*, 2002. **4**(4): p. 255-69.
82. Carvalho, R.M., et al., A challenge to the conventional wisdom that simultaneous etching and resin infiltration always occurs in self-etch adhesives. *Biomaterials*, 2005. **26**(9): p. 1035-42.
83. Chigira, H., et al., Self-etching dentin primers containing phenyl-P. *J Dent Res*, 1994. **73**(5): p. 1088-95.
84. Okuda, M., et al., Long-term durability of resin dentin interface: nanoleakage vs. microtensile bond strength. *Oper Dent*, 2002. **27**(3): p. 289-96.

85. Tay, F.R. and D.H. Pashley, Aggressiveness of contemporary self-etching systems. I: Depth of penetration beyond dentin smear layers. *Dent Mater*, 2001. **17**(4): p. 296-308.
86. Reis, A.F., et al., Interfacial ultramorphology of single-step adhesives: nanoleakage as a function of time. *J Oral Rehabil*, 2007. **34**(3): p. 213-21.
87. Fritz, U.B. and W.J. Finger, Bonding efficiency of single-bottle enamel/dentin adhesives. *Am J Dent*, 1999. **12**(6): p. 277-82.
88. Inoue, S., et al., Microtensile bond strength of eleven contemporary adhesives to dentin. *J Adhes Dent*, 2001. **3**(3): p. 237-45.
89. Van Meerbeek, B., et al., State of the art of self-etch adhesives. *Dent Mater*, 2011. **27**(1): p. 17-28.
90. Yoshida, Y., et al., Evidence of chemical bonding at biomaterial-hard tissue interfaces. *J Dent Res*, 2000. **79**(2): p. 709-14.
91. Erhardt, M.C., L.M. Cavalcante, and L.A. Pimenta, Influence of phosphoric acid pretreatment on self-etching bond strengths. *J Esthet Restor Dent*, 2004. **16**(1): p. 33-40; discussion 41.
92. Rotta, M., et al., Effects of phosphoric acid pretreatment and substitution of bonding resin on bonding effectiveness of self-etching systems to enamel. *J Adhes Dent*, 2007. **9**(6): p. 537-45.
93. Frankenberger, R., et al., Selective enamel etching reconsidered: better than etch-and-rinse and self-etch? *J Adhes Dent*, 2008. **10**(5): p. 339-44.
94. Erickson, R.L., W.W. Barkmeier, and M.A. Latta, The role of etching in bonding to enamel: a comparison of self-etching and etch-and-rinse adhesive systems. *Dent Mater*, 2009. **25**(11): p. 1459-67.

95. Perdigao, J., et al., Clinical performance of a self-etching adhesive at 18 months. *Am J Dent*, 2005. **18**(2): p. 135-40.
96. Can Say, E., et al., A randomized five-year clinical study of a two-step self-etch adhesive with or without selective enamel etching. *Dent Mater J*, 2014. **33**(6): p. 757-63.
97. Peumans, M., et al., Thirteen-year randomized controlled clinical trial of a two-step self-etch adhesive in non-carious cervical lesions. *Dent Mater*, 2015. **31**(3): p. 308-14.
98. Erickson, R.L., W.W. Barkmeier, and N.S. Kimmes, Bond strength of self-etch adhesives to pre-etched enamel. *Dent Mater*, 2009. **25**(10): p. 1187-94.
99. Munoz, M.A., et al., Influence of a hydrophobic resin coating on the bonding efficacy of three universal adhesives. *J Dent*, 2014. **42**(5): p. 595-602.
100. de Goes, M.F., M.S. Shinohara, and M.S. Freitas, Performance of a new one-step multi-mode adhesive on etched vs non-etched enamel on bond strength and interfacial morphology. *J Adhes Dent*, 2014. **16**(3): p. 243-50.
101. Rosa, W.L., E. Piva, and A.F. Silva, Bond strength of universal adhesives: A systematic review and meta-analysis. *J Dent*, 2015.
102. Cardenas, A.M., et al., Influence of Conditioning Time of Universal Adhesives on Adhesive Properties and Enamel-Etching Pattern. *Oper Dent*, 2016.
103. Spencer, P. and Y. Wang, Adhesive phase separation at the dentin interface under wet bonding conditions. *J Biomed Mater Res*, 2002. **62**(3): p. 447-56.
104. Santini, A. and V. Miletic, Quantitative micro-Raman assessment of dentine demineralization, adhesive penetration, and degree of conversion of three dentine bonding systems. *Eur J Oral Sci*, 2008. **116**(2): p. 177-83.

- 
105. Kostoryz, E.L., et al., Enzymatic biodegradation of HEMA/bisGMA adhesives formulated with different water content. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater*, 2009. **88**(2): p. 394-401.
106. Breschi, L., et al., Polymerization kinetics of dental adhesives cured with LED: correlation between extent of conversion and permeability. *Dent Mater*, 2007. **23**(9): p. 1066-72.
107. Arrais, C.A., et al., Degree of conversion of adhesive systems light-cured by LED and halogen light. *Braz Dent J*, 2007. **18**(1): p. 54-9.
108. Ye, Q., et al., Characterization of photopolymerization of dentin adhesives as a function of light source and irradiance. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater*, 2007. **80**(2): p. 440-6.
109. Faria-e-Silva, A.L., et al., Degree of conversion of etch-and-rinse and self-etch adhesives light-cured using QTH or LED. *Oper Dent*, 2010. **35**(6): p. 649-54.
110. Peutzfeldt, A., A. Sahafi, and E. Asmussen, Characterization of resin composites polymerized with plasma arc curing units. *Dent Mater*, 2000. **16**(5): p. 330-6.
111. Fano, L., et al., Polymerization of dental composite resins using plasma light. *Biomaterials*, 2002. **23**(4): p. 1011-5.
112. Bang, H.C., et al., Effect of plasma arc curing on polymerization shrinkage of orthodontic adhesive resins. *J Oral Rehabil*, 2004. **31**(8): p. 803-10.
113. Munksgaard, E.C., A. Peutzfeldt, and E. Asmussen, Elution of TEGDMA and BisGMA from a resin and a resin composite cured with halogen or plasma light. *Eur J Oral Sci*, 2000. **108**(4): p. 341-5.
114. Gagliani, M., L. Fadini, and J.M. Ritzmann, Depth of cure efficacy of high-power curing devices vs traditional halogen lamps. *J Adhes Dent*, 2002. **4**(1): p. 41-7.

- 
115. Park, S.H., I. Krejci, and F. Lutz, Microhardness of resin composites polymerized by plasma arc or conventional visible light curing. *Oper Dent*, 2002. **27**(1): p. 30-7.
116. Deb, S. and H. Sehmi, A comparative study of the properties of dental resin composites polymerized with plasma and halogen light. *Dent Mater*, 2003. **19**(6): p. 517-22.
117. Klocke, A., et al., Plasma arc curing lights for orthodontic bonding. *Am J Orthod Dentofacial Orthop*, 2002. **122**(6): p. 643-8.
118. Okamoto, M., et al., Porcelain veneer bonding to dentin and the curing performance of plasma-arc light with respect to porcelain thickness. *Dent Mater J*, 2003. **22**(3): p. 313-20.
119. Feng, L., R. Carvalho, and B.I. Suh, Insufficient cure under the condition of high irradiance and short irradiation time. *Dent Mater*, 2009. **25**(3): p. 283-9.
120. Abedin, F., et al., Impact of light intensity on the polymerization kinetics and network structure of model hydrophobic and hydrophilic methacrylate based dental adhesive resin. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater*, 2015.
121. Abedin, F., et al., Polymerization behavior of hydrophilic-rich phase of dentin adhesive. *J Dent Res*, 2015. **94**(3): p. 500-7.
122. Schreiner, R.F., et al., Microtensile testing of dentin adhesives. *Dent Mater*, 1998. **14**(3): p. 194-201.
123. Garcia, F.C.P., et al., TESTES MECÂNICOS PARA A AVALIAÇÃO LABORATORIAL DA UNIÃO RESINA/DENTINA. *Rev Fac Odontol Bauru*, 2002. **10**(3): p. 118-27.
124. Pashley, D.H., et al., Adhesion testing of dentin bonding agents: a review. *Dent Mater*, 1995. **11**(2): p. 117-25.

125. Sano, H., Microtensile testing, nanoleakage, and biodegradation of resin-dentin bonds. *J Dent Res*, 2006. **85**(1): p. 11-4.
126. Sano, H., et al., Relationship between surface area for adhesion and tensile bond strength--evaluation of a micro-tensile bond test. *Dent Mater*, 1994. **10**(4): p. 236-40.
127. Van Noort, R., et al., A critique of bond strength measurements. *J Dent*, 1989. **17**(2): p. 61-7.
128. Yasuda, G., et al., Changes in elastic modulus of adhesive and adhesive-infiltrated dentin during storage in water. *J Oral Sci*, 2008. **50**(4): p. 481-6.
129. Kanehira, M., et al., Relationship between degree of polymerization and enamel bonding strength with self-etching adhesives. *J Adhes Dent*, 2006. **8**(4): p. 211-6.
130. Tay, F.R., R.M. Carvalho, and D.H. Pashley, Water movement across bonded dentin - too much of a good thing. *J Appl Oral Sci*, 2004. **12**(spe): p. 12-25.
131. Oliveira, S.S., et al., The effect of a self-etching primer on the continuous demineralization of dentin. *Eur J Oral Sci*, 2004. **112**(4): p. 376-83.
132. Tay, F.R. and D.H. Pashley, Water treeing--a potential mechanism for degradation of dentin adhesives. *Am J Dent*, 2003. **16**(1): p. 6-12.
133. Van Landuyt, K.L., et al., Origin of interfacial droplets with one-step adhesives. *J Dent Res*, 2007. **86**(8): p. 739-44.
134. Tay, F.R., D.H. Pashley, and M. Yoshiyama, Two modes of nanoleakage expression in single-step adhesives. *J Dent Res*, 2002. **81**(7): p. 472-6.
135. Van Landuyt, K.L., et al., Extension of a one-step self-etch adhesive into a multi-step adhesive. *Dent Mater*, 2006. **22**(6): p. 533-44.

136. De Vito Moraes, A.G., et al., Microshear bond strength of self-etching systems associated with a hydrophobic resin layer. *J Adhes Dent*, 2011. **13**(4): p. 341-8.
137. Brackett, W.W., et al., Microtensile dentin bond strength of self-etching resins: effect of a hydrophobic layer. *Oper Dent*, 2005. **30**(6): p. 733-8.
138. Burrow, M.F., M. Satoh, and J. Tagami, Dentin bond durability after three years using a dentin bonding agent with and without priming. *Dent Mater*, 1996. **12**(5): p. 302-7.
139. Sideridou, I., V. Tserki, and G. Papanastasiou, Study of water sorption, solubility and modulus of elasticity of light-cured dimethacrylate-based dental resins. *Biomaterials*, 2003. **24**(4): p. 655-65.
140. Paul, S.J., et al., Effect of water content on the physical properties of model dentine primer and bonding resins. *J Dent*, 1999. **27**(3): p. 209-14.
141. Yiu, C.K., et al., Effect of resin hydrophilicity and water storage on resin strength. *Biomaterials*, 2004. **25**(26): p. 5789-96.
142. Malacarne, J., et al., Water sorption/solubility of dental adhesive resins. *Dent Mater*, 2006. **22**(10): p. 973-80.
143. Titley, K.C., et al., An SEM examination of etched dentin and the structure of the hybrid layer. *J Can Dent Assoc*, 1995. **61**(10): p. 887-94.
144. Pashley, D.H., et al., Collagen degradation by host-derived enzymes during aging. *J Dent Res*, 2004. **83**(3): p. 216-21.
145. Brinckerhoff, C.E. and L.M. Matrisian, Matrix metalloproteinases: a tail of a frog that became a prince. *Nat Rev Mol Cell Biol*, 2002. **3**(3): p. 207-14.
146. Birkedal-Hansen, H., et al., Matrix metalloproteinases: a review. *Crit Rev Oral Biol Med*, 1993. **4**(2): p. 197-250.

- 
147. Tjaderhane, L., et al., The activation and function of host matrix metalloproteinases in dentin matrix breakdown in caries lesions. *J Dent Res*, 1998. **77**(8): p. 1622-9.
148. Mazzoni, A., et al., Reactivation of inactivated endogenous proteolytic activities in phosphoric acid-etched dentine by etch-and-rinse adhesives. *Biomaterials*, 2006. **27**(25): p. 4470-6.
149. Wang, Y. and P. Spencer, Hybridization efficiency of the adhesive/dentin interface with wet bonding. *J Dent Res*, 2003. **82**(2): p. 141-5.
150. Torkabadi, S., et al., Bonding durability of HEMA-free and HEMA-containing one-step adhesives to dentine surrounded by bonded enamel. *J Dent*, 2008. **36**(1): p. 80-6.
151. Armstrong, S.R., J.C. Keller, and D.B. Boyer, The influence of water storage and C-factor on the dentin-resin composite microtensile bond strength and debond pathway utilizing a filled and unfilled adhesive resin. *Dent Mater*, 2001. **17**(3): p. 268-76.
152. Armstrong, S.R., et al., Microtensile bond strength of a total-etch 3-step, total-etch 2-step, self-etch 2-step, and a self-etch 1-step dentin bonding system through 15-month water storage. *J Adhes Dent*, 2003. **5**(1): p. 47-56.
153. Koshiro, K., et al., In vivo degradation of resin-dentin bonds produced by a self-etch vs. a total-etch adhesive system. *Eur J Oral Sci*, 2004. **112**(4): p. 368-75.
154. Koshiro, K., et al., 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): p. 341-8.
155. Chaves, C.A., et al., Bond strength durability of self-etching adhesives and resin cements to dentin. *J Appl Oral Sci*, 2009. **17**(3): p. 155-60.

- 
156. Loguercio, A.D., et al., Influence of chlorhexidine digluconate concentration and application time on resin-dentin bond strength durability. *Eur J Oral Sci*, 2009. **117**(5): p. 587-96.
157. Skovron, L., et al., Effects of immersion time and frequency of water exchange on durability of etch-and-rinse adhesive. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater*, 2010. **95**(2): p. 339-46.
158. Loguercio, A.D., et al., A new universal simplified adhesive: 36-Month randomized double-blind clinical trial. *J Dent*, 2015. **43**(9): p. 1083-92.
159. Takahashi, A., et al., Effects of mechanical properties of adhesive resins on bond strength to dentin. *Dent Mater*, 2002. **18**(3): p. 263-8.
160. Navarra, C.O., et al., Degree of conversion of Filtek Silorane Adhesive System and Clearfil SE Bond within the hybrid and adhesive layer: an in situ Raman analysis. *Dent Mater*, 2009. **25**(9): p. 1178-85.
161. Manhart, J., et al., Buonocore Memorial Lecture. Review of the clinical survival of direct and indirect restorations in posterior teeth of the permanent dentition. *Oper Dent*, 2004. **29**(5): p. 481-508.
162. Lutz, F. and I. Krejci, Resin composites in the post-amalgam age. *Compend Contin Educ Dent*, 1999. **20**(12): p. 1138-44, 1146, 1148.
163. Frankenberger, R., et al., The effect of six years of water storage on resin composite bonding to human dentin. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater*, 2004. **69**(1): p. 25-32.
164. Pashley, D.H., et al., State of the art etch-and-rinse adhesives. *Dent Mater*, 2011. **27**(1): p. 1-16.

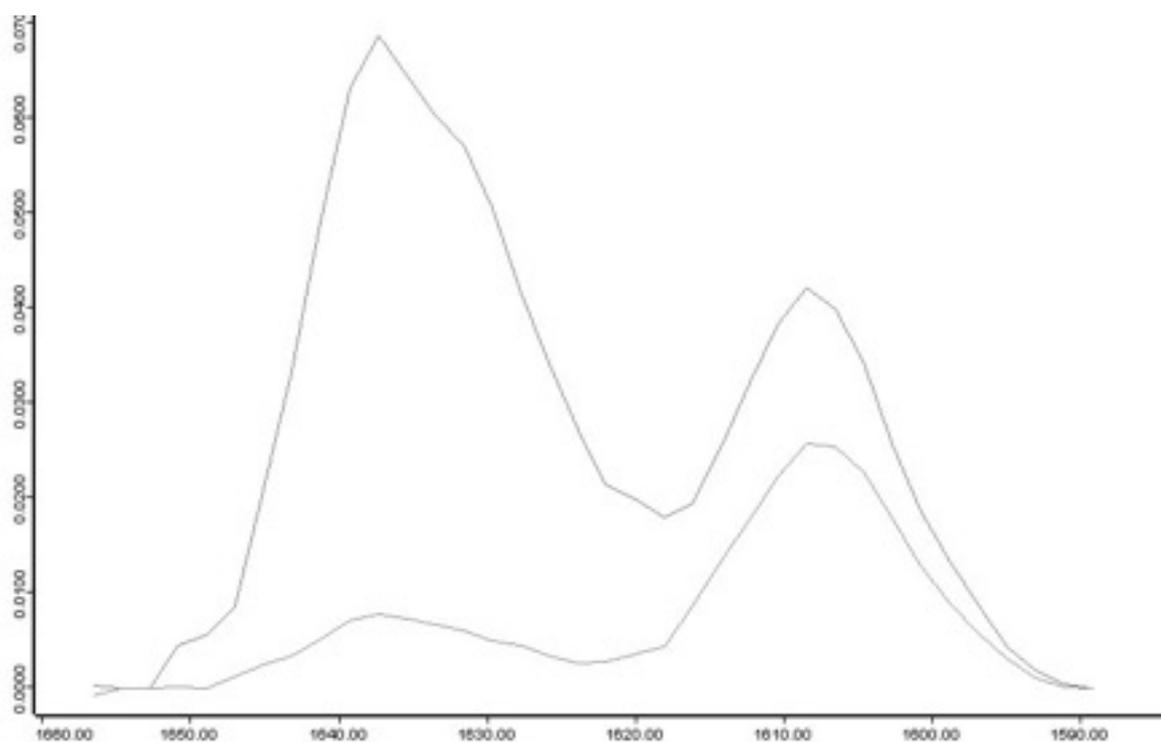
- 
165. Hass, V., et al., Correlation between degree of conversion, resin-dentin bond strength and nanoleakage of simplified etch-and-rinse adhesives. *Dent Mater*, 2013. **29**(9): p. 921-8.
166. Hass, V., et al., Prolonged exposure times of one-step self-etch adhesives on adhesive properties and durability of dentine bonds. *J Dent*, 2012. **40**(12): p. 1090-102.
167. Rueggeberg, F.A., et al., Factors affecting cure at depths within light-activated resin composites. *Am J Dent*, 1993. **6**(2): p. 91-5.
168. Boing, T.F., et al., Evaluation of the degree of conversion of a composite resin using different surface treatments before final curing. *Rev. Dent. on line*, 2011. **10**(22): p. 9-14.
169. Peutzfeldt, A., Resin composites in dentistry: the monomer systems. *Eur J Oral Sci*, 1997. **105**(2): p. 97-116.
170. Halvorson, R.H., R.L. Erickson, and C.L. Davidson, Energy dependent polymerization of resin-based composite. *Dent Mater*, 2002. **18**(6): p. 463-9.
171. Franco, E.L., LG, Conceitos Atuais na Polimerização de Sistemas Restauradores Resinosos. *Biodonto*, 2003. **1**(2).
172. Borges, B.C., et al., Degree of conversion of simplified contemporary adhesive systems as influenced by extended air-activated or passive solvent volatilization modes. *Oper Dent*, 2012. **37**(3): p. 246-52.
173. Malacarne-Zanon, J., et al., Effects of ethanol addition on the water sorption/solubility and percent conversion of comonomers in model dental adhesives. *Dent Mater*, 2009. **25**(10): p. 1275-84.

- 
174. Chiba, A., et al., The effects of ethanol on the size-exclusion characteristics of type I dentin collagen to adhesive resin monomers. *Acta Biomater*, 2016. **33**: p. 235-41.
175. Yiu, C.K., et al., Solvent and water retention in dental adhesive blends after evaporation. *Biomaterials*, 2005. **26**(34): p. 6863-72.
176. Ilie, N. and R. Hickel, Can CQ be completely replaced by alternative initiators in dental adhesives? *Dent Mater J*, 2008. **27**(2): p. 221-8.
177. Neumann, M.G., et al., Molar extinction coefficients and the photon absorption efficiency of dental photoinitiators and light curing units. *J Dent*, 2005. **33**(6): p. 525-32.
178. Chen, Y.C., J.L. Ferracane, and S.A. Prahl, Quantum yield of conversion of the photoinitiator camphorquinone. *Dent Mater*, 2007. **23**(6): p. 655-64.
179. Zhang, Y. and Y. Wang, Effect of reactive and un-reactive substrates on photopolymerization of self-etching adhesives with different aggressiveness. *Dent Mater J*, 2013. **32**(3): p. 484-91.
180. Dieng-Sarr, F., et al., Modifications of the organic and mineral fractions of dental tissues following conditioning by self-etching adhesives. *J Dent*, 2011. **39**(2): p. 141-7.
181. Tay, F.R., et al., Factors contributing to the incompatibility between simplified-step adhesives and chemically-cured or dual-cured composites. Part I. Single-step self-etching adhesive. *J Adhes Dent*, 2003. **5**(1): p. 27-40.
182. Tay, F.R., et al., Factors contributing to the incompatibility between simplified-step adhesives and self-cured or dual-cured composites. Part II. Single-bottle, total-etch adhesive. *J Adhes Dent*, 2003. **5**(2): p. 91-105.

183. Moszner, N., U. Salz, and J. Zimmermann, Chemical aspects of self-etching enamel-dentin adhesives: a systematic review. *Dent Mater*, 2005. **21**(10): p. 895-910.
184. Hanabusa, M., et al., Interference of functional monomers with polymerization efficiency of adhesives. *Eur J Oral Sci*, 2016.
185. Cadenaro, M., et al., Effect of adhesive hydrophilicity and curing time on the permeability of resins bonded to water vs. ethanol-saturated acid-etched dentin. *Dent Mater*, 2009. **25**(1): p. 39-47.
186. Navarra, C.O., et al., Degree of conversion and interfacial nanoleakage expression of three one-step self-etch adhesives. *Eur J Oral Sci*, 2009. **117**(4): p. 463-9.
187. Pashley, D.H., J.A. Horner, and P.D. Brewer, Interactions of conditioners on the dentin surface. *Oper Dent*, 1992. **Suppl 5**: p. 137-50.
188. Nakajima, M., et al., Tensile bond strength and SEM evaluation of caries-affected dentin using dentin adhesives. *J Dent Res*, 1995. **74**(10): p. 1679-88.
189. Marshall, G.W., Jr., et al., The dentin substrate: structure and properties related to bonding. *J Dent*, 1997. **25**(6): p. 441-58.
190. Pashley, D.H. and R.M. Carvalho, Dentine permeability and dentine adhesion. *J Dent*, 1997. **25**(5): p. 355-72.
191. Bae, J.H., et al., Adhesive layer properties as a determinant of dentin bond strength. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater*, 2005. **74**(2): p. 822-8.
192. Dickens, S.H. and B.H. Cho, Interpretation of bond failure through conversion and residual solvent measurements and Weibull analyses of flexural and micro-tensile bond strengths of bonding agents. *Dent Mater*, 2005. **21**(4): p. 354-64.

- 
193. Asmussen, E. and A. Peutzfeldt, Temperature rise induced by some light emitting diode and quartz-tungsten-halogen curing units. *Eur J Oral Sci*, 2005. **113**(1): p. 96-8.
194. Bouillaguet, S., et al., Thermal risks from LED- and high-intensity QTH-curing units during polymerization of dental resins. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater*, 2005. **72**(2): p. 260-7.
195. Bagis, B., et al., Comparison of the heat generation of light curing units. *J Contemp Dent Pract*, 2008. **9**(2): p. 65-72.
196. Breschi, L., et al., Dental adhesion review: aging and stability of the bonded interface. *Dent Mater*, 2008. **24**(1): p. 90-101.
197. Reis, A., et al., Improving clinical retention of one-step self-etching adhesive systems with an additional hydrophobic adhesive layer. *J Am Dent Assoc*, 2009. **140**(7): p. 877-85.
198. King, N.M., et al., Conversion of one-step to two-step self-etch adhesives for improved efficacy and extended application. *Am J Dent*, 2005. **18**(2): p. 126-34.
199. Reis, A., et al., Can the durability of one-step self-etch adhesives be improved by double application or by an extra layer of hydrophobic resin? *J Dent*, 2008. **36**(5): p. 309-15.
200. Reis, A., et al., A 2-year evaluation of moisture on microtensile bond strength and nanoleakage. *Dent Mater*, 2007. **23**(7): p. 862-70.
201. Reis, A., et al., Effect of prolonged application times on the durability of resin-dentin bonds. *Dent Mater*, 2008. **24**(5): p. 639-44.

# ANEXO

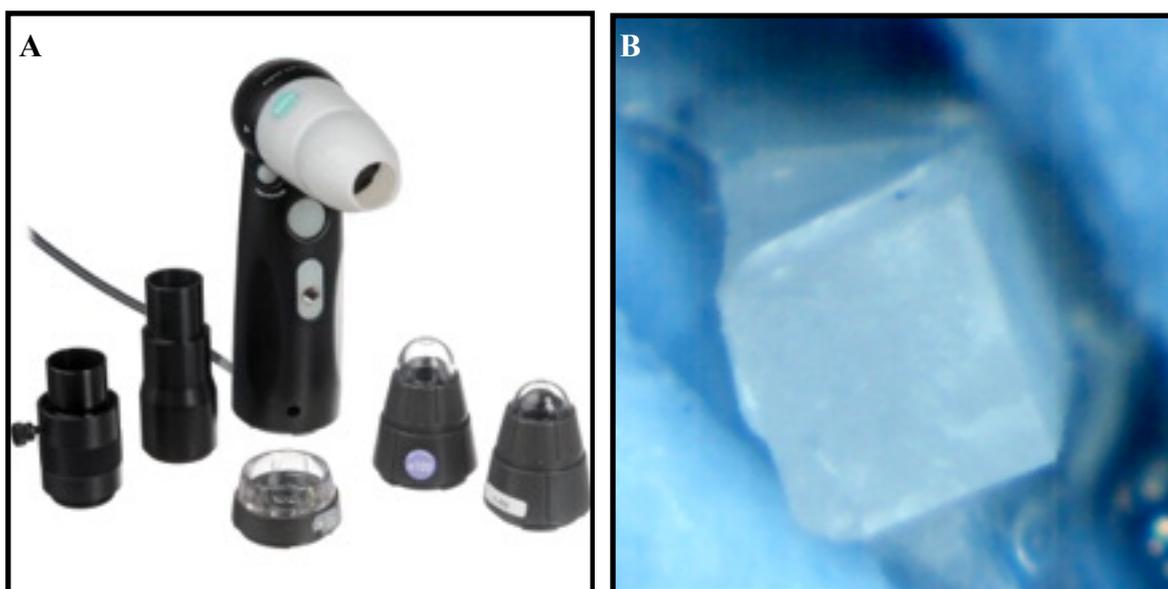


**ANEXO A - Análise dos Tipos de Fraturas**

Análise das fraturas:

Após o teste de microtração os espécimes fraturados foram analisados com o auxílio de um microscópio óptico digital (ProScope HR2, Bodelin Wilsonville, OR, USA), com aumento de 50X (figura 7) para definir a localização da falha da interface.

As falhas foram classificados em adesiva (A; falha na interface resina-dentina), coesiva (C; falha exclusivamente em dentina ou resina) ou mista (M; falha na interface resina-dentina que incluiu também falha coesiva nos substratos vizinhos) (Figura 7)



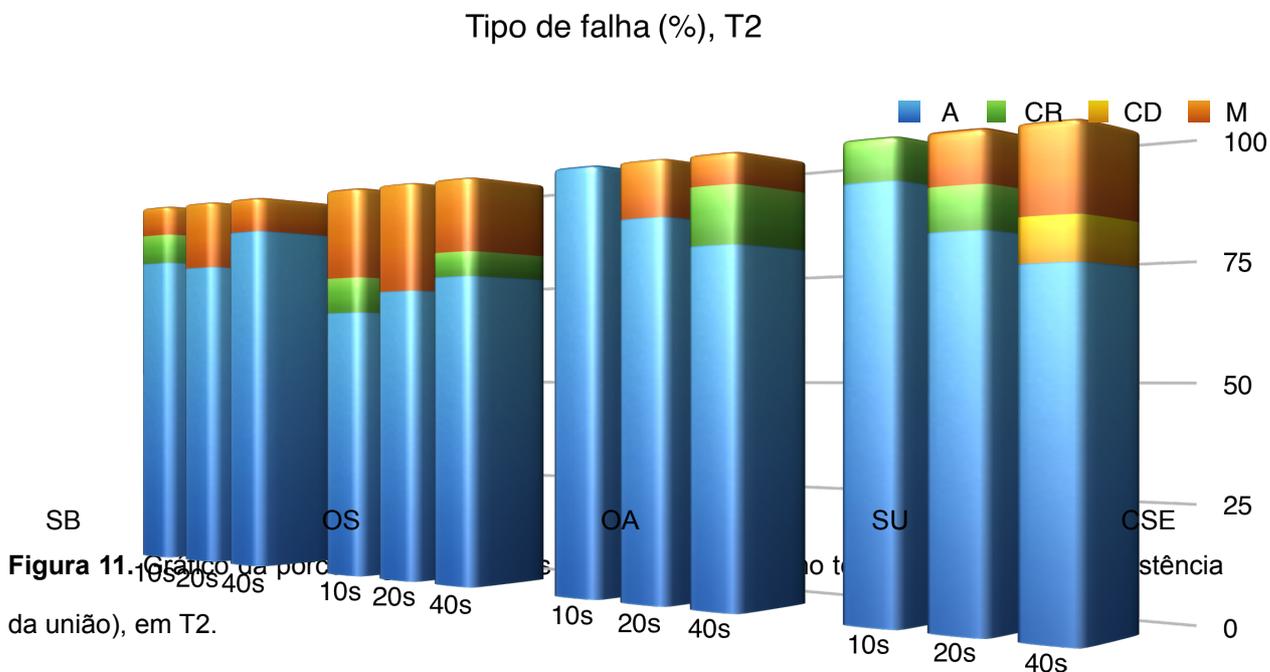
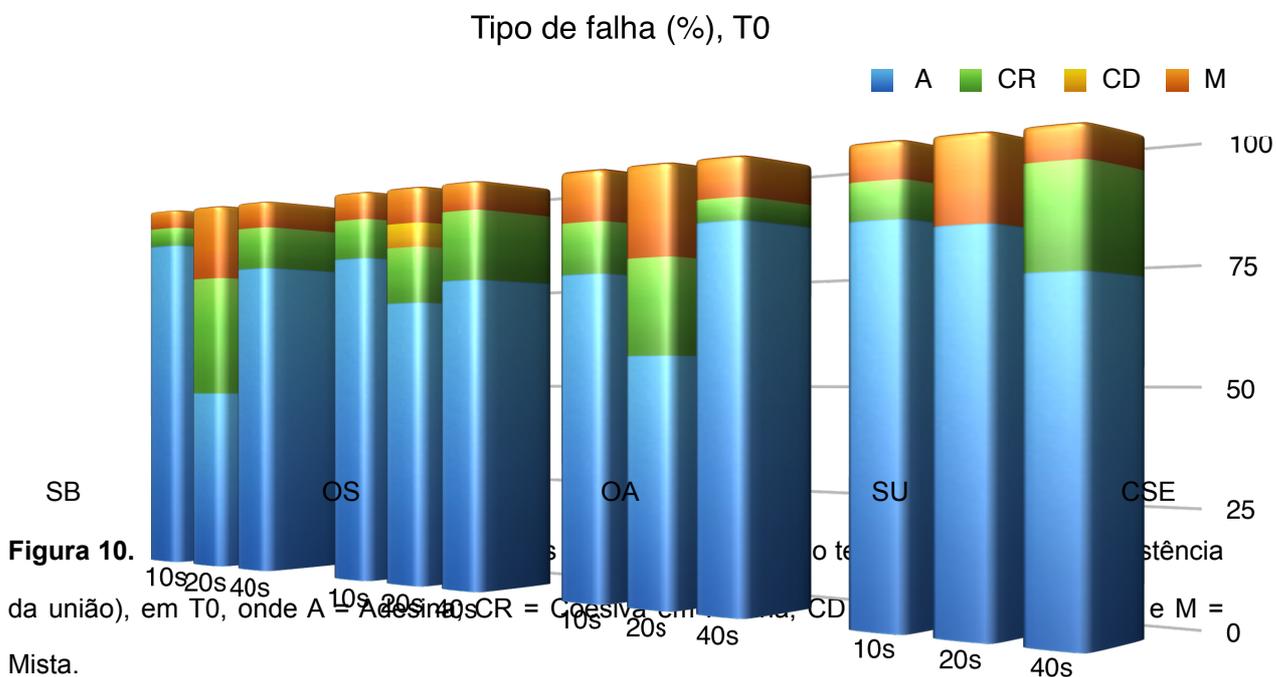
**Figura 9.** Análise das fraturas. A: Microscópio Óptico Digital ProScope HR2, utilizado para análise do tipo de fratura dos palitos; B: Imagem da superfície da área da fratura obtida pelo microscópio ProScope HR2.

Os tipos de fraturas encontrados em cada grupo e subgrupo está apresentado na tabela 4, em valores percentuais.

**Tabela 4.** Relação dos modos de falha (%), para cada adesivo polimerizado pelos três tempos e armazenados por 24h (T0) e 2 anos (T2), observados em microscópio óptico digital:

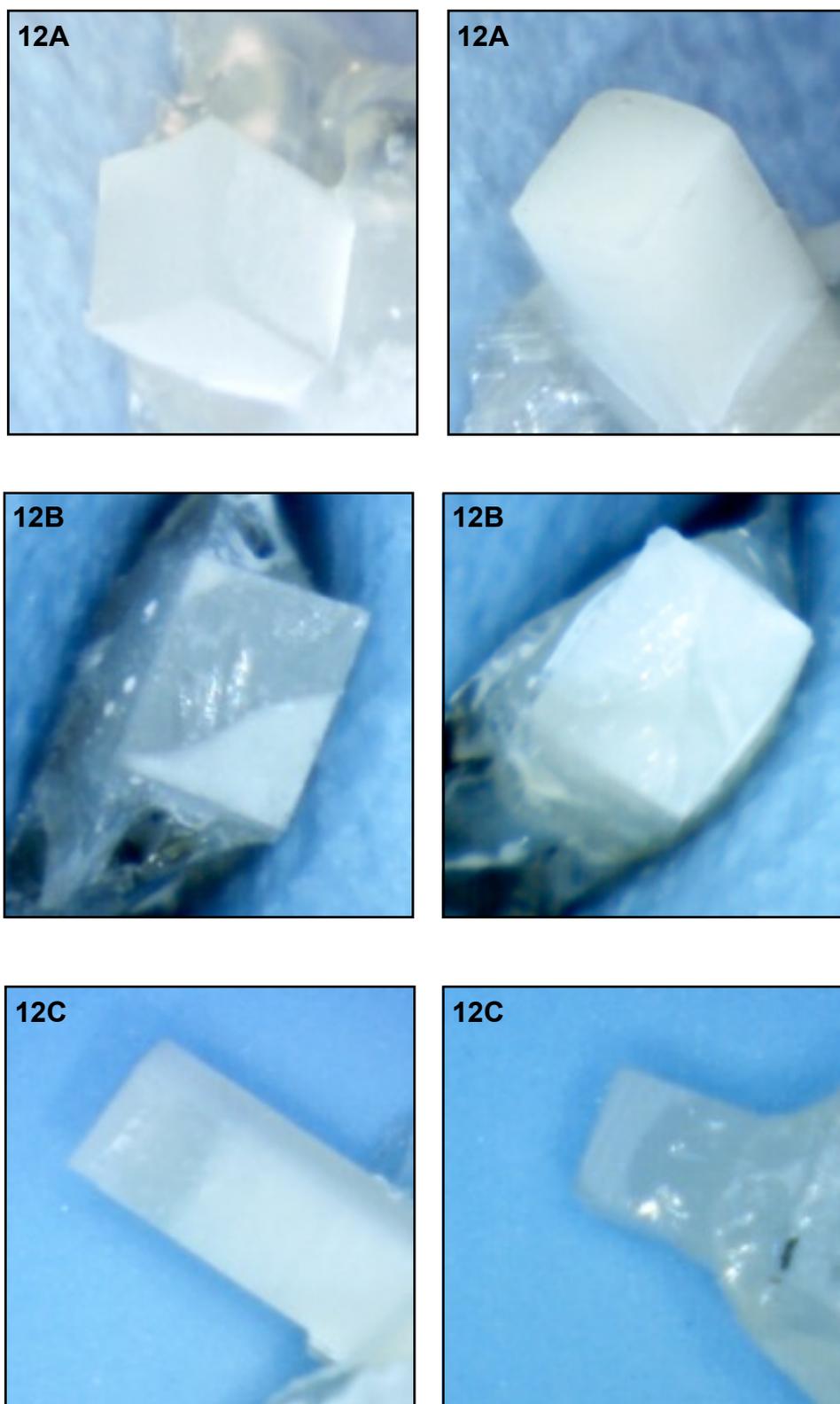
	T0 (24 horas)			T2 (2 Anos)		
	10s	20s	40s	10s	20s	40s
<b>SB</b>	A 90	A 48	A 82	A 84	A 82	A 91
	C 5	C 32	C 11	C 8	C 0	C 0
	M 5	M 20	M 7	M 8	M 18	M 9
<b>OS</b>	A 83	A 71	A 76	A 68	A 73	A 76
	C 10	C 20	C 17	C 9	C 0	C 6
	M 7	M 9	M 7	M 23	M 27	M 18
<b>OA</b>	A 76	A 57	A 86	A 100%	A 87	A 80
	C 12	C 22	C 5	C 0	C 0	C 13
	M 12	M 21	M 9	M 0	M 13	M 7
<b>SU</b>	A 84	A 82	A 72	A 91	A 80	A 73
	C 8	C 0	C 21	C 9	C 9	C 9
	M 8	M 18	M 7	M 0	M 11	M 18
<b>CSE</b>	A 82	A 84	A 86	A 69	A 75	A 100
	C 0	C 8	C 7	C 8	C 0	C 0
	M 18	M 8	M 7	M 23	M 25	M 0

\*A= Adesiva, CR= Coesiva em Resina, CD = Coesiva em Dentina e M = Mista.



O modo de falha predominante em quase todos os grupos foi a falha adesiva, que ocorre na interface adesiva. Apenas no grupo 20s testado em T0, do adesivo

Single Bond 2, menos de 50% das falhas foram adesivas (20% mistas; 32% Coesivas). (figura 12)



**Figura 12.** Análise das fraturas feitas com Microscópio Óptico Digital ProScope HR2, 50X de aumento. A: Falha Adesiva; B: Falha Mista; C: Falha Coesiva

## ANEXO B - Parecer do Comitê de Ética em Pesquisa



Universidade de Brasília  
Faculdade de Ciências da Saúde  
Comitê de Ética em Pesquisa – CEP/FS

### PROCESSO DE ANÁLISE DE PROJETO DE PESQUISA

Registro do Projeto no CEP: **055/11**

Título do Projeto: “Influência do grau de conversão dos sistemas adesivos na degradação da camada híbrida”.

Pesquisadora Responsável: Paula Costa Pinheiro Sampaio

Data de Entrada: 09/05/11

Com base na Resolução 196/96, do CNS/MS, que regulamenta a ética em pesquisa com seres humanos, o Comitê de Ética em Pesquisa com Seres Humanos da Faculdade de Ciências da Saúde da Universidade de Brasília, após análise dos aspectos éticos e do contexto técnico-científico, resolveu **APROVAR** o projeto **055/11** com o título: “Influência do grau de conversão dos sistemas adesivos na degradação da camada híbrida”, analisado na 5ª reunião ordinária realizada no dia 14 de junho de 2011.

A pesquisadora responsável fica, desde já, notificada da obrigatoriedade da apresentação de um relatório semestral e relatório final sucinto e objetivo sobre o desenvolvimento do Projeto, no prazo de 1 (um) ano a contar da presente data (item VII.13 da Resolução 196/96).

Brasília, 29 de agosto de 2011.

  
Prof. Thiago Rocha da Cunha  
Vice Coordenador do CEP-FS/UnB