

**UNIVERSIDADE ESTADUAL DE PONTA GROSSA
PRÓ-REITORIA DE PESQUISA E PÓS-GRADUAÇÃO
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO STRICTO SENSU EM ODONTOLOGIA
ÁREA DE CONCENTRAÇÃO – DENTÍSTICA RESTAURADORA**

VANIA APARECIDA OLIVEIRA QUEIROZ

**ANÁLISE DE SEQUÊNCIA ALTERNATIVA PARA RESTAURAÇÃO LAMINADA:
CIMENTO DE IONÔMERO DE VIDRO E RESINA COMPOSTA**

**PONTA GROSSA
2012**

VANIA APARECIDA OLIVEIRA QUEIROZ

**ANÁLISE DE SEQUÊNCIA ALTERNATIVA PARA RESTAURAÇÃO LAMINADA:
CIMENTO DE IONÔMERO DE VIDRO E RESINA COMPOSTA**

Tese apresentada para obtenção do título de
Doutora em Odontologia na Universidade
Estadual de Ponta Grossa, Área de
concentração em Dentística Restauradora.

Orientador: Prof. Dr. João Carlos Gomes
Co-orientadora: Profa. Dra. Osnara Maria
Mongruel Gomes

**PONTA GROSSA
2012**

Catálogo na Fonte
Elaborada pelo Setor Tratamento da Informação BICEN/UEPG

Q3a Queiroz, Vania Aparecida Oliveira
 Análise de sequência alternativa para restauração laminada: cimento
 de ionômero de vidro e resina composta/ Vania Aparecida Oliveira
 Queiroz. Ponta Grossa, 2012
 130 f., il.

 Tese (Doutorado em Odontologia – área de concentração :
 Dentística Restauradora), Universidade Estadual de Ponta Grossa.
 Orientador: Prof. Dr. João Carlos Gomes.
 Co-orientadora: Profa. Dra. Osnara Maria Mongruel Gomes.

 1. Cimento. 2. Ionômero de vidro. 3. Resina composta. 4. Adesivi-
 dade. I. Gomes, João Carlos. II. Gomes, Osnara Mongruel. III. Uni-
 versidade Estadual de Ponta Grossa. Doutorado em Odontologia. IV. T.

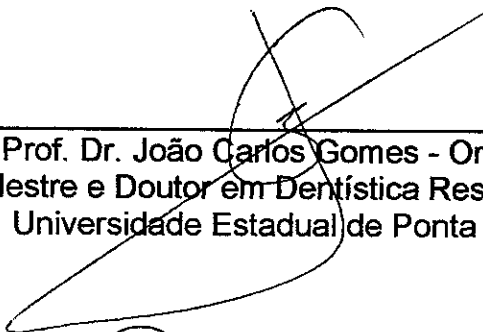
CDD: 617.6

VANIA APARECIDA OLIVEIRA QUEIROZ

**ANÁLISE DE SEQUÊNCIA ALTERNATIVA PARA RESTAURAÇÃO LAMINADA:
CIMENTO DE IONÔMERO DE VIDRO E RESINA COMPOSTA**

Tese apresentada para obtenção do título de Doutora em Odontologia na
Universidade Estadual de Ponta Grossa, Área de concentração em Dentística
Restauradora.

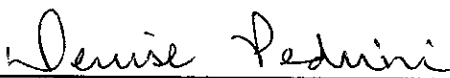
Ponta Grossa, 06 de dezembro de 2012.



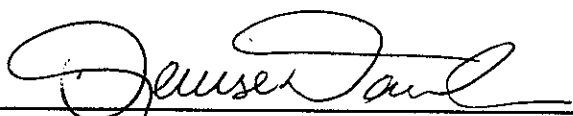
Prof. Dr. João Carlos Gomes - Orientador
Mestre e Doutor em Dentística Restauradora
Universidade Estadual de Ponta Grossa



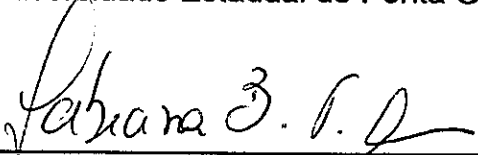
Profa. Dra. Renata Corrêa Pascotto
Mestre e Doutora em Dentística Restauradora
Universidade Estadual de Maringá



Profa. Dra. Denise Pedrini
Mestre e Doutora em Dentística Restauradora
Universidade Estadual Paulista Júlio de Mesquita Filho/UNESP



Profa. Dra. Denise Stadler Wambier
Mestre e Doutora em Odontopediatria
Universidade Estadual de Ponta Grossa



Profa. Dra. Fabiana Bucholdz Teixeira Alves
Mestre e Doutora em Odontopediatria
Universidade Estadual de Ponta Grossa

DADOS CURRICULARES

VANIA APARECIDA OLIVEIRA QUEIROZ

1979-1982	Curso de graduação em Odontologia na Universidade Estadual de Ponta Grossa
1983-1984	Curso de especialização em Dentística Restauradora pela Associação Paulista de Cirurgiões Dentistas – São Paulo-SP
1987-1988	Curso de especialização em Dentística Restauradora pela Universidade Estadual Paulista Júlio de Mesquita Filho/UNESP - Araçatuba-SP
2001-2003	Curso de Mestrado Interinstitucional pela Faculdade de Odontologia de Bauru/USP – área de concentração em Dentística Restauradora
1988-atual	Professora das disciplinas de Dentística Operatória e Dentística Restauradora da Universidade Estadual de Ponta Grossa

*Dedico este trabalho e toda minha vida aos
meus filhos amados, Juju e Bruno.*

AGRADECIMENTOS

Aos meus pais, Nica e Benedito, pelo apoio em toda minha carreira acadêmica e profissional e pelo “porto seguro” que sempre me ofereceram. Não existem palavras pelas quais eu possa expressar toda minha gratidão e todo meu amor.

Ao Prof. Dr. João Carlos Gomes e à Profa. Dra. Osnara M. M. Gomes, pelo apoio, atenção, paciência e, principalmente, pela confiança. Admiro profundamente o brilhantismo profissional desses dois seres humanos maravilhosos obstinados em fazer o crescimento profissional dos outros.

Ao Dr. Milton Domingos Michél pela participação fundamental neste trabalho na condução dos experimentos de nanoendentação, sem a qual não seria possível a execução desta pesquisa.

À Universidade Federal do Paraná, em nome do Prof. Dr. Carlos Maurício Lepienski, pela disponibilização do aparelho de nanoendentação utilizado nesta pesquisa.

À Profa. Yasmine B. E. Mendes, Profa. Giovana M. Gomes e Prof. Dr. Fábio André dos Santos pela ajuda nos momentos que mais precisei. Verdadeiro sentido de amizade, respeito pela necessidade alheia e doação.

Ao Prof. Dr. Eugênio José Garcia pela dedicação e paciência em me ensinar a trabalhar com a máquina de corte e máquina de teste de microtração e à cirurgiã dentista Cláudia V. G. Pelissari pela companhia e ajuda com o teste de microtração nos primeiros palitos desta pesquisa.

Ao Prof. Dr. Gibson Luiz Pilatti pela ajuda essencial na análise dos dados na primeira fase desta pesquisa. Meu sincero agradecimento, admiração e estima.

Especial agradecimento à banca examinadora, Profa. Dra. Denise Stadler Wambier, Profa. Dra. Fabiana Bucholdz Teixeira Alves, Profa. Dra. Renata Corrêa Pascotto, Profa. Dra. Denise Pedrini, Profa. Dra. Stella Kossatz Pereira e Prof. Dr. Márcio Grama Hoepfner, pessoas cheias de compromissos que, sem hesitação, atenderam ao meu convite e que tanto me honraram com seus nomes e suas presenças. Honra que levarei para sempre no meu coração. Agradeço pelo precioso tempo que dispensaram na difícil tarefa de entender meus propósitos aqui escritos, compreendê-los, interpretá-los e corrigi-los.

E, como não poderia deixar de ser, agradeço à Universidade Estadual de Ponta Grossa que me proporcionou a oportunidade de cursar Pós-Graduação em curso de excelência.

Tudo, aliás, é a ponta de um mistério, inclusive os fatos. Ou a ausência deles. Duvida? Quando nada acontece há um milagre que não estamos vendo.

João Guimarães Rosa

RESUMO

Queiroz, VAO. **Análise de sequência alternativa para restauração laminada: cimento de ionômero de vidro e resina composta** [tese]. Ponta Grossa: Universidade Estadual de Ponta Grossa, 2012.

Objetivo: Avaliar uma sequência alternativa para a técnica do sanduíche pela análise da resistência adesiva por microtração nas interfaces cimento de ionômero de vidro (CIV)-dentina e CIV-resina composta (RC) (aos 7 dias) e pela análise das propriedades mecânicas (dureza e módulo de elasticidade) por nanoindentação na interface CIV-RC (aos 7 dias e 24 meses). **Material e métodos:** Para isto, foram preparadas cavidades de classe I em 60 molares humanos extraídos. As cavidades foram restauradas utilizando duas sequências técnicas diferentes para o sanduíche fechado: com cimento de ionômero de vidro convencional (CIVC) (KetacTM Fil Plus/3M) e com cimento de ionômero de vidro modificado por resina (CIVMR) (VitrebondTM/3M). As técnicas foram denominadas, sequência convencional (SC) (com condicionamento superficial do CIV) e sequência alternativa (SA) (sem condicionamento superficial do CIV), e empregadas em todos os grupos de CIVMR-RC, CIVMR-dentina, CIVC-RC e CIVC-dentina. Após períodos de armazenamento, os dentes foram seccionados horizontalmente, ao longo da parede vestibular do preparo de classe I, para o teste de resistência adesiva CIV-dentina. Para análise das propriedades mecânicas e para o teste de resistência adesiva CIV-RC, os dentes foram seccionados longitudinalmente. Os espécimes destinados às análises das propriedades mecânicas foram retirados do centro das restaurações de sanduíche. Para o teste de resistência adesiva, os palitos foram alinhados e colados ao dispositivo da máquina de tração pelo método de fixação ativo e estressados em tensão (MPa). Para análise das propriedades mecânicas, os espécimes foram fixados com parafina no suporte de teste, polidos e submetidos a nanoindentação (GPa). Os testes Kruskal-Wallis, Dunn e Qui-Quadrado foram utilizados para análise dos dados ($p < 0,05$). **Resultados:** O CIVMR demonstrou maior adesão, à dentina e à RC, e o CIVC demonstrou melhores propriedades mecânicas. Quando foi utilizado o CIVMR, as duas sequências técnicas estudadas não apresentaram diferenças na resistência adesiva (à dentina e à RC) e nas propriedades mecânicas, aos 7 dias e 24 meses. Quanto à resistência adesiva CIVC-dentina e CIVC-RC, também não houve diferenças significantes entre as sequências estudadas, apesar da diferença de médias de adesão CIVC-RC entre a SC (0,96 MPa) e SA (5,78 MPa). A SC também apresentou significativa maior número de palitos deslocados espontaneamente na interface com a RC antes do teste (77,33%) que a SA (16%). A análise das propriedades mecânicas, aos 7 dias e 24 meses, demonstrou diferenças significantes entre as técnicas. Aos 7 dias, não foi possível obter valores na interface CIVC-RC na SC devido ao grau de deterioração existente enquanto a SA apresentou valores 0,42 GPa (dureza) e 7,50 GPa (módulo de elasticidade). Após 24 meses, a SA apresentou valores de dureza e módulo de elasticidade, respectivamente, 1,24 e 20,96 GPa (CIVC), e 0,40 e 7,05 GPa (interface), enquanto a SC apresentou 0,51 e 8,14 GPa (CIVC) e nenhum valor para interface. **Conclusão:** A SA apresentou-se como boa opção para a técnica laminada ou do sanduíche quando foi utilizado o CIVMR, e como a melhor opção quando foi utilizado o CIVC.

Palavras-chave: Cimentos de ionômeros de vidro. Resinas compostas. Adesividade.

ABSTRACT

Queiroz, VAO. **Alternative sequence analysis for sandwich technique: glass ionomer cement and composite resin** [tese]. Ponta Grossa: Universidade Estadual de Ponta Grossa, 2012.

Purpose: Evaluate an alternative sequence for the sandwich technique using the microtensile bond strength testing on glass-ionomer cement (GIC)-dentin and GIC-composite resin (CR) interfaces (in 7 days), and to analyze the mechanical properties (hardness and modulus of elasticity) of GIC-RC interface (in 7 days and 24 months), by the use of nano-indentation. **Methods:** For that, class I cavities were cut into 60 extracted human molars. The cavities were filled using two different sequences of closed sandwich technique with conventional glass-ionomer cement (CGIC) (KetacTM Fil Plus/3M), and resin-modified glass-ionomer cement (RMGIC) (VitrebondTM/3M). The sequences were called, convencional sequence (CS) (etching GICs surface) and alternative sequence (AS) (without etching GICs surface), and they were used in all groups RMGIC-CR, RMGIC-dentin, CGIC-CR, and CGIC-dentin. After storage period, the teeth were horizontally sectioned, along vestibular wall of the class I cavities, for the bond strength of GICs-dentin tests. For analysis of the mechanical properties and bond strength of GICs-CR, the teeth were longitudinally sectioned. The specimens intended for mechanical properties testing have been removed from the sandwich restorations center areas. For the adhesion tests, the beams were aligned, and attached to a jig employing the active gripping method and stressed in tension (MPa). For the mechanical test, the specimens were embedded, and polished, and submitted to nano-indentation (GPa). The data were analyzed by Kruskal-Wallis, Dunn, and Chi-square tests ($p < 0.05$). **Results:** The GICRM presented better adhesion to dentin and CR, and the CGIC presented better mechanical properties. When was used the RMGIC, both sequences did not present differences in adhesion (dentin and CR), and in mechanical properties (RMGIC, interface, and CR) in 7 days and 24 months. Concerning CGIC-dentin and CGIC-CR, also did not find a significant difference between both sequences, despite the adhesion means difference CGIC-CR between the CS (0.96 MPa) and AS (5.78 MPa). The CS presented a significant number of spontaneously debonded beams at interface with the CR before testing (77.33%) than AS (16%). The mechanical properties analysis of CGIC-interface-CR, in 7 days and 24 months, showed significant differences between techniques. At seven days, no GICC-RC interface data was obtained due to deteriorating condition, while AS showed 0.42 GPa (hardness) and 7.50 GPa (modulus of elasticity) values. After 24 months, AS showed hardness and modulus of elasticity, respectively, 1.24 e 20.96 GPa (CGIC), and 0.40 e 7.05 GPa (interface), while CS showed 0.51 e 8.14 GPa (CGIC) without any interface value. **Conclusion:** The AS has performed a good option for laminate or sandwich technique when RMGIC was used, and it was the best option when a CGIC was used.

Key-words: Glass ionomer cements. Composite resins. Adhesiveness.

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 1	– Posição na face oclusal, comprimento, largura e profundidade das cavidades. A e C – Dimensões para o teste de adesão CIV-resina composta; B e C – Dimensões para o teste de adesão CIV-dentina	24
Figura 2	– Quantidade de CIV e de resina composta inseridos para os testes de adesão. A, B e C – Para o teste CIV-resina composta; D, E e F – Para os testes de adesão CIV-dentina ...	26
Figura 3	– Seringa e agulha utilizadas para inserção dos CIVs. A – Aspecto inicial; B – Corte e curvatura da agulha; C – Adaptação da agulha e seringa pronta para inserção do cimento	26
Figura 4	– Fotopolimerizador e radiômetro utilizados. A – Fotopolimerizador; B – Radiômetro	28
Figura 5	– Sentido de seccionamento dos dentes. A – Cortes verticais para os testes de propriedades mecânicas e de resistência adesiva CIV-resina composta; B – Cortes horizontais para os testes de resistência adesiva CIV-dentina.....	30
Figura 6	– Alinhamento do espécime e fixação. A – Vista geral do espécime fixado ao dispositivo de microtração; B – Vista aproximada do alinhamento (interface de união em 90° ao sentido de aplicação de força) e fixação ativa do espécime	31
Figura 7	– Série de espécimes preparados para teste de microtração. A – Aspecto dos espécimes em sequência; B – Proteção dos palitos com gaze úmida até serem submetidos ao teste; C – Aspecto do palito fraturado	31
Figura 8	– Espécimes fixados e proteção da superfície com pedaços de toalha absorvente molhada para reduzir a desidratação dos CIVs durante teste de nanoendentação. A – Aspecto dos palitos no suporte de amostras; B – Palitos posicionados na máquina de nanoendentação; C – Aspecto das fatias fixadas no suporte de amostras; D – Fatias posicionadas na máquina de nanoendentação	34
Figura 9	– Imagem em microscopia eletrônica de varredura da interface adesiva e nanoendentações (indicadas pelas setas). A – Resina composta; B – Interface adesiva; C – CIV	34
Figura 10	– Aspecto dos palitos CIVC-resina composta que deslocaram na interface antes de serem levados à máquina de teste de microtração (7 dias). A – Pode-se observar na porção central da figura, que parte de alguns palitos permaneceram presos à cera pegajosa; B – Observação de vários palitos descolados; C - Visão aproximada do descolamento na interface de dois	124

	palitos, parte deles presos à cera pegajosa	
Figura 11	– Fatias de um espécime de cada grupo obtidas para o teste de nanoindentação (24 meses). A – Fatias fixadas no suporte de amostras da máquina de nanoindentação. B – Vista aproximada da interface Grupo 5 (CIVC-resina composta/Sequência Convencional) onde pode ser observada a presença de fenda entre os materiais mesmo sem auxílio de microscópio; C – Vista aproximada da interface Grupo 6 (CIVMR-resina composta/ Sequência Convencional); D - Vista aproximada da interface Grupo 7 (CIVC-resina composta/Sequência Alternativa); E - Vista aproximada da interface Grupo 8 (CIVMR-resina composta/Sequência Alternativa). Regiões de apatitação entre os materiais podem ser observadas nas figuras C, D e E	125
Figura 12	– Grupo 5 – interface CIVC-resina composta – Sequência Convencional	126
Figura 13	– Grupo 6 – interface CIVMR-resina composta – Sequência Convencional	126
Figura 14	– Grupo 7 – interface CIVC-resina composta – Sequência Alternativa	126
Figura 15	– Grupo 8 – interface CIVMR-resina composta – Sequência Alternativa	126
Figura 16	– Imagens comparativas em MEV do tamanho das partículas dos materiais utilizados 1.200x. A – Ketac TM Fil Plus; B – Vitrebond TM ; C – Filtek TM Z250	130
Figura 17	– Localização do endentador na partícula (letra A), entre partícula e matriz (letras B) e na matriz (letra C)	130
Figura 2.1	– Beams and damp gauzes during the nanoindentation experiment	86
Figura 3.1	– Tenuous line GICs-CR adhesive interface. SEM 1.200x	100
Figura 3.2	– Slabs in nanoindenter. Absorbent paper towels placed next to slabs to reduce dehydration of GICs	100
Figura 3.3	– Optical microscopy image. Specimen Group 5, CGIC-CR interface – Conventional Sequence	100
Figura 3.4	– Optical microscopy image. Specimen Group 6, RMGIC-CR interface – Conventional Sequence	100
Figura 3.5	– Optical microscopy image. Specimen Group 7, CGIC-CR interface – Alternative Sequence	100
Figura 3.6	– Optical microscopy image. Specimen Group 8, RMGIC-CR interface – Alternative Sequence	100
Gráfico 1	– Fluxograma do armazenamento dos dentes restaurados para o teste de resistência adesiva (7 dias) e testes mecânicos (7 dias e 24 meses)	31
Gráfico 2	– Dureza dos CIVs, interface e resina composta nas diferentes técnicas (7 dias)	129

Gráfico 3	– Módulo de elasticidade dos CIVs, interface e resina composta nas diferentes técnicas (7 dias)	129
Gráfico 4	– Dureza dos CIVs, interface e resina composta nas diferentes técnicas (24 meses)	129
Gráfico 5	– Módulo de elasticidade dos CIVs, interface e resina composta nas diferentes técnicas (24 meses)	129
Quadro 1	– Divisão dos grupos, testes executados e número de dentes empregados	25
Quadro 2	– Técnicas do sanduíche e sequências utilizadas	27
Quadro 3	– Materiais utilizados, composição e instruções dos fabricantes .	29

LISTA DE TABELAS

Tabela 1	– Média de resistência de união $\pm$ DP dos CIVs à dentina e à resina composta	123
Tabela 2	– Adesão dos CIVs à dentina e à resina composta. Número de palitos por grupo: esperados, testados e descolados antes do teste	123
Tabela 3	– Dureza dos CIVs, interface e resina composta nas diferentes técnicas (7 dias e 24 meses)	127
Tabela 4	– Módulo de elasticidade dos CIVs, interface e resina composta nas diferentes técnicas (7 dias e 24 meses)	128
Tabela 1.1	– Experimental groups, bond procedures, and products tested ...	62
Tabela 1.2	– Number of beams for group: expected, tested, and debonding before testing	63
Tabela 1.3	– Mean microtensile bond strength of techniques (MPa) $\pm$ SD: GICs-CR	64
Tabela 1.4	– Mean microtensile bond strength of techniques (MPa) $\pm$ SD: GICs-dentin	65
Tabela 1.5	– Mean failure for group, specimen numbers and percentage	66
Tabela 2.1	– Experimental groups, bond procedures and products tested ...	85
Tabela 2.2	– Hardness of glass-ionomer cements in different techniques	85
Tabela 2.3	– Hardness of composite resin in different techniques	85
Tabela 2.4	– Modulus of elasticity of glass-ionomer cements in different techniques	85
Tabela 2.5	– Modulus of elasticity of composite resin in different techniques	86
Tabela 3.1	– Experimental groups, bond procedures and products tested ...	98
Tabela 3.2	– Hardness of GICs, interface, and composite resin in different sequences	98
Tabela 3.3	– Modulus of elasticity of GICs, interface, and composite resin in different sequences	99

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

CIV	Cimento de ionômero de vidro
CIVs	Cimentos de ionômero de vidro
CIVC	Cimento de ionômero de vidro convencional
CIVCs	Cimentos de ionômero de vidro convencionais
CIVMR	Cimento de ionômero de vidro modificado por resina
CIVMRs	Cimentos de ionômero de vidro modificados por resina
RC	Resina composta
MEV	Microscopia eletrônica de varredura
LED	Diodo emissor de luz
DP	Desvio padrão
p	Unidade de confiabilidade estatística
mm	Unidade de comprimento: milímetro(s)
mm ²	Unidade de área: milímetro(s) quadrado(s)
mW/cm ²	Unidade de potência: miliwatts por centímetro quadrado
µm	Unidade de medida: micrometro(s)
MPa	Unidade de tensão e pressão: megapascal(is)
GPa	Unidade de tensão e pressão: gigapascal(is)
nm/s	Unidade de velocidade: nanômetro(s) por segundo
mN	Unidade de intensidade de força: milinewton(s)

LISTA DE SÍMBOLOS

x	Número de vezes (aumento)
x	Por (medida limite entre duas unidades de comprimento)
#	Designação de número
+	Mais
±	Mais ou menos
%	Por cento
°C	Unidade de temperatura: grau(s) Célsius
°	Unidade de medida de ângulos: grau(s)
α	Nível de significância estatística
<	Menor que
.º	Indicador ordinal

SUMÁRIO

1	Introdução	18
2	Proposição	24
2.1	Proposição geral	24
2.2	Proposição específica	24
3	Material e métodos	25
3.1	Obtenção dos dentes, distribuição nos grupos e tamanho da amostra	25
3.2	Preparo das cavidades	26
3.3	Procedimentos restauradores	27
3.4	Armazenamento	31
3.5	Obtenção dos espécimes para os grupos de 7 dias e 24 meses	32
3.6	Teste de microtração	33
3.7	Teste de nanindentação	35
3.8	Análise estatística	38
4	Capítulos	39
4.1	Artigo 1 – Alternative sequence analysis for sandwich technique by measuring microtensile bond strengths – dentin to glass-ionomer cement to composite resin	39
4.2	Artigo 2 – Alternative sequence evaluation for sandwich technique by nanomechanical properties analysis around glass-ionomer cement-composite resin interface	67
4.3	Artigo 3 - Alternative sequence evaluation for sandwich technique by nanomechanical properties analysis of glass-ionomer cement – interface - composite resin: 7 days and 24 months storage	87
5	Discussão	101
5.1	Resistência adesiva por microtração	103
5.2	Propriedades mecânicas por nanoindentação: dureza e módulo de elasticidade	107
5.3	Considerações finais	111
6	Conclusão	113
	Referências	114
Anexo A –	Parecer de aprovação do protocolo de pesquisa pela Comissão de Ética em Pesquisa da Universidade Estadual de Ponta Grossa	120
Anexo B –	Modelo de planilha utilizada para anotação das dimensões dos palitos destinados ao teste de resistência adesiva por microtração	121
Anexo C –	Protocolos sugeridos para a técnica laminada ou do sanduíche ...	122
Anexo D –	Resultados do teste de adesão CIVs-resina composta e CIVs-dentina (7 dias)	123

Anexo E –	Fotografias dos palitos de CIVC que deslocaram na interface antes de serem levados à máquina de teste de microtração (grupos de 7 dias)	124
Anexo F –	Fatias de um espécime de cada grupo obtidas para o teste de nanoindentação e vista aproximada das interfaces CIVs-resina composta (grupos de 24 meses)	125
Anexo G –	Microscopia ótica de um espécime de cada grupo da interface adesiva CIVs-resina composta nas fatias obtidas para o teste de nanoindentação (24 meses)	126
Anexo H –	Tabelas e gráficos dos resultados do teste de nanoindentação (7 dias e 24 meses)	127
Anexo I –	Imagens comparativas em MEV do tamanho das partículas dos CIVs e resina composta utilizados e relação com o tamanho do endentador	130

1 INTRODUÇÃO

É inquestionável o sucesso e benefícios das resinas compostas e adesivos dentinários na Odontologia. Apesar disso e da evidente evolução desses materiais, os sistemas adesivos continuam a apresentar deficiências de adesão à dentina e as resinas compostas, por sua vez, apresentam contração de polimerização, fator inerente ao material restaurador.

Existe o conceito em Odontologia, segundo o qual a adesão ao esmalte é um procedimento seguro e eficiente que garante qualidade do selamento em longo prazo, enquanto que a adesão à dentina é considerada um desafio para o clínico devido a sua imprevisibilidade. Fato verificado pela constante introdução de novos produtos no mercado odontológico e pelo grande número de trabalhos disponíveis na literatura sobre adesão à dentina.

De certa forma, a qualidade de adesão ao esmalte, para os adesivos convencionais, em termos de resistência de união, tem se mostrado semelhante com o passar dos anos (Carvalho et al.¹ 2003, Souza-Zaroni et al.² 2007). Por outro lado, apesar da evolução mencionada, existe dificuldade de obter adesão efetiva à dentina e mantê-la ao longo do tempo, tanto com os adesivos convencionais, quanto com os autocondicionantes (Monticelli et al.³ 2008, Dantas et al.⁴ 2008). A adesão em dentina é complexa. A dentina é uma estrutura dinâmica (Garberoglio, Brännström⁵ 1976, Pashley⁶ 1989, Mjör, Nordahl⁷ 1996, Hashimoto et al.⁸ 2000, Hebling et al.⁹ 2005). As diferenças estruturais, morfológicas e fisiológicas entre esmalte e dentina são grandes e desempenham papel crucial na qualidade adesiva dos materiais resinosos. Os adesivos, por sua vez, apresentam diferenças de composição, aplicação e de comportamento dentro da mesma categoria. Em suma, a Odontologia busca algo bastante difícil, que é intervir da mesma maneira, com o mesmo material adesivo, em estruturas diferentes, pretendendo-se obter os mesmos resultados tanto em esmalte como em dentina.

Apesar da estrutura dental ser considerada estável em seu estado natural, os procedimentos adesivos implicam na utilização de substâncias (ácidos, solventes, monômeros, etc) que modificam a morfologia e fisiologia do esmalte e da dentina (Carvalho et al.¹ 2003). A modificação estrutural do substrato dentinário pode acarretar remoção dos elementos protetores naturais de suas subestruturas, tornando-os susceptíveis a processos degenerativos (Hashimoto et al.⁸ 2000,

Hebling et al.⁹ 2005). Além disso, para hibridização eficiente é fundamental a técnica úmida de adesão, onde os espaços interfibrilares encontram-se repletos de água. Paradoxo estabelecido, pois a compatibilidade necessária dos sistemas adesivos atuais (convencionais e autocondicionantes), com formulações altamente hidrofílicas, para atuar em meio úmido é, ao mesmo tempo, o fator que limita sua durabilidade e conseqüentemente a união (Carvalho et al.¹ 2003). Ou seja, a água que desempenha papel fundamental na obtenção da adesão, ao mesmo tempo estabelece situações que determinam os mecanismos de degradação da interface adesiva.

Ao contrário da problemática exposta, com processo de adesão totalmente diferente dos adesivos dentinários, os cimentos de ionômero de vidro são capazes de aderir permanentemente a substratos úmidos, reativos ou polares (incluindo esmalte, dentina e bases metálicas) (McLean¹⁰ 1992). Polímeros não polares são incapazes de competir com sucesso com a água, entretanto o cimento de ionômero de vidro é um polímero altamente iônico que pode competir com êxito com a água por causa da multiplicidade de grupos carboxílicos, que podem formar fortes ligações com o hidrogênio da apatita (McLean¹¹ 1996). Um bom contato interfacial é importante para a adesão do material e, a adesão ao esmalte e dentina pode ser melhorada se a superfície do substrato for primeiramente limpa com agentes ácidos que os expõem (Powis, Folleras, Merson¹² 1982, Wilson, McLean¹³ 1988), porém esta limpeza não requer descalcificação ou qualquer modificação estrutural dos substratos dentais. Sendo assim, mesmo com o desenvolvimento dos adesivos dentinários, os cimentos de ionômero de vidro permanecem como alternativa confiável de material adesivo à dentina, tanto por sua natureza hidrofílica e adesão química às estruturas dentais, quanto pela liberação de flúor. Conclusão que continua sendo suportada na atualidade (Koubi et al.¹⁴ 2009).

McLean, Wilson¹⁵ (1977) descreveram a técnica laminada ou do sanduíche onde o cimento de ionômero de vidro é utilizado como substituto da dentina e a resina composta como substituta do esmalte, ou seja, dois materiais diferentes em duas estruturas diferentes, aproveitando-se ao máximo as qualidades particulares de cada material e a boa interação entre eles. Este tipo de restauração apresenta-se como procedimento seguro em muitos casos onde são indicadas resinas compostas e vem sendo utilizado com sucesso há anos, apresentando resultados favoráveis em estudos clínicos conduzidos no decorrer do tempo, em

situações críticas como: restaurações de classe II (Knibbs¹⁶ 1992, van Dijken et al.¹⁷ 1999, Andersson-Wenckert et al.¹⁸ 2004) e de classe V (Neo, Chew¹⁹ 1996, Francisconi et al.²⁰ 2009), restaurações extensas em pacientes de risco (van Dijken et al.¹⁷ 1999, Andersson-Wenckert et al.¹⁸ 2004) e em odontopediatria (Cannon²¹ 2003, Atieh²² 2008), apresentando poucos resultados desfavoráveis (Opdam et al.²³ 2007). A proposta desse tipo de restauração também passa a ser muito útil por causa dos conceitos de odontologia minimamente invasiva, onde a abertura cavitária é estreita e existe a possibilidade de permanecer tecido dentinário desmineralizado, relativamente estéril e com trama de colágeno íntegra passível de remineralização. Para restauração dessas cavidades ultraconservadoras é essencial que o material possa ser injetado, que escoe pelas paredes internas do preparo cavitário e que tenha presa química, pois o processo de cura fotopolimerizável pode ser reduzido em muitas partes dessas cavidades, e os CIVs são capazes de atender a esta expectativa.

No protocolo proposto por McLean, Wilson¹⁵ 1977, é utilizado CIVC de presa rápida, tempo de espera de 3 a 4 minutos para geleificação inicial do material, seguido do condicionamento com ácido fosfórico 37% em toda superfície do cimento e margens de esmalte, para posterior aplicação do adesivo e inserção da resina composta. Porém os problemas relacionados às restaurações do sanduíche residem nas transgressões da técnica original. Atualmente nem sempre são utilizados cimentos de presa rápida e nem toda dentina é substituída, mas sim utilizado qualquer classe de cimento como “liners” em espessuras muito finas. Segundo os idealizadores desta técnica restauradora (McLean, Wilson¹⁵ 1977), o sucesso clínico está diretamente relacionado com a espessura do cimento e o uso de pequenas espessuras é desaprovado, uma vez que o cimento pode ser destruído pelos procedimentos de condicionamento ácido ou pela contração de polimerização da resina composta.

A sensibilidade aos passos necessários ao condicionamento ácido, se deve ao fato desse material ser sensível ao ganho e perda de água enquanto está em processo de presa e endurecimento. Esta vulnerabilidade ocorre quando os íons Ca^{2+} e Al^{3+} do vidro são transferidos para o poliácido. Se a água entrar em contato com a superfície do material antes do endurecimento, esses íons serão eluídos e consequentemente perdidos (Wilson, McLean¹³ 1988, Mount²⁴ 1990, McLean²⁵ 1992). Por outro lado, se a água que faz parte da estrutura do cimento for perdida

pelo processo de desidratação, haverá desorganização da estrutura e alteração da reação de presa do cimento (Wilson, McLean¹³ 1988, McLean²⁵ 1992). Ambas as situações causarão danos permanentes e para preveni-los, o material recentemente aplicado deverá ser protegido (Wilson, McLean¹³ 1988, Mount²⁶ 1996).

Pelas razões anteriores nota-se que é importante ao cimento não perder água necessária a sua reação de presa e, ao mesmo tempo, não receber água do meio externo. Em termos básicos, existe um equilíbrio crítico na quantidade de água necessária para formação do cimento. Segundo Mount²⁶ 1996, o equilíbrio de água é provavelmente o problema mais importante e menos compreendido nesse grupo de materiais.

Os cimentos de ionômero de vidro modificados por resina são menos sensíveis neste aspecto (McLean²⁵ 1992). Porém, na literatura, existe certa divergência de opinião quanto a estes materiais. Exemplo disso é a opinião de um conceituado pesquisador (Mount²⁶ 1996) que explica que a reação ácido-base original desses cimentos parece continuar sem interrupções e que o componente de resina exerce ação protetora sobre o cimento quanto à perda precoce e incorporação adicional de água. Já em pesquisa mais recente, o mesmo autor (Mount²⁷ 2002) recomenda que seria melhor proteger este tipo de cimento também. É importante considerar que após polimerizados, esses cimentos apresentam monômeros livres em sua superfície suficientes para obter uma união química com a resina composta (Kerby, Knobloch²⁸ 1992, Zanata et al.²⁹ 1997). Esta união puramente química entre CIVMR e resina composta foi estudada por Farah et al.³⁰ (1998) que encontraram valores de 4,92 MPa em teste de cisalhamento.

Assim, parece oportuno não expor o cimento recém inserido aos procedimentos de condicionamento ácido (ácido fosfórico + lavagem + secagem), procedimentos que podem alterar o equilíbrio hídrico dos cimentos convencionais ou a camada de oxidação dos cimentos modificados por resina. Com este propósito, vários autores (McLean¹⁰ 1992, McLean²⁵ 1992, Knight³¹ 1994, Pinheiro et al.³² 2003, Knight et al.³³ 2006) já sugeriram alterações na sequência e/ou em materiais inicialmente preconizados, como também já foi sugerida a utilização de primer e adesivo autocondicionantes (Gopikrishna et al.³⁴ 2009). Como o desempenho de materiais autocondicionantes é bastante divergente dentro da mesma categoria (Souza-Zaroni et al.² 2007, De Goes et al.³⁵ 2008) e ainda são superados pelos adesivos convencionais em esmalte (Monticelli et al.³ 2008; Sánchez-Ayala³⁶ 2008),

a alteração na sequência da técnica, onde não se condiciona a superfície do cimento, parece bastante propícia e é proposta neste trabalho.

Para análise da técnica a ser investigada optou-se pelos testes de resistência adesiva por microtração e testes mecânicos, dureza e módulo de elasticidade, por nanoendentação pelos seguintes motivos: (1) a adesão é um dos indicadores da efetividade dos materiais (Platt³⁷ 2010) e, particularmente, no caso da restauração do sanduíche, esta deve ser uma restauração monolítica (Mount²⁶ 1996), ou seja, deve se comportar como um conjunto indivisível, homogêneo e impenetrável frente aos esforços mastigatórios, tornando a adesão de particular interesse nesse caso. Segundo Platt³⁷ (2010), por muitos anos os testes de adesão tem estado na linha de frente das pesquisas *in vitro* para avaliação do sucesso da interface adesiva, com muitos trabalhos direcionados para avaliações de microtração. Porém, segundo o mesmo autor (Platt³⁷ 2010), os valores obtidos pelos testes de microtração dependem de muitos outros fatores além da adesão em si, ele diz que os valores reportados por este tipo de teste são resultantes de um sistema complexo (tipo de preparo, corte e geometria dos palitos, direção e intensidade de força aplicada, etc.), que a interpretação dos dados revela-se particularmente desafiadora, e que uma compreensiva descrição dos materiais e métodos, tão detalhada quanto possível, deve ser incluída no trabalho, além do que, é imperativo explorar o modo de fratura. Tópicos explorados nessa pesquisa; (2) quanto aos testes mecânicos, o conhecimento da dureza e módulo de elasticidade dos materiais é muito importante na Odontologia Restauradora. O módulo de elasticidade é um parâmetro mecânico que proporciona uma medida da rigidez de um material sólido. É um parâmetro fundamental para a aplicação de materiais pois está associado com a descrição de várias outras propriedades mecânicas importantes em Odontologia, como por exemplo, a tensão de escoamento, a tensão de ruptura e a variação de temperatura crítica para a propagação de trincas sob a ação de choque térmico. A dureza é a propriedade característica de material sólido; ela expressa a resistência do material a deformações permanentes e está diretamente relacionada à força de ligação dos átomos. Particularmente interessante para avaliar a resistência ao desgaste, que não é o foco dessa pesquisa, a dureza está relacionada com o grau de endurecimento superficial e com a resistência mecânica geral dos materiais, e isso é fundamental para este estudo, uma vez que as características mecânicas de superfície responderão como um todo na interface adesiva.

Assim, o teste de nanoindentação foi selecionado, pois, segundo Ebenstein, Pruitt³⁸ 2006, possibilita mensurações das propriedades mecânicas de elementos microestruturais de compósitos e amostras heterogêneas, mapeando as propriedades mecânicas na superfície da amostra. A nanoindentação também parece bastante promissora para estudo de materiais compostos como os cimentos de ionômero de vidro, desde que seja controlada a umidade do ambiente durante os testes.

Nesta pesquisa, a nanoindentação foi utilizada pela primeira vez nesta categoria de cimentos, bem como pela primeira vez foi realizado teste de resistência adesiva por microtração de CIVs à resina composta.

2 PROPOSIÇÃO

2.1 PROPOSIÇÃO GERAL

Avaliar *in vitro* uma sequência alternativa para restauração laminada ou do sanduíche pela análise da qualidade da interface adesiva do CIVC e do CIVMR com a dentina e com a resina composta.

2.2 PROPOSIÇÃO ESPECÍFICA

1. Análise da interface CIVC-resina composta e CIVMR-resina composta pelo teste de resistência adesiva por microtração (7dias).
2. Análise da interface CIVC-dentina e CIVMR-dentina pelo teste de resistência adesiva por microtração (7 dias).
3. Análise das propriedades mecânicas (dureza e módulo de elasticidade) na área de adesão CIVC-resina composta e CIVMR-resina composta pelo teste de nanoindentação em duas ocasiões: 7 dias e 24 meses.

3 MATERIAL E MÉTODOS

3.1 OBTENÇÃO DOS DENTES, DISTRIBUIÇÃO NOS GRUPOS E TAMANHO DA AMOSTRA

Para execução desta pesquisa *in vitro* foram utilizados 60 terceiros molares hígidos, cedidos pelo Banco de Dentes Humanos da Universidade Estadual de Ponta Grossa, após aprovação do projeto pela Comissão de Ética em Pesquisa da Universidade Estadual de Ponta Grossa COEP-UEPG, parecer nº 08/2010, protocolo 16123/09 (Anexo A). Os molares foram selecionados e inspecionados com lente 3,5x para assegurar ausência de lesões cariosas e de trincas devido à extração. A limpeza e armazenamento dos dentes, até ocasião da pesquisa, foram feitos pelo próprio Banco de Dentes (armazenamento em água deslilada à 4°C).

A divisão dos grupos, os testes executados e o número de dentes empregados são descritos a seguir e estão especificados no Quadro 1. Os dentes foram distribuídos aleatoriamente em quatro grupos de dez dentes para os testes de adesão dos CIVs em resina composta e dos CIVs em dentina para grupos de 7 dias, e em quatro grupos de cinco dentes para os testes mecânicos de nanoindentação da área de adesão dos CIVs à resina composta para o grupo de 24 meses. Cada grupo de dez dentes (grupos de 7 dias) foi aleatoriamente dividido em dois subgrupos de cinco dentes.

Quadro 1 – Divisão dos grupos, testes executados e número de dentes empregados

Grupos	Técnicas	Testes	CIVs	Interfaces de união testadas	Número de dentes
G1 (7dias)	Sequência convencional	Resistência adesiva e Propriedades mecânicas <i>(dureza e módulo de elasticidade)</i>	CIVC	KF- Z250	5
G2 (7dias)				CIVMR	KF-dentina
G3 (7dias)			CIVC		VB- Z250
				KF-dentina	5
G4 (7dias)	Sequência alternativa	CIVMR	VB- Z250	5	
			VB-dentina	5	
G5 (24 meses)	Sequência convencional	Propriedades mecânicas <i>(dureza e módulo de elasticidade)</i>	CIVC	KF- Z250	5
G6 (24 meses)			CIVMR	VB- Z250	5
G7 (24 meses)	Sequência alternativa		CIVC	KF- Z250	5
G8 (24 meses)			CIVMR	VB- Z250	5

Nota: Abreviaturas utilizadas. KF (Ketac™ Fil Plus); VB (Vitrebond™); Z250 (Filtek™ Z250).

Para o ensaio de resistência adesiva à dentina foram esperados 10 palitos por dente (50 por grupo) e para o ensaio de resistência adesiva à resina composta foram esperados 15 palitos por dente (75 por grupo). O cálculo da amostra teve por base os trabalhos de Ekworapoj et al.³⁹ 2007 e Choi et al.⁴⁰ 2006 que envolviam microtração em cimentos de ionômero de vidro convencionais e dentina e utilizaram 20 e 27 palitos para cada grupo, oriundos de 2 e 3 dentes, respectivamente.

Para os testes de propriedades mecânicas por nanoindentação cada espécime recebeu de 15 a 18 leituras: 75 a 90 leituras por grupo de sete dias e 75 a 90 leituras por grupo de 24 meses. A amostra não teve por base a literatura por ser o primeiro trabalho de nanoindentação em CIV.

3.2 PREPARO DAS CAVIDADES

Antes dos procedimentos de preparo cavitário e restauração, os dentes foram limpos com pedra pomes e água e lavados abundantemente para remoção de eventuais resíduos. Dois tamanhos de cavidades oclusais foram preparadas para cada grupo: (1) quarenta dentes com cavidades centralizadas na face oclusal, para o teste de adesão CIV-resina composta e testes mecânicos (6mm de comprimento x 4mm de largura x 4mm de profundidade em dentina) (Figuras 1-A e 1-C); e (2) vinte dentes com cavidades deslocadas ligeiramente para porção lingual da face oclusal, para os testes de adesão CIV-parede vestibular de dentina (6mm de comprimento x 3mm de largura x 4mm de profundidade em dentina) (Figuras 1-B e 1-C).

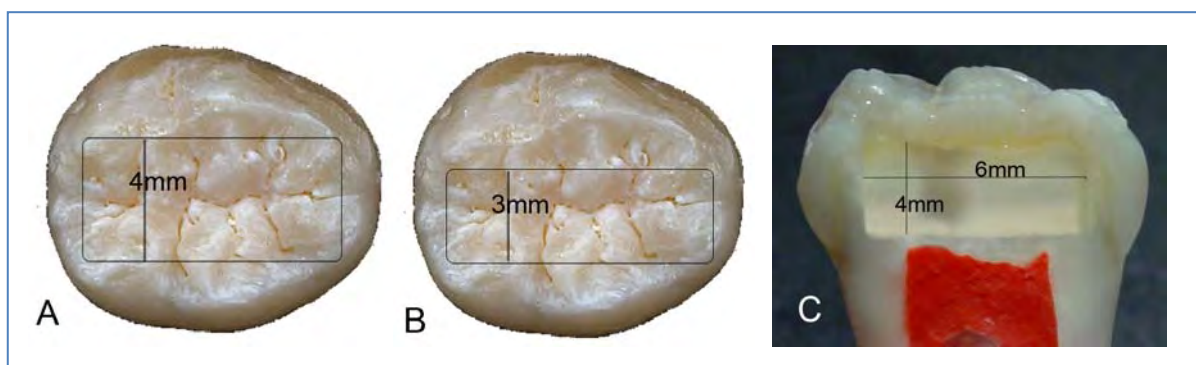


Figura 1 – Posição na face oclusal, comprimento, largura e profundidade das cavidades. A e C – Dimensões para o teste de adesão CIV-resina composta e teste de nanoindentação; B e C – Dimensões para o teste de adesão CIV-dentina

As cavidades foram preparadas com ponta diamantada cilíndrica #1141 (KGSorensen, São Paulo, Brasil) em alta rotação sob copiosa refrigeração. A ponta diamantada foi substituída a cada cinco preparos tendo em vista seu desgaste. No caso de exposições pulpares, estas foram seladas com resina composta. O acabamento das paredes laterais da cavidade foi executado com instrumento cortante manual duplo cinzel/enxada (SSWhite/Duflex, Rio de Janeiro, Brasil, fórmulas 10/4/8 e 10/4/14).

3.3 PROCEDIMENTOS RESTAURADORES

Nesse estudo foram utilizados um CIVC (Ketac™ Fil Plus/3M ESPE) e um CIVMR (Vitrebond™/3M ESPE) em duas sequências de sanduíche fechado: com condicionamento e sem condicionamento da superfície dos CIVs (Quadro 2).

Quadro 2 – Técnicas do sanduíche e sequências utilizadas

Grupos	Técnicas	Sequências
G1 e G5	Sequência convencional	Cond D + KF + Cond E/CIV + SB + Z250
G2 e G6		Cond D + VB + Cond E/CIV + SB + Z250
G3 e G7	Sequência alternativa	Cond D + Cond E + KF + SB + Z250
G4 e G8		Cond D + Cond E + VB + SB + Z250

Notas: Cond D (Condicionamento de dentina); Cond E (Condicionamento de esmalte); Cond E/CIV (Condicionamento de esmalte e CIV); KF (Ketac™ Fil Plus); VB (Vitrebond™); SB (Sistema adesivo Adper™ Single Bond 2); Z250 (Filtek™ Z250).

(1) Sequência convencional (com condicionamento ácido na superfície do CIV): condicionamento ácido ativo da dentina com ácido poliacrílico 11,5% durante 10 segundos (Vidrion Condicionador de Dentina/S.S.White), lavagem abundante por 30 segundos e secagem até obtenção de superfície seca, porém não desidratada; inserção do CIV em toda porção de dentina até altura do limite amelo dentinário (Figuras 2-C e 2-F), com seringa de insulina (Medinject 1 ml - Med Goldman Indústria e Comércio Ltda, Brasil) e agulha hipodérmica 1,20 X 40mm (BD PrecisionGlide™) previamente cortada e curvada (Figuras 3-A, 3-B e 3-C), o CIVMR foi inserido em duas porções de 2mm de espessura e fotopolimerizado por 30 segundos cada camada, o CIVC foi inserido em porção única e aguardado tempo

de espera de 7 minutos desde o início da mistura; condicionamento das margens de esmalte e superfície do CIV com ácido fosfórico 37% durante 30 segundos (Condac 37/FGM), lavagem abundante por 30 segundos e secagem; aplicação do adesivo (Adper™ Single Bond 2/3M ESPE) em toda superfície do CIV e paredes de esmalte e fotopolimerização por 10 segundos; e inserção incremental da resina composta (Filtek™ Z250/3M ESPE) com tempo de fotopolimerização de 40 segundos para cada incremento. Foram inseridos aproximadamente 3mm de resina composta sobre a superfície do CIV para os testes de adesão CIV-resina composta (Figuras 2-A, 2-B e 2-C). Para os testes de adesão CIV-dentina, a resina composta foi inserida até as margens cavitárias (Figuras 2-D, 2-E e 2-F).

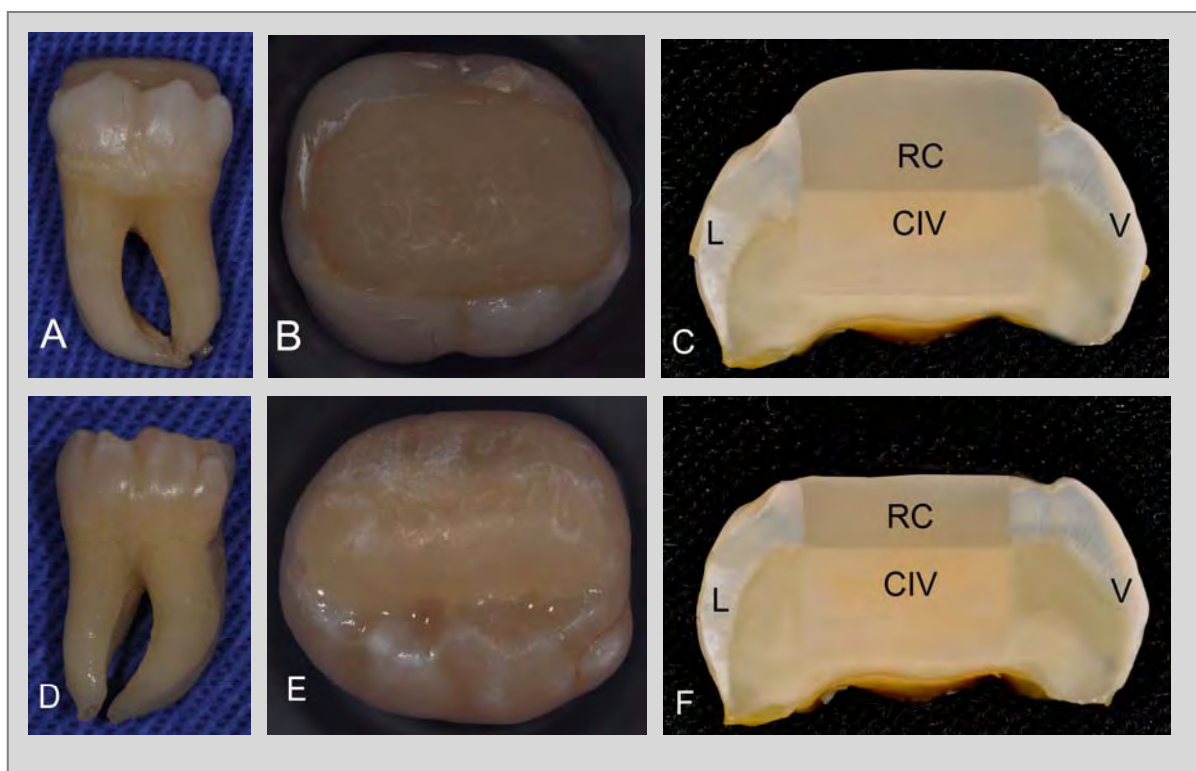


Figura 2 – Quantidade de CIV e de resina composta inseridos para os testes de adesão. A, B e C – Para o teste CIV-resina composta; D, E e F – Para os testes de adesão CIV-dentina

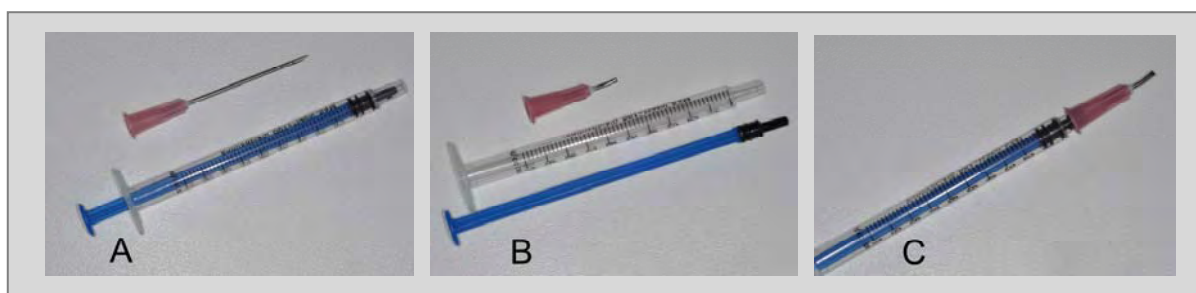


Figura 3 – Seringa e agulha utilizadas para inserção dos CIVs. A – Aspecto inicial; B – Corte e curvatura da agulha; C – Adaptação da agulha e seringa pronta para inserção do cimento

(2) Sequência alternativa (sem condicionamento ácido na superfície do CIV): todos os passos da sequência convencional foram executados da mesma maneira que foi descrita anteriormente, porém com alteração na sequência conforme exposto no Quadro 2. Nesta técnica, o condicionamento do esmalte com ácido fosfórico foi feito antes da inserção dos CIVs e o adesivo foi aplicado assim que o CIVMR foi fotopolimerizado ou assim que o CIVC inserido perdeu o brilho na superfície, sem aguardar 7 minutos desde o início de sua mistura.

Os CIVs e adesivo foram aplicados conforme as instruções dos fabricantes. Os fabricantes, composição e instruções dos materiais utilizados podem ser vistos no Quadro 3. Todos os procedimentos foram executados em temperatura ambiente à $23^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ e pelo mesmo operador usando lente 3,5x.

Quadro 3 – Materiais utilizados, composição e instruções dos fabricantes

(continua)

Materiais/Fabricantes	Composição	Instruções do fabricante
Ketac™ Fil Plus 3M ESPE/AGD-82229 Seefeld - Alemanha	Pó – vidro de fluorsilicato de alumínio lantânio e estrôncio, vidro de fluorsilicato de alumínio e cálcio e pigmentos. Líquido – água, copolímero de ácido acrílico e maleico, ácido tartárico e ácido benzóico.	Agitar o frasco de pó; dosar pó e líquido (1 colher de pó e 1 gota de líquido vertido na vertical); incorporar o pó ao líquido em 2 porções e manipular até obter consistência homogênea; inserir na cavidade. Tempo de mistura: 1 min Tempo de aplicação (incluindo tempo de mistura): 2 min Tempo de presa desde início da mistura: 7 min
Vitrebond™ Liner/Base 3M/USA St. Paul, MN 55144-1000	Pó – vidro de fluoroaluminossilicato (fusão da SiO_2 , AlF_3 , ZnO , SrO , criolita, NH_4F , MgO e P_2O_5) e fotoiniciador. Líquido – ácido poliacrílico modificado com grupos metacrilatos, HEMA, água e fotoiniciador.	Agitar o frasco do pó; dosar pó e líquido (1 colher de pó e 1 gota de líquido vertido na vertical); misturar rapidamente por 10 a 15 seg. em pequena área da placa de vidro (cerca de 2,5 cm); inserir na cavidade. Tempo de trabalho desde início da mistura: 2min 40seg. Tempo de fotopolimerização: 30 seg para cada 2mm de material.

Quadro 3 – Materiais utilizados, composição e instruções dos fabricantes

(conclusão)

Materiais/Fabricantes	Composição	Instruções do fabricante
Adper™ Single Bond 2 3M ESPE 3M Company, Irvine, CA92714 USA/St. Paul, MN55144 USA	Fase orgânica - BisGMA, HEMA, dimetacrilatos, etanol, água, sistema fotoiniciador, copolímero funcional de metacrilato de ácidos poliacrílico e poliacenóico. Carga inorgânica (representa 10% em peso) - nanopartículas de sílica de 5nm de diâmetro em suspensão coloidal.	Aplicar duas camadas consecutivas de adesivo. Aplicar o pincel saturado de material agitando-o gentilmente na superfície por 15 seg; secar gentilmente com jato de ar por 5 seg; fotopolimerizar por 10 seg.
Filtek™ Z250 3M ESPE 3M Company, Irvine, CA92714 USA/St. Paul, MN55144 USA	Fase orgânica - Bis-GMA, UDMA, Bis-EMA e metacrilatos. Carga inorgânica (representa 60% em volume) - partículas de zirconia/sílica 0,01 a 3,5µm com tamanho médio de 0,6µm.	-
Vidrion Condicionador de Dentina S.S.White, S.S.White Artigos Dentários Ltda, Rio de Janeiro, Brasil	Ácido poliacrílico, glicerina, álcool anidro, éter monometílico de hidroquinona e água destilada.	-
Condac 37 FGM, Dentscare Ltda, Joinville, Santa Catarina, Brasil	Ácido fosfórico 37%, espessante, corante e água deionizada.	-

A unidade fotopolimerizadora empregada foi um aparelho de LED (L.E.Demetron - Kerr Corporation, USA) (Figura 4-A). A potência foi monitorada periodicamente durante o experimento com radiômetro (LED Radiometer - Kerr Corporation, USA) (Figura 4-B) e uma intensidade mínima de 600 mW/cm² foi requerida para fotopolimerização do adesivo, CIVMR e da resina composta.

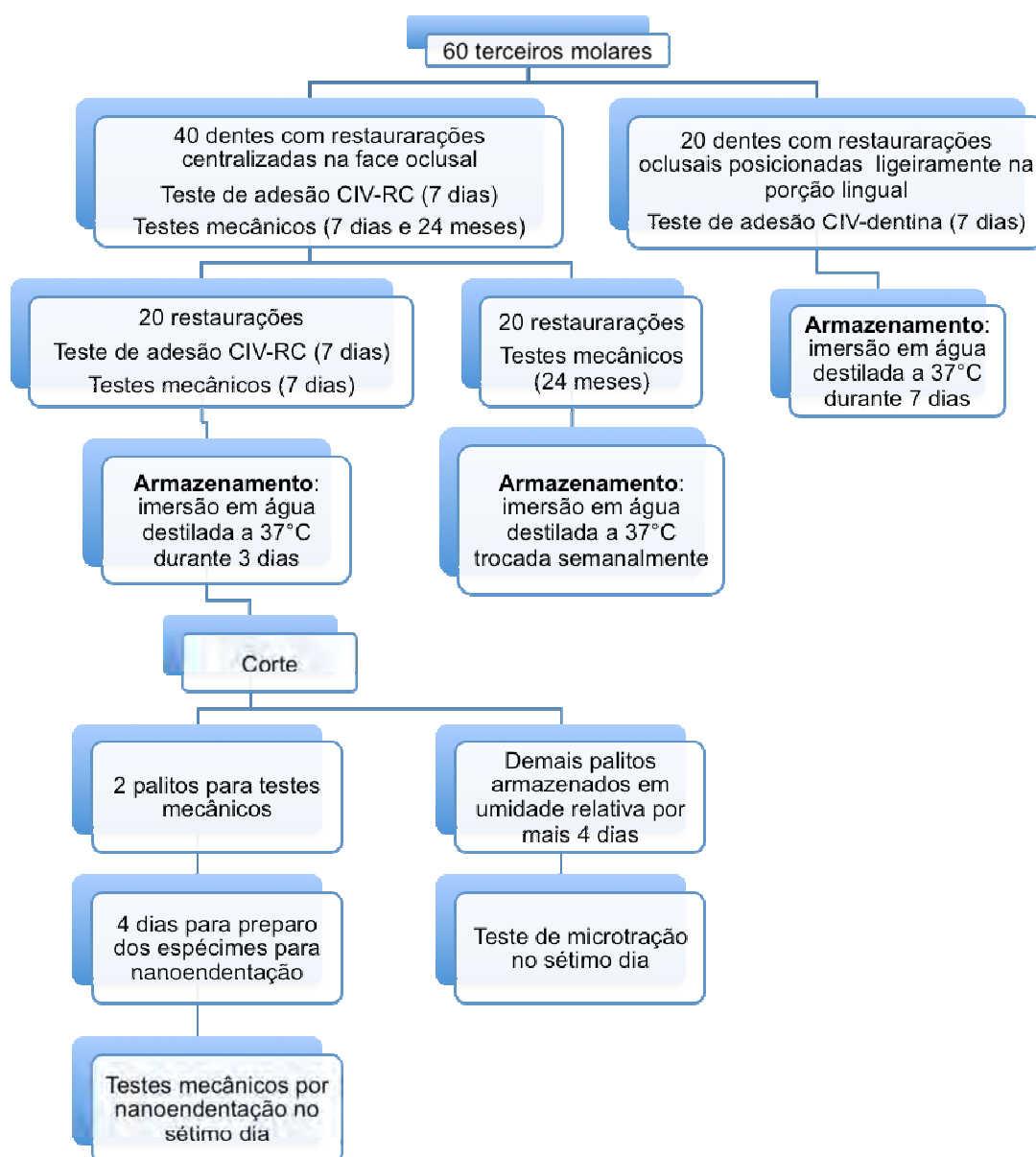


Figura 4 – Fotopolimerizador e radiômetro utilizados. A – Fotopolimerizador; B – Radiômetro

3.4 ARMAZENAMENTO

Para facilitar o entendimento, o armazenamento dos dentes restaurados para os teste de resistência adesiva por microtração (7 dias) e para a análise das propriedades mecânicas pelo teste de nanoendentação (7 dias e 24 meses) está especificado no Gráfico 1.

Gráfico 1 – Fluxograma do armazenamento dos dentes restaurados para o teste de resistência adesiva (7 dias) e testes mecânicos (7 dias e 24 meses)



Convencionou-se o prazo de 7 dias para os primeiros testes para possibilitar os testes de adesão CIV-resina composta e nanoendentação nos

mesmos dentes e mesmas restaurações, pois para o teste de nanoindentação são requeridos 4 dias para preparo dos espécimes e teste: 1º dia - obtenção dos palitos; 2º dia - fixação no suporte de amostras; 3º dia - polimento e 4º dia - teste de nanoindentação propriamente dito. Assim, os dentes restaurados foram armazenados imersos em água destilada por 3 dias a 37°C antes de serem submetidos aos cortes e início do preparo dos espécimes para nanoindentação. O restante dos palitos, destinados aos testes de adesão CIV-resina composta dos grupos de 7 dias, permaneceram em umidade relativa a 37°C por mais 4 dias até o teste. Umidade relativa porque as melhores condições de cura para os CIVs se desenvolvem em ambiente com alta umidade, 80% de umidade relativa, porém não molhado (Wilson, McLean¹³ 1988). Quanto aos dentes restaurados destinados aos testes de adesão CIV-dentina, estes permaneceram armazenados imersos em água destilada por 7 dias consecutivos a 37°C até os cortes.

Para os grupos de 24 meses, os dentes restaurados permaneceram imersos em água destilada a 37°C trocada semanalmente.

3.5 OBTENÇÃO DOS ESPÉCIMES PARA OS GRUPOS DE 7 DIAS E 24 MESES

Após o período de armazenamento, as raízes dos dentes foram removidas com ponta diamantada em alta rotação sob refrigeração aproximadamente 2mm abaixo da junção cimento esmalte. A polpa necrótica foi removida com escavadores de dentina e as câmaras pulpares preenchidas com resina composta antes da fixação dos dentes no dispositivo de fixação da máquina de corte (IsoMet 1000 Precision Saw – Buehler, Illinois, EUA) com cera pegajosa (Cerafix - Ind. e Com. de Artigos Odontológicos Ltda Me, São Paulo, Brasil). As restaurações foram delimitadas com grafite para melhor visualização e facilitar os cortes. Então os dentes foram seccionados em fatias e depois em palitos com área de aproximadamente 1mm² (Buehler IsoMet Diamond Wafering Blades/15HC/11-10066/76mm x 0,02mm). Após cada corte fazia-se a fixação externa com a cera pegajosa para prevenir vibração dos espécimes. Pode-se observar nas Figuras 5-A e 5-B que os dentes foram seccionados no sentido longitudinal, ao longo da restauração na face oclusal, para os testes de resistência adesiva CIV-resina composta e que os dentes foram seccionados no sentido horizontal, ao longo da

parede vestibular, para os testes de resistência adesiva em parede lateral de dentina. Dois palitos (CIV-resina composta) de cada dente foram destinados aos testes de nanoindentação para os grupos de sete dias.

Após dois anos de armazenamento, seguiu-se toda sequência anterior até obtenção das fatias para análise das propriedades mecânicas dos grupos de 24 meses. As fatias foram obtidas no sentido longitudinal, como mostra o exemplo na Figura 5-A e retiradas do centro da restauração.

Durante esta e todas as outras etapas da pesquisa tomou-se o máximo cuidado para evitar desidratação dos CIVs, cuidados que são especificados a seguir em cada fase dos testes.

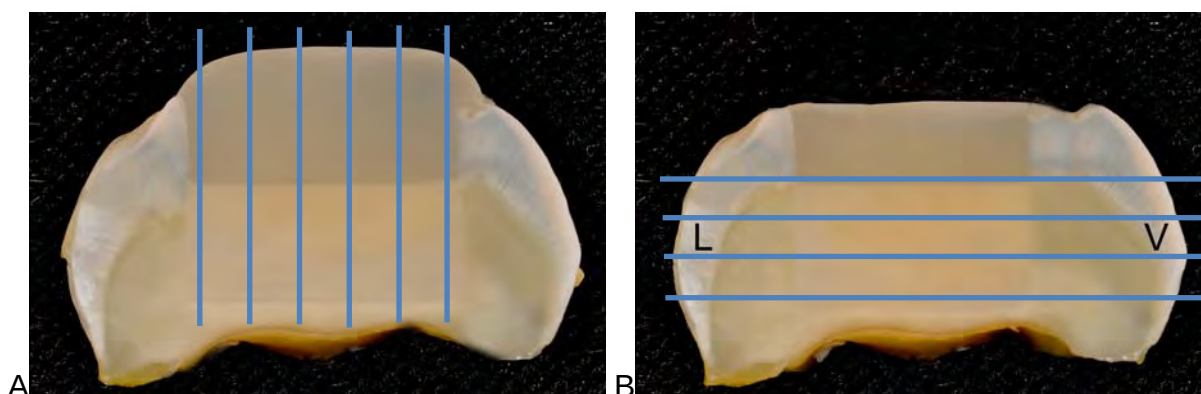


Figura 5 – Sentido de seccionamento dos dentes. A – Cortes longitudinais para os testes de propriedades mecânicas e de resistência adesiva CIV-resina composta; B – Cortes horizontais para os testes de resistência adesiva CIV-dentina

3.6 TESTE DE MICROTRAÇÃO

As dimensões de cada palito foram mensuradas com paquímetro digital (DIGIMESS, Digimess Instrumentos de Precisão Ltda) e anotadas em planilha (Anexo B), dimensões estas que são utilizadas para obtenção dos valores de resistência de união em megapascal. Durante o procedimento anterior, com exceção do que estava sendo examinado, os palitos foram enfileirados em bandeja inoxidável e cobertos com toalha de papel umedecida em água a fim de serem mantidos hidratados.

Cada palito foi devidamente alinhado (interface de união em 90° ao sentido de aplicação de força) e fixado ao dispositivo de microtração pelo método de fixação ativo (adesivo de cianocrilato - BondGel, Pegamil, Anaerobicos S.A.,

Argentina) com proporções uniformes de superfícies livres, superfícies aderidas ao dispositivo e quantidade de adesivo conforme apresentado nas Figuras 6-A e 6-B.

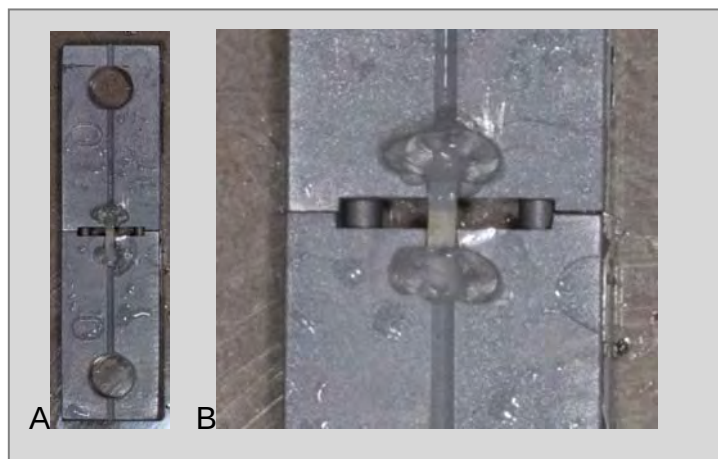


Figura 6 – Alinhamento do espécime e fixação. A – Vista geral do espécime fixado ao dispositivo de microtração; B – Vista aproximada do alinhamento (interface de união em 90° ao sentido de aplicação de força) e fixação ativa do espécime

Imediatamente após fixação, foi feita a cobertura da superfície da interface de união e do CIV de cada palito com vaselina para evitar a desidratação do cimento durante o teste de microtração. Além disso, todos os palitos, exceto o que estava sendo testado, permaneciam protegidos por gaze úmida (Figuras 7-A e 7-B).

Os palitos foram submetidos ao teste de tensão na máquina de ensaio (Kratos, model K500/2000, Kratos, São Paulo, SP, Brazil) em velocidade de 1 mm/min até a falha (Figura 7-C).



Figura 7 – Série de espécimes preparados para teste de microtração. A – Aspecto dos espécimes em sequência; B – Proteção dos palitos com gaze úmida até serem submetidos ao teste; C – Aspecto do palito fraturado

As superfícies fraturadas de cada palito foram examinadas em lupa

estereoscópica (Lambda LEB-3 – ATTO InstrumentsCo. Hong Kong) com aumento 1.5 para avaliar o modo de falha. As fraturas foram classificadas em fraturas de interface (aquelas que ocorreram aparentemente entre CIV e dentina ou aparentemente entre CIV e resina composta), fratura coesiva (aquelas que ocorreram no CIV, resina composta ou dentina) ou fratura mista (combinação de interface e coesiva) e anotadas na planilha.

3.7 TESTE DE NANOENDENTAÇÃO

Os testes mecânicos por nanoendentação foram executados nos espécimes CIVs-resina composta em duas ocasiões: 7 dias e 24 meses. Para isto foram separados dois palitos de cada dente dos testes de resistência adesiva CIV-resina composta dos grupos de 7 dias, totalizando 10 palitos por grupo, e uma fatia de cada dente do grupo de armazenamento de 24 meses, 5 fatias por grupo. Devido a sensibilidade técnica e o alto grau de qualidade de superfície exigido nas amostras a serem testadas pelo teste de nanoendentação, após preparo e polimento dos palitos, foi selecionado o melhor espécime do conjunto de dois palitos para ser submetido ao teste, totalizando 5 palitos por grupo. Quanto as fatias, foi selecionada a região mais polida e propícia a nanoendentação, próxima a região central da restauração, totalizando 5 fatias por grupo. Optou-se pela obtenção de fatias nos grupos de 24 meses por conveniência, pois não eram necessários palitos para o teste de resistência adesiva.

Como citado no item 3.4, foram necessários quatro dias desde a obtenção dos palitos ou fatias até o teste de nanoendentação propriamente dito, conforme disposto a seguir:

- No primeiro dia foram obtidos os palitos/fatias conforme descrito no item 3.5.
- No segundo dia foram feitas as fixações dos espécimes no suporte de amostras. Os palitos foram fixados com parafina e armazenados por 24 horas, em temperatura ambiente, para permitir total solidificação da parafina. Durante esse tempo os palitos foram mantidos úmidos para prevenir desidratação e alterações que poderiam afetar a interface CIV-resina composta.
- No terceiro dia foram feitos os polimentos dos espécimes. Os testes de nanoendentação requerem a superfície do espécime muito plana e bem polida

(Masouras et al.⁴¹ 2008). A superfície bem lisa a ser testada minimiza resultados errôneos (Ebenstein, Pruitt³⁸ 2006), pois a rugosidade de superfície pode ter um significativo impacto nas mensurações (Ebenstein, Pruitt³⁸ 2006). Se a amplitude da superfície áspera é ampla, o endentador terá pontos de contatos esporádicos com o material até penetrar abaixo da superfície. A área real de contato com o mensurador será menor e consequentemente os resultados serão alterados (Menčík, Swain⁴² 1995). Assim, os palitos/fatias foram polidos com lixas e alumina em ordem decrescente de abrasividade (lixas 600, 1200, 2000 e discos de feltro com alumina de 4 e 1 micra) e finalmente colocados em cuba ultrassônica durante cinco minutos para remoção de debris. Após isto, os espécimes polidos foram analisados para seleção do melhor palito e da melhor região da fatia a ser submetida ao teste.

- No quarto dia foi executado o teste de nanoindentação. Os experimentos foram realizados em um aparelho MTS Nano Indenter XP (MTS Systems Corp., Oak Ridge, TN, USA), com endentador diamantado piramidal Berkovich. O conhecimento da forma exata da ponta é crítico para a determinação das propriedades do material testado (Doerner, Nix⁴³ 1986). Assim, a calibração do endentador foi feita em sílica fundida. Sílica fundida foi escolhida por ser um material isotrópico com propriedades uniformes, acima e abaixo da superfície (Masouras et al.⁴¹ 2008). A velocidade de aproximação do endentador foi de 10nm/s com força aplicada de 50 mN. A duração do carregamento e descarregamento foi de 10 segundos, com carga constante de 4 segundos no carregamento máximo.

Durante os experimentos de nanoindentação, para reduzir a desidratação dos CIVs, pedaços de toalha absorvente molhada foram mantidos sobre os palitos/fatias que não estavam sendo testados ficando descoberto apenas o palito/fatia em teste (Figuras 8-A a 8-D).

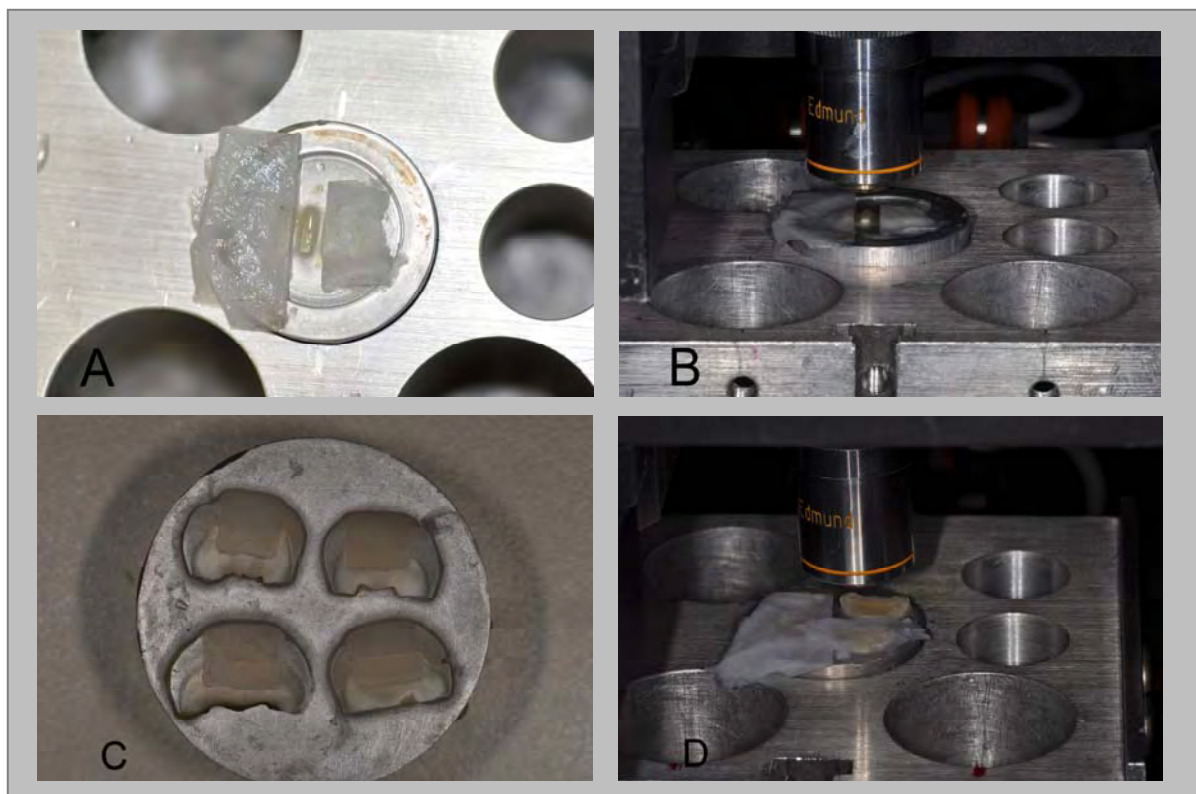


Figura 8 – Espécimes fixados e proteção da superfície com pedaços de toalha absorvente molhada para reduzir a desidratação dos CIVs durante teste de nanoendentação. A – Aspecto dos palitos no suporte de amostras; B – Palitos posicionados na máquina de nanoendentação; C – Aspecto das fatias fixadas no suporte de amostras; D – Fatias posicionadas na máquina de nanoendentação

Diferente da interface resina composta-dentina, existe uma linha mais fina de adesão entre CIVs e resina composta (Figura 9-B). Assim, cada palito/fatia recebeu programação na máquina de nanoendentação de 15 a 18 leituras (75 a 90 leituras por grupo) distribuídas na interface e nos materiais, resina composta e CIV, próximos a ela (Figura 9-A a 9-C). A dureza e o módulo de elasticidade foram determinados pelo método de Oliver, Pharr⁴⁴ 1992.

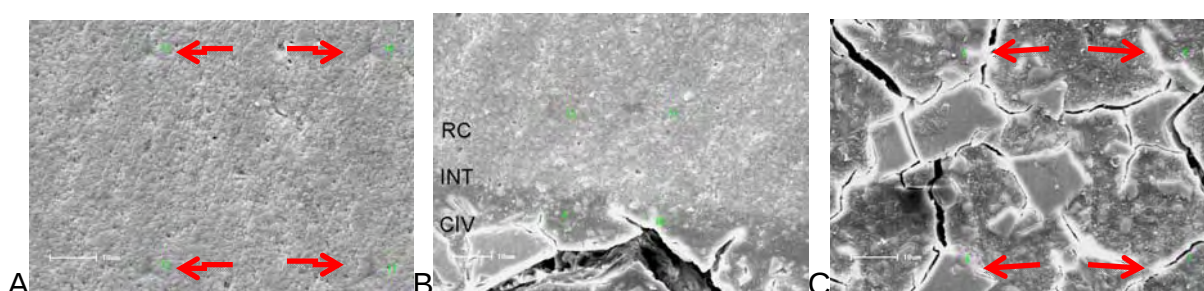


Figura 9 – Imagem em MEV da interface adesiva e endentações (indicadas pelas setas). A – Resina composta; B – Interface adesiva (INT); C – CIV

3.8 ANÁLISE ESTATÍSTICA

A distribuição das probabilidades foi determinada pelo método Kolmogorov e Smirnov o qual demonstrou que os dados obtidos não tinham distribuição normal. Além disso, o teste de Bartlett demonstrou que as variâncias não eram iguais entre os grupos. Assim, foi utilizado para análise dos dados o teste não paramétrico Kruskal-Wallis e o teste Dunn de múltiplas comparações ($\alpha = 0,05$). O Teste do Qui-Quadrado foi conduzido para comparar o número de palitos testados e perdidos. Os testes foram executados pelo sistema GraphPad InStat 3.06.

COVER LETTER

The authors Vania Aparecida Oliveira Queiroz, Osnara Maria Mongrue Gomes, and João Carlos Gomes are submitting the article intitled 'Alternative Sequence Analysis for Sandwich Technique by Measuring Microtensile Bond Strengths – Dentin to Glass-Ionomer Cement to Composite Resin' to *Operative Dentistry*.

Author information:

*Vania Aparecida Oliveira Queiroz

vaniaq@gloco.com

PhD student, professor, Department of Dentistry, School of Dentistry, State University of Ponta Grossa, Brazil.

*Osnara Maria Mongrue Gomes

osnaramgomes@uol.com.br

PhD, professor, Department of Dentistry, School of Dentistry, State University of Ponta Grossa, Brazil.

*João Carlos Gomes

gomesjoaocarlos@uol.com.br

PhD, professor, Department of Dentistry, School of Dentistry, State University of Ponta Grossa, Brazil.

Corresponding author:

Vania Aparecida Oliveira Queiroz

Address: St Comendador Miró, 711 ap.1102

Ponta Grossa, Paraná, Brazil CEP: 84010-160

Telephone: 00554232242725

1 Alternative Sequence Analysis for Sandwich Technique by Measuring
2 Microtensile Bond Strengths – Dentin to Glass-Ionomer Cement to Composite
3 Resin

4

5 Running title: Alternative Sequence Analysis for Sandwich Technique

6

7 Clinical Relevance

8 How the acid-etching of glass-ionomer cements is carried out is a critical clinical
9 step, the elimination of this procedure is suggested by a change in sequence of
10 sandwich restoration.

11

12 SUMMARY

13 Objective: To evaluate an alternative sequence for the sandwich technique
14 using the microtensile bond strength testing on two adhesive interfaces: glass-
15 ionomer cement/dentin and glass-ionomer cement/composite resin.

16 Materials and Methods: Large class I cavities were cut into 40 extracted human
17 molars. The cavities were filled using two diferents sequences of closed
18 sandwich technique with conventional glass-ionomer cement (CGIC), and resin-
19 modified glass-ionomer cement (RMGIC): Original sequence (etching GICs
20 surface) and alternative sequence (without etching GICs surface). Each
21 technique was used in four groups of five teeth for two bond tests:
22 RMGIC/resin, CGIC/resin, RMGIC/dentin, and CGIC/dentin. After 7 days at
23 37°C storage, the roots were cut out, and the teeth were sectioned vertically for
24 the bond strength of GICs/composite resin tests and horizontally (on the buccal
25 surface) for the bond strength of GICs/dentin tests. The beams were aligned,

26 and attached to a jig employing the active gripping method and stressed in
27 tension (MPa). Every care was taken prior to and during tests to avoid any
28 dehydration changes in the GICs. Mode of failure was examined and data were
29 analyzed by Kruskal-Wallis and Dunn's tests.

30 Results: Results showed that there were no significant differences between
31 techniques. Etching GICs surface did not result in better adhesion to composite
32 resin or changes in dentin adhesion.

33 Conclusions: Alternative sequence seems to be a good option for sandwich
34 restorations. It increases the efficiency of the placement of laminate restoration
35 to reduce technique sensitivity and placement time, especially when CGIC is
36 utilized.

37

38 Keywords: Glass ionomer cements, composite resins, dentin, adhesiveness,
39 tensile strength, phosphoric acids.

40

41 INTRODUCTION

42 The sandwich technique has been used successfully for several years. It has
43 presented favourable results in the clinical studies conducted over the years in
44 Class II ¹⁻³ and Class V cavities,^{4,5} in extensive restorations in caries-risk
45 patients,^{2,3} and in pediatric dental practice.^{6,7} The technique has shown very
46 few unfavourable results.⁸

47 In the original technique, described by McLean and Wilson,⁹ glass-
48 ionomer cement (GIC) is used for whole dentin portion replacement with
49 composite resin replacing the enamel. In other words, by using the sandwich
50 technique it is possible to take advantage of the qualities and properties of two
51 materials with distinct behaviors on two structurally different dental hard tissues.

52 The current question is whether the sandwich technique is obsolete and
53 has any value in operative dentistry. However, it still remains valid today. Glass-
54 ionomer cements (GICs) now play a major role in restorative dentistry. These
55 cements have been described as dynamic,¹⁰ intelligent¹¹ and biomimetic
56 materials.¹² They are also hydrophilic¹⁰ and have the unique property of long-
57 term adhesion under oral conditions.¹³

58 They are dynamic materials because they are capable of ion-exchange
59 with tooth structure (including the release of fluoride, calcium, and phosphate)¹⁰
60 and they are intelligent, because this released fluoride is proportional to the
61 acidity.¹¹ According to Mount,¹² the term 'biomimetic' suggests 'imitation of
62 nature' and the material should in some way reproduce one or more natural
63 phenomena within a biologic situation. In principle, it should emulate the
64 structure and properties of the natural tooth, and these cements are
65 biocompatible, biologically acceptable, they are not rejected by adjacent vital

66 tissues,¹² and they also have similar thermal expansion to enamel and dentin.¹⁰

67 GICs have the property of long-term adhesion under oral conditions
68 because of their dynamic nature, together with very low shrinkage on setting.¹⁰
69 Their hydrophilic nature makes them capable of adhering to moist tooth
70 structure, unlike all resin systems that rely on the long-term hydrolytic stability of
71 the resin bonding agents.¹⁴ It is generally agreed that the major difference
72 between the success of enamel bonding and that of dentin bonding lies in the
73 substrate surface. Enamel is an ion exchanger and dentin is a living material,
74 subject to change. Under such conditions, the adhesive bond must also have a
75 dynamic character. It will be broken as the substrate changes and must be
76 capable of being re-formed. The ionic and polar bonds that attach the GIC to
77 the substrate can be reestablished.¹³ In contrast to resin bonding, the adhesion
78 of glass-ionomer to tooth structure is not a sensitive technique and its quality
79 increases with time.¹¹ These cements have a long history of good adhesion to
80 dentin,¹³ and the effectiveness of the stability of the glass-ionomer bond has
81 been proved clinically over long periods.^{15,16}

82 Another fact to be considered concerns minimal invasive dentistry
83 principles, in which the opening cavity should be narrow, and there is a
84 possibility of remaining relatively sterile, and softened dentin, with a
85 demineralized inner layer, but it could still contain the original collagen
86 framework that is capable of remineralization. To restore these ultra-
87 conservative cavities it is essential that material can be injected and drain into
88 the internal walls of the cavity, and set in dark conditions because the light
89 intensity of the curing may be reduced in some parts of these cavities.

90 GICs has been shown to fulfill these requirements, and it would seem

91 logical to continue with the use of these cement bases, which form a permanent
92 biologic seal.¹⁴ Therefore, the sandwich technique remains a good option in
93 operative dentistry and for odontopediatric^{6,7} and geriatric patients.

94 Despite these many positive factors, there are some problems relating to
95 this technique: (1) The sensitivity of GICs, (2) the material thickness which is
96 normally used by the clinician, and (3) the type of cement employed.

97 (1) The sensitivity of GICs

98 In the execution of the sandwich technique, the gel etchant on the enamel and
99 cement should be thoroughly washed and dried. However, in the early stages of
100 setting, the vital cement-forming Al^{3+} and Ca^{2+} ions are still in soluble form and
101 they can be washed out by contact with water.^{10,17} If this occurs the damage is
102 permanent. Water will be absorbed and the weakened surface will erode and
103 severe weakening of the cement is inevitable. Dehydration at this stage can be
104 equally disastrous, since the water needed for cement formation will be
105 reduced.¹⁰ In either case, adhesion can be lost.¹⁸ In addition, it remains subject
106 to dehydration for some time and should not be left exposed to air.¹⁷ Even the
107 best formulations of cement require protection during the early stages of setting,
108 and some attention needs to be given to the development of adequate
109 protective coatings.¹⁹ According to McLean,¹⁴ this water balance is critical and
110 must be maintained by protection of the set cement. This is the key to clinical
111 success and consequently, it should not be overlooked by the clinician.

112 Light-cured glass-ionomers are less likely to suffer surface damage during
113 acid-etching procedures than conventional materials.¹⁴ However, it is better if
114 they are also protected.²⁰ In the RMGIC, from the start of mixing the
115 conventional acid/base reaction will occur. Within the layer affected by the light

116 there will be two setting reactions occurring simultaneously. The cement will be
117 partly set within seven to ten minutes but the water balance will still be unstable.
118 In the resin-modified glass-ionomers the acid/base reaction will initially be a little
119 slower than it would have been in conventional glass-ionomer because the
120 HEMA has replaced some of the normal water content and water is an essential
121 component of the acid/base reaction.²⁰ Furthermore, in the resin-modified
122 cements, the acid etching may remove the air-inhibited layer on the surface of
123 the cement and decrease the potential for chemical bonding to the adhesive
124 system.²¹

125 (2) The material thickness

126 The second problem relates to cement thickness. The whole dentin portion is
127 not always replaced by glass-ionomer. The cement is often used in very narrow
128 thicknesses. The thinner the cement lining, the more likely that damage will
129 occur during acid etching, washing and drying. Furthermore, a thin lining of
130 cement may bond to the composite resin, but stress at the interface can soon
131 cause a cohesive failure in the weakened cement or an adhesive failure at the
132 dentin bond.¹⁵

133 (3) The type of cement

134 The third problem is that fast-setting lining materials are not always used.
135 Slower setting CGICs are considerably weakened if etched prematurely. These
136 materials require a setting period of at least eight minutes prior to acid
137 etching.¹⁵

138 Thus, in order to respect the particularities of conventional glass-ionomer
139 cements (CGICs) and resin-modified glass-ionomers cements (RMGICs), and
140 to reduce water movement across the surface of the GICs, the purpose of this

141 study was to evaluate an alternative sequence for the sandwich technique using
142 the microtensile bond strength testing at two adhesive interfaces: GIC/dentin,
143 and GIC/composite resin.

144

145 MATERIALS AND METHODS

146 ***Obtaining teeth, and cavities preparation***

147 For this study, 40 extracted, caries-free, human permanent molars were used.
148 The teeth were obtained from the Human Teeth Bank of the State University of
149 Ponta Grossa – Brazil, after the research was approved by the Research Ethics
150 Commission of the institution. The teeth were randomly allocated into four
151 groups of ten teeth for two bond tests, i.e. each group of ten teeth was
152 randomly divided into two subgroups of five teeth to receive the procedures and
153 materials indicated in Table 1.

154 Before procedures, the teeth were cleaned using pumice/water slurry, and
155 rinsed copiously. Two proportions of occlusal Class I cavities were prepared for
156 each group: (1) Five teeth with cavities for the bond strength of GICs bonded to
157 composite resin (6mm length x 4mm width x 4mm depth in dentin) centralized
158 occlusal surface and (2) Five teeth with cavities for the bond strength of GICs
159 bonded to dentin (6mm length x 3mm width x 4mm depth in dentin), occlusal
160 cavities slightly to the lingual (for buccal wall adhesion tests).

161 Cavity preparations were cut using cylindrical diamond burs #1141 (KG
162 Sorensen, São Paulo, Brazil) in a high speed handpiece with copious water
163 cooling. Each diamond tip was replaced every five preparations. The pulp
164 chambers of crowns were sealed with composite resin in case of exposition.
165 The cavities were finished with sharp manual instruments.

166 ***Restorative procedures***

167 Two sequences for closed sandwich technique were used.

168 (1) Original sequence (etching GICs surface): active dentin conditioning with
169 11.5% polyacrylic acid for ten seconds, washing for 30 seconds and drying; GIC
170 insertion at whole dentin portion (up to the dentinoenamel junction) using an
171 insulin syringe (Medinject 1 ml - Med Goldman Indústria e Comércio Ltda,
172 Brazil) with hypodermic needle 1.20 X 40mm (BD PrecisionGlide™) previously
173 cut and curved; RMGIC light cure or waiting time for the CGIC (seven minutes
174 from the start of mixing); enamel margins and GICs surface etching with 37.5%
175 phosphoric acid for 30 seconds, washing for 30 seconds and drying; application
176 of bonding agent (Single Bond/3M ESPE, St. Paul, MN, USA); and incremental
177 insertion of the composite resin (Filtek Z250/3M ESPE). Approximately 3mm of
178 composite resin was inserted on the GICs for the microtensile bond strength
179 testing GICs/CR. The composite resin was inserted up to the margins of the
180 preparation for the microtensile bond testing GICs/dentin. (2) Alternative
181 sequence (without etching GICs surface): all steps of original sequence were
182 executed, but with a change in sequence. The enamel etching was done before
183 GICs insertion, and the bonding agent was applied as soon as the inserted
184 RMGIC was light cured and CGIC inserted had lost its brightness (Table 1).

185 One CGIC (Ketac-Fil Plus/3M ESPE) and one RMGIC (Vitrebond/3M
186 ESPE) were used in this study. All materials were applied following the
187 manufacturers' instructions.

188 A LED light-curing unit (L.E.Demetron - Kerr Corporation, USA) was used
189 for photopolymerization and the output was monitored periodically throughout
190 the experiment using a radiometer (LED Radiometer - Kerr Corporation, USA).

191 A minimal light intensity of 600 mW/cm² was required for the experiments. All
192 restorative procedures were made at a room temperature of 23°C ± 2°C and
193 relative air humidity of 50% ± 10%, as recommended by ANSI/ADA
194 specification.²² The specimens were stored in distilled water for 7 days at 37°C.
195 All cavity preparations, manipulations and restorations were performed by the
196 same experienced operator to prevent any variation due to operator skill. The
197 operator performed these procedures under 3.5x magnification.

198 ***Obtaining microtensile specimens, microtensile bond strength testing,***
199 ***and failure mode examination***

200 After the storage period, the roots were removed from the crown approximately
201 2mm below the cemento-enamel junction, using a slow-seep diamond saw
202 under copious water spray. The pulp necrotic debris were removed with a
203 stainless steel instrument and the pulp chambers of crowns were sealed with
204 composite resin prior to fixation on the clamping device of a cutting machine
205 (IsoMet 1000 Precision Saw – Buehler, Illinois, EUA). The teeth were sectioned
206 (Buehler IsoMet Diamond Wafering Blades/15HC/11-10066/76mm x 0,02mm)
207 into serial slabs and then into beams with cross sectional areas of
208 approximately 1 mm². Each cut was externally attached with sticky wax (Cerafix
209 - Ind. e Com. de Artigos Odontológicos Ltda Me, São Paulo, Brazil) to
210 prevent vibration of specimens. Each tooth was sectioned vertically for the bond
211 strength of GICs-composite resin tests to obtain 15 beams. Thus, each group
212 was planned for 75 beams. For the bond strength of GICs-dentin tests, each
213 tooth was sectioned horizontally (on the buccal surface) to obtain 10 beams.
214 Thus, each group was planned for 50 beams.

215 Beams were kept moist prior to testing to avoid any dehydration changes

216 in the GICs that might have affected bond strengths, and each cross-sectional
217 area of beams was checked and noted using a digital pachymeter (Digimess,
218 Digimess Instrumentos de Precisão Ltda, São Paulo, Brazil).

219 Each microtensile specimen was appropriately aligned (bonding interface
220 90 degrees to the applied stress) and attached to the jig, employing the active
221 gripping method (cyanoacrylate adhesive - BondGel, Pegamil, Anaerobicos
222 S.A., Argentina) with uniform interface between the grip component and the
223 gripped section of the specimen. The beams were stressed in tension using a
224 universal testing machine (Kratos, model K500/2000, Kratos, São Paulo, SP,
225 Brazil) at a crosshead speed of 1 mm/min until failure. Bond strength values
226 were expressed in MPa. The CGIC external bonding interface of each beam
227 was coated with vaseline to prevent dehydration during micro-bond strength
228 testing.

229 The fractured surfaces of the beams were examined under stereoscopic
230 view (Lambda LEB-3 – ATTO Instruments Co. Hong Kong) at 1.5 magnification
231 to evaluate the mode of failure. Failure modes were classified as interface
232 (those which occurred apparently between the GIC and tooth structure, or
233 apparently between the GIC and CR), cohesive (those which occurred within
234 the GIC, CR or tooth structure), or mixed (combination of interface and
235 cohesive).

236 As the Kolmogorov and Smirnov method demonstrated that data were not
237 normally distributed, and Bartlett's test demonstrated that the variances were
238 not equal among the groups, Kruskal-Wallis non-parametric test with Dunn's
239 multiple comparisons were used ($\alpha = 0.05$). The tests were performed using
240 GraphPad InStat 3.06.

241

242 RESULTS

243 It was not possible to test many beams due to debonding before placement on
244 the testing machine. Analytical statistical analyses were performed excluding
245 these beams, and they are presented in percentage in Table 2.

246 The mean microtensile bond strengths of CGIC (Ketac-Fil) and RMGIC
247 (Vitrebond) to dentin and composite resin are shown in Table 3 and Table 4.
248 Results presented in Table 3 and Table 4 are from analyses using only beams
249 that failed in interface. Kruskal-Wallis and (multiple comparison) Dunn's tests
250 showed there were no significant differences in microtensile bond strengths
251 between Ketac-Fil/RC and Ketac-Fil/dentin groups, and between Vitrebond/CR
252 and Vitrebond/dentin groups in the techniques used ($p < 0.001$). The mean
253 microtensile bond strengths of Vitrebond to both dentin and composite resin
254 were significantly higher than those of Ketac-Fil groups ($p < 0.001$) (Table 3 and
255 Table 4).

256 The specimen numbers of different failure modes for each group are
257 shown in Table 5. The interface failure mode was predominant in both CIVs and
258 both techniques. However, for Ketac-Fil, cohesive failure mode was
259 predominant in microtensile bond strengths to dentin, and for Vitrebond,
260 cohesive failure mode was predominant in microtensile bond strengths to
261 composite resin.

262 The GICs/CR groups with higher proportions of spontaneously debonded
263 beams also had lower microtensile bond strengths for the beams, which did not
264 spontaneously debond, so similar results were obtained when spontaneously
265 debonded beams were included as zero bond strength.

266

267 DISCUSSION

268 For a long time there has been concern about the early protection of cement
269 from hydration or dehydration, and some methods have been suggested for
270 avoiding etching of the glass-ionomer base.^{10,14} Over the years, some
271 procedures have also been described for increasing the efficiency of the
272 placement of laminate restoration that reduces both technique sensitivity and
273 placement time by eliminating a number of the steps required for a conventional
274 sandwich restoration.²³⁻²⁶

275 McLean^{10,14} developed a technique to avoid acid etching of the glass-
276 ionomer base and improve the adhesion between the cement and composite
277 resin. Dentin is conditioned with polyacrylic acid and fast-setting glass-ionomer
278 is injected to cover all dentin surfaces. A ball-ended instrument is used to apply
279 and to spread the bonding agent over the surface and adapt the lining onset
280 cement. Once the cement is adapted, the bonding agent may be light cured and
281 any excess removed from the enamel wall prior to the acid-etching procedure
282 for the composite resin. The bonding agent protects the cement during etching
283 and still forms a strong bond to the resin surface of the composite. Knight²³
284 suggested the simultaneous curing of unpolymerized composite resin and
285 inactivated RMGIC, and he defined this as the co-curing technique. The
286 preparation is etched with phosphoric acid on the cavosurfaces to etch the
287 enamel and remove the smear layer from the dentin. Then, the RMGIC is
288 placed at the base up to the dentinoenamel junction of the preparation and
289 cured. The remaining preparation and occlusal surface are covered with a thin
290 layer of RMGIC. A plastic instrument is used to place a small plug of resin into

291 the center of the uncured GIC. The resin is puddled toward the periphery of the
292 cavity and over the occlusal fissures with a ball-ended burnisher so that the
293 RMGIC is displaced to the margins of the preparation. The GIC and resin are
294 cured simultaneously. The authors did not use bond agents in this technique.

295 Pinheiro and others²⁴ described a sequence in which it was not necessary
296 to wait for the maturity of the CGIC, or to light-cure the RMGIC, or to etch the
297 ionomer surface. The preparation was etched with phosphoric acid on the
298 enamel walls followed by the application of primer. After GIC was inserted into
299 the cavity, the bonding agent was immediately applied and light-cured before
300 the placement of the composite resin. Knight and others²⁵ described and
301 studied the co-cure technique using CGIC. The RMGIC layer bond and
302 composite resin may be co-cured to CGIC either before or after initial set has
303 occurred. Gopikrishna and others²⁶ suggested a modified protocol using self-
304 etching primer and glass-ionomer based adhesive. According to these authors,
305 self-etching systems combine the functions of primer and adhesive components
306 and do not need an 'etch-and-rinse' phase, which not only decreases clinical
307 application time, but also significantly reduces technique sensitivity. They
308 hypothesized that carboxylic monomers in self-etch primers could have
309 chemically bonded to calcium in unset GIC and, hence, a chemical union could
310 be one possible reason for the higher bond strength. Possible questions about
311 this latter protocol relate to the quality of adhesion provided by self-etching
312 systems to enamel.

313 In this current study, the proposed alternative sequence for sandwich
314 technique applied a sequence in which dentin was conditioned with polyacrylic
315 acid and enamel was conditioned with phosphoric acid without the GICs surface

316 being wetted or dehydrated (Table 1).

317 Interfacial contact is the first requirement for good adhesion to dentin.
318 Certain pretreatments, particularly the partial removal of the smear layer, can
319 improve bond strengths somewhat. Polyacrylic acid has been widely used as a
320 conditioner before CGIC and RMGIC insertion²⁷⁻³⁸ since it was first
321 recommended by Powis and others³⁹ to improve the adhesion of CGIC to tooth
322 structure. According to these authors, the most effective surface conditioners
323 were high molecular weight substances containing a multiplicity of functional
324 groups capable of hydrogen bonding. This allows the displacement of apatite
325 phosphate⁴⁰ polyacrylic acid to bond to collagen. This acid contains a
326 multiplicity of functional groups and has the potential to react chemically with
327 dentin collagen.³⁹ RMGICs provide considerable bond strengths when they
328 follow an acidic pre-treatment of dentin or enamel.^{27,31} On the other hand, there
329 are no significant differences between the bond strengths of the composite
330 resin to etched and non-etched CGIC and RMGIC.^{24,41}

331 The ranges of combinations tested up to this time suggest that there is a
332 considerable variation in the strength of the union between GICs to dentin and
333 to composite resin. Tensile bond strengths reported for conventional GICs are
334 uniformly low, typically in the range of 0.4 - 6.79 MPa to dentin^{29,35,39,42} and 0.15
335 to 7.55 MPa to composite resin.⁴¹⁻⁴⁵ Many studies of RMGICs have shown that
336 their bond strengths to dentin are superior to those of CGICs, generally in the
337 range of 0.3 -15.6 MPa,^{29,32,35,42} and their bond strengths to composite resin are
338 in the range 13.67-15.91 MPa.²⁴

339 In this present study, the microtensile bond strength of the RMGIC to
340 dentin and composite resin was significantly stronger than CGIC (Table 3), and

341 both GICs showed greater variation in microtensile bond strength to dentin
342 (Table 3). These results and variations are in agreement with the previously
343 mentioned studies.

344 Because of smaller microtensile bond specimen size, the number of flaws
345 within a specimen adhesive interface will be less than with a macro-bond
346 strength specimen, and this decreases the chance that a relatively large flaw
347 will be present and tends to increase measured bond strengths.⁴⁶ Other
348 researchers have found microtensile bond strengths for CGIC and RMGIC to
349 dentin in the range of 8.5 -12.81 MPa^{33,36} and 6.63 to 22.02 MPa,^{33,36-38}
350 respectively. In this present study, the microtensile bond strengths of the
351 RMGIC to dentin were in agreement with previous studies,^{33,36-38} which found a
352 slightly larger mean microtensile bond strength between CGIC to dentin.^{33,36} Our
353 results were similar, despite the differences in methodology. Specimen
354 preparations were carried out on flat surfaces,^{33,36} on occlusal class I cavities
355 (vertically sectioned) in the dentin pulp wall,^{37,38} and our tests were carried out
356 on occlusal class I cavities (horizontally sectioned) in the dentin side wall. The
357 side wall was chosen because problems usually start from the lateral wall of the
358 cavities.

359 To date, there have been no published studies regarding microtensile
360 bond strength of GICs to composite resin.

361 Failure mode classification of the debonded specimens have been
362 important parts of bond strength testing.^{36,46} The cohesive failure mode in GIC,
363 composite resin or dentin does not reflect the true adhesive bond strengths of
364 the materials. This means that the true adhesive bond strengths of materials are
365 stronger than the cohesive strength of the materials or dentin itself. If the

intention of a study in this area is to investigate the adhesive capability of a particular formulation, then the specimens that fail adhesively, without cohesive failure of one of the substrates, are those that provide the most reliable insight.⁴⁶ Thus, in this study only interface failures were included in the analyses.

Despite the fact that microtensile bond strengths of CGIC to composite resin using the alternative sequence proposed by our study demonstrated superior results, and did not show significant statistical difference (Table 3), our results showed a large number of debonding beams before testing in original sequence (more than 77 per cent), and this was a cause for concern (Table 2). GIC/CR adhesion can be influenced by many factors. Some factors are easier to control, such as cement thickness⁴² and the time elapsed between mixing the GIC and placement of the bond agent.⁴⁵ Others are more difficult to control, such as the combination between different types of GICs and different composite resins,⁴³⁻⁴⁵ and different etching times for each type of GIC.⁴⁷ Apparently, some combinations of GICs and resins are more effective than others.⁴³⁻⁴⁵ According to Fuss and others,⁴⁷ the chemistry of the glass-ionomer system is relatively complex and not all formulas on the market are the same. GICs produced by different manufacturers are not necessarily the same in their response to clinical handling. There is, amongst other variations, a difference in powder particle size and also a variety of polyacrylic acids are used in the formulas. It has been shown that not all GICs which are marketed for lining under composite resin respond in the same way to etching with orthophosphoric acid. The GICs used in this study were established in the literature as good quality materials. Consequently, further studies with other commercially

391 available GICs are needed to clarify the effectiveness of the alternative
392 sequence related to GIC/CR adhesion.

393

394 CONCLUSION

395 Results showed that there were no significant differences between techniques.
396 Etching the surface of GICs did not result in better adhesion to composite resin
397 or changes in dentin adhesion. Our observations to date indicate that an
398 alternative sequence seems to be a good option for sandwich restorations. It
399 increases the efficiency of the placement of laminate restoration to reduce
400 technique sensitivity and placement time, especially when CGIC is utilized.

401

402 REFERENCES

- 403 1. Knibbs PJ (1992) The clinical performance of a glass polyalkenoate (glass
404 ionomer) cement used in a sandwich technique with a composite resin to
405 restore Class II cavities *British Dental Journal* **172(3)** 103-107.
- 406 2. van Dijken JW, Kieri C & Carlén M (1999) Longevity of extensive class II
407 open-sandwich restorations with a resin-modified glass-ionomer cement
408 *Journal of Dental Research* **78(7)** 1319-1325.
- 409 3. Andersson-Wenckert IE, van Dijken JW & Kieri C (2004) Durability of
410 extensive Class II open-sandwich restorations with a resin-modified glass
411 ionomer cement after 6 years *American Journal of Dentistry* **17(1)** 43-50.
- 412 4. Neo J & Chew C (1996) Direct tooth-colored materials for noncarious
413 lesions: A 3-year clinical report *Quintessence International* **27(3)** 183-188.

- 414 5. Francisconi LF, Scaffa PMC, Barros VR, Coutinho M & Francisconi PA
415 (2009) Glass ionomer cements and their role in the restoration of non-
416 carious cervical lesions *Journal Applied Oral Science* **17(5)** 364-369.
- 417 6. Cannon ML (2003) A clinical study of the open sandwich technique in
418 pediatric dental practice *Journal of Dentistry Children* **70(1)** 65-70.
- 419 7. Atieh M (2008) Stainless steel crown versus modified open-sandwich
420 restorations for primary molars: a 2-year randomized clinical trial
421 *International Journal of Pediatric Dentistry* **18(5)** 325–332.
- 422 8. Opdam NJ, Bronkhorst EM, Roeters JM & Loomans BA (2007) Longevity
423 and reasons for failure of sandwich and total-etch posterior composite resin
424 restorations *The Journal of Adhesive Dentistry* **9(5)** 469-475.
- 425 9. McLean JW & Wilson AD (1977) The clinical development of the glass-
426 ionomer cement II. Some clinical applications *Australian Dental Journal*
427 **22(2)** 120-127.
- 428 10. McLean JW (1992) Clinical applications of glass-ionomer cements *Operative*
429 *Dentistry* **(Supplement 5)** 184-190.
- 430 11. Davidson CL (2006) Advances in glass-ionomer cements *Journal Applied*
431 *Oral Science* **14(Special Issue)** 3-9.
- 432 12. Mount GJ & Ngo H (2000) Minimal intervention: a new concept for operative
433 dentistry *Quintessence International* **31(8)** 527-533.
- 434 13. McLean JW (1996) Dentinal bonding agents versus glass-ionomer cements
435 *Quintessence International* **27(10)** 659-667.
- 436 14. McLean JW (1992) The clinical use of glass-ionomer cements *Dental Clinics*
437 *of North America* **36(3)** 693-711.
- 438 15. Wilson AD & McLean JW (1988) *Glass-ionomer cement* Quintessence

- 439 Publishing Co., Chicago.
- 440 16. Mount GJ (1996) *Atlas de cimento de ionômero de vidro: guia para o clínico*
- 441 Livraria Santos Editora Ltda, São Paulo.
- 442 17. Mount GJ (1990) Esthetics with glass-ionomer cements and the 'sandwich'
- 443 technique *Quintessence International* **21(2)** 93-101.
- 444 18. Wilson AD & Paddon JM (1993) Dimensional changes occurring in a glass-
- 445 ionomer cement *American Journal of Dentistry* **6(6)** 280-282.
- 446 19. Wilson AD (1989) Developments in glass-ionomer cements *The*
- 447 *International Journal of Prosthodontics* **2(5)** 438-446.
- 448 20. Mount GJ, Patel C & Makinson OF (2002) Resin modified glass-ionomers:
- 449 strength, cure depth and translucency *Australian Dental Journal* **47(4)** 339-
- 450 343.
- 451 21. Kerby RE & Knobloch L (1992) The relative shear bond strength of visible
- 452 light-curing and chemically-curing glass ionomer cement to composite resin
- 453 *Quintessence International* **23(9)** 641-644.
- 454 22. ANSI/ADA (1989) Specification number 66 for dental glass ionomer
- 455 cements: Council on Dental Materials, Instruments and Equipment *The*
- 456 *Journal of the American Dental Association* **119(1)** 205.
- 457 23. Knight GM (1994) The co-cured, light-activated glass-ionomer cement-
- 458 composite resin restoration *Quintessence International* **25(2)** 97-100.
- 459 24. Pinheiro SL, Oda M, Matson E, Duarte DA & Guedes-Pinto AC (2003)
- 460 Simultaneous activation technique: an alternative for bonding composite
- 461 resin to glass ionomer *Pediatric Dentistry* **25(3)** 270-274.
- 462 25. Knight GM, McIntyre JM & Mulyani (2006) Bond strengths between
- 463 composite resin and auto cure glass ionomer cement using the co-cure

- 464 technique *Australian Dental Journal* **51(2)** 175-179.
- 465 26. Gopikrishna V, Abarajithan M, Krithikadatta J & Kandaswamy D (2009)
- 466 Shear bond strength evaluation of resin composite bonded to GIC using
- 467 three different adhesives *Operative Dentistry* **34(4)** 467-471.
- 468 27. Holtan JR, Nystrom GP, Olin PS, Rudney J & Douglas WH (1990) Bond
- 469 strength of a light-cured and two auto-cured glass ionomer liners *Journal of*
- 470 *Dentistry* **18(5)** 271-275.
- 471 28. Swift EJ Jr, Pawlus MA & Vargas MA (1995) Shear bond strengths of resin-
- 472 modified glass-ionomer restorative materials *Operative Dentistry* **20(4)** 138-
- 473 143.
- 474 29. Friedl KH, Powers JM & Hiller KA (1995) Influence of different factors on
- 475 bond strength of hybrid ionomers *Operative Dentistry* **20(2)** 74-80.
- 476 30. Fritz UB, Finger WJ & Uno S (1996) Resin-modified glass ionomer cements:
- 477 bonding to enamel and dentin *Dental Materials* **12(3)** 161-166.
- 478 31. Pereira PN, Yamada T, Tei R & Tagami J (1997) Bond strength and interface
- 479 micromorphology of an improved resin-modified glass ionomer cement
- 480 *American Journal of Dentistry* **10(3)** 128-132.
- 481 32. Nakanuma K, Hayakawa T, Tomita T & Yamazaki M (1998) Effect of the
- 482 application of dentin primers and a dentin bonding agent on the adhesion
- 483 between the resin-modified glass-ionomer cement and dentin *Dental*
- 484 *Materials* **14(4)** 281-286.
- 485 33. Tanumiharja M, Burrow MF & Tyas MJ (2000) Microtensile bond strengths of
- 486 glass ionomer (polyalkenoate) cements to dentine using four conditioners
- 487 *Journal of Dentistry* **28(5)** 361-366.

- 488 34. Almuammar MF, Schulman A & Salama FS (2001) Shear bond strength of
489 six restorative materials *The Journal of Clinical Pediatric Dentistry* **25(3)**
490 221-225.
- 491 35. Pereira LC, Nunes MC, Dibb RG, Powers JM, Roulet JF & Navarro MF
492 (2002) Mechanical properties and bond strength of glass-ionomer cements
493 *The Journal of Adhesive Dentistry* **4(1)** 73-80.
- 494 36. Choi K, Oshida Y, Platt JA, Cochran MA, Matis BA & Yi K (2006)
495 Microtensile bond strength of glass ionomer cements to artificially created
496 carious dentin *Operative Dentistry* **31(5)** 590-597.
- 497 37. Fagundes TC, Toledano M, Navarro MF & Osorio R (2009) Resistance to
498 degradation of resin-modified glass-ionomer cements dentine bonds *Journal*
499 *of Dentistry* **37(5)** 342-347.
- 500 38. Marquezan M, Fagundes TC, Toledano M, Navarro MFL & Osorio R (2009)
501 Differential bonds degradation of two resin-modified glass-ionomer cements
502 in primary and permanent teeth *Journal of Dentistry* **37(11)** 857-864.
- 503 39. Powis DR, Folleras T, Merson SA & Wilson AD (1982) Improved adhesion of
504 a glass ionomer cement to dentin and enamel *Journal of Dental Research*
505 **61(12)** 1416–1422.
- 506 40. Wilson AD, Prosser HJ & Powis DM (1983) Mechanism of adhesion of
507 polyelectrolyte cements to hydroxyapatite *Journal of Dental Research* **62(5)**
508 590-592.
- 509 41. Zanata RL, Navarro MF, Ishikiriama A, da Silva e Souza Junior MH &
510 Delazari RC (1997) Bond strength between resin composite and etched and
511 non-etched glass ionomer *Brazilian Dental Journal* **8(2)** 73-78.

- 512 42.Oilo G & Um CM (1992) Bond strength of glass-ionomer cement and
513 composite resin combinations *Quintessence International* **23(9)** 633-639.
- 514 43.Hinoura K, Moore BK & Phillips RW (1987) Tensile bond strength between
515 glass ionomer cements and composite resins *Journal of American Dental*
516 *Association* **114(2)** 167-172.
- 517 44.Mount GJ (1989) The tensile strength of the union between various glass
518 ionomer cements and various composite resins *Australian Dental Journal*
519 **34(2)** 136-146.
- 520 45.Hinoura K, Suzuki H & Onose H (1991) Factors influencing bond strengths
521 between unetched glass ionomers and resins *Operative Dentistry* **16(3)** 90-
522 95.
- 523 46.Platt JA (2010) Decades of bond strength *Operative Dentistry* **35(2)** 137-
524 138.
- 525 47.Fuss J, Mount GJ & Makinson OF (1990) The effect of etching on a number
526 of glass ionomer cements *Australian Dental Journal* **35(4)** 338-344.

Table 1. Experimental groups, bond procedures, and products tested.

Groups	Techniques		Microtensile bond strength testing	
G1	Original sequence	D-cond + KF + E/GIC-cond + SB + CR	CGIC	KF-CR
				KF-dentin
G2	Original sequence	D-cond + VB + E/GIC-cond + SB + CR	RMGIC	VB-CR
				VB-dentin
G3	Alternative sequence	D-cond + E-cond + KF + SB + CR	CGIC	KF-CR
				KF-dentin
G4	Alternative sequence	D-cond + E-cond + VB + SB + CR	RMGIC	VB-CR
				VB-dentin

Dentin conditioning (D-cond); Enamel conditioning (E-cond); Enamel and glass-ionomer cement conditioning (E/GIC-cond); Ketac-Fil Plus (KF); Vitrebond (VB); Single Bond (SB); Filtek Z250 (CR); Conventional glass-ionomer cement (CGIC); Resin-modified glass-ionomer cement (RMGIC).

Table 2: Number of beams for group: expected, tested, and debonding before testing.

GIC	Group	Technique	Number of beams							
			GICs-CR bonding test				GICs-dentin bonding test			
			Expected	Tested	Interface debonding before placement on the testing machine / percentege		Número de palitos esperados	Número de palitos testados	Interface debonding before placement on the testing machine / percentege	
Ketac Fil	G1	Original sequence	75	17	58	77.3%	50	32	18	36%
	G3	Alternative sequence	75	48	27	36%	50	42	8	16%
Vitrebond	G2	Original sequence	75	65	10	13.3%	50	44	6	12%
	G4	Alternative sequence	75	72	3	4%	50	41	9	18%

Glass-ionomer cements (GICs); Composite resin (CR).

Table 3: Mean microtensile bond strength of techniques (MPa) $\pm$ SD: GICs-CR

GIC	Group	Technique	Bond strength			
			GICs-CR bonding test			
			Mean $\pm$ SD	minimum	maximum	range
Ketac Fil	G1	Original sequence	0.96 $\pm$ 1.84 ^a	*0.00	7.70	7.70
	G3	Alternative sequence	5.78 $\pm$ 5.21 ^a	*0.00	13.24	13.24
Vitrebond	G2	Original sequence	17.88 $\pm$ 4.72 ^b	9.40	27.81	18.41
	G4	Alternative sequence	18.94 $\pm$ 4.47 ^b	11.23	27.18	15.95

Glass-ionomer cements (GICs); Composite resin (CR). Data only the interface failure.

*Values zero: specimens that debonding at the beginning of the test.

Results designated with the same superscript are not statistically different.

Kruskal-Wallis (H=97.481) and Dunn's Multiple Comparisons Test $p < 0.001$.

Table 4: Mean microtensile bond strength of techniques (MPa) $\pm$ SD: GICs-dentin

GIC	Group	Technique	Bond strength			
			GICs-dentin bonding test			
			Mean $\pm$ SD	minimum	maximum	range
Ketac Fil	G1	Original sequence	7.56 $\pm$ 5.48 ^a	*0.00	16.02	16.02
	G3	Alternative sequence	7.40 $\pm$ 4.72 ^a	*0.00	15.96	15.96
Vitrebond	G2	Original sequence	14.10 $\pm$ 4.77 ^b	3.05	22.98	19.93
	G4	Alternative sequence	12.84 $\pm$ 5.46 ^b	5.02	23.38	18.36

Glass-ionomer cements (GICs); Composite resin (CR). Data only the interface failure.

*Values zero: specimens that debonding at the beginning of the test.

Results designated with the same superscript are not statistically different.

Kruskal-Wallis (H=30.235) and Dunn's Multiple Comparisons Test $p < 0.001$.

Table 5: Main failure for group, specimen numbers and percentage.

GIC	Groups	Technique	Failure Modes					
			GICs-CR bonding test			GICs-dentin bonding test		
			Cohesive	Interface	Mixed	Cohesive	Interface	Mixed
Ketac Fil	G1	Original sequence	(0) 0%	(17) 100%	(0) 0%	(11) 34.37%	(21) 65.62%	(0) 0%
	G3	Alternative sequence	(7) 14.58%	(41) 85.41%	(0) 0%	(13) 30.95%	(27) 64.28%	(2) 4.76%
Vitrebond	G2	Original sequence	(17) 26.15%	(48) 73.84%	(0) 0%	(2) 4.54%	(42) 95.45%	(0) 0%
	G4	Alternative sequence	(32) 44.44%	(37) 51.38%	(3) 4.16%	(4) 9.75%	(37) 90.24%	(0) 0%

Specimens number in parenthesis.

manuscript progress – Quintessence International 28/05/12 20:22



[Overview](#) | [Log out](#)

Progress Report manuscript: 6072

 [Help for this page](#) ▶

Manuscript title: Alternative sequence evaluation for sandwich technique by nanomechanical properties analysis around glass-ionomer cement/composite resin interface
Manuscript type: Original Article
All Authors: Vania Aparecida Oliveira Queiroz, Milton Domingos Michél, Osnara Maria Mongruel Gomes, João Carlos Gomes.
Keywords: composite resin, elastic modulus, glass ionomer cements, hardness, mechanical phenomena, phosphoric acid

Download/view manuscript
Pdf manuscript file not yet uploaded
by the editorial office

Status: **New Submission**

Submission number: 1

Date Received: 2012-05-29

Weeks under review: 0

Requests sent: 0

Reviewers agreed: 0

Reviews completed: 0

Copyright © 2003–2011 Ektimo I/S All rights reserved | [Privacy policy](#) | [Contact support](#) | [Top of page](#) ▲



[p://www.manuscriptmanager.com/mm3/progress.php](http://www.manuscriptmanager.com/mm3/progress.php)

Página 1 de 1

TITLE PAGE

ALTERNATIVE SEQUENCE EVALUATION FOR SANDWICH TECHNIQUE BY
NANOMECHANICAL PROPERTIES ANALYSIS AROUND GLASS-IONOMER
CEMENT/COMPOSITE RESIN INTERFACE

KeyWords: composite resin, elastic modulus, glass ionomer cements, hardness, mechanical phenomena, phosphoric acid.

Author information:

*Vania Aparecida Oliveira Queiroz, PhD student, professor, Department of Dentistry, School of Dentistry, Ponta Grossa State University, Paraná, Brazil.

*Milton Domingos Michél, PhD, Department of Materials Engineering, Ponta Grossa State University, Paraná, Brazil.

*Osnara Maria Mongrueel Gomes, PhD, professor, Department of Dentistry, School of Dentistry, Ponta Grossa State University, Paraná, Brazil.

*João Carlos Gomes, PhD, professor, Department of Dentistry, School of Dentistry, Ponta Grossa State University, Paraná, Brazil.

Corresponding author:

Vania Aparecida Oliveira Queiroz

vaniag@globo.com

Address: St Comendador Miró, 711

Ponta Grossa, Paraná, Brazil CEP: 84010-160

Fax number 00554232247351

ABSTRACT

Objective: To evaluate an alternative sequence for the sandwich technique using nano-indentation to analyze the mechanical properties around glass-ionomer cement/composite resin interface.

Materials and Methods: Class I cavities were cut into 20 extracted human molars. The cavities were randomly divided in four groups and filled using two different sequences of closed sandwich technique with conventional glass-ionomer cement (CGIC), and resin-modified glass-ionomer cement (RMGIC): Original sequence (OS) etching GICs surface, and alternative sequence (AS) without etching GICs surface. After storage, the teeth were sectioned, embedded, and polished, and subjected to nano-indentation testing. Data were analyzed by Kruskal-Wallis and Dunn's tests.

Results: The hardness measured was 1.15GPa(OS)/1.16GPa(AS) for CGIC; 0.13GPa(OS)/0.19GPa(AS) for RMGIC; 1.03 GPa(OS)/1.08GPa(AS) for composite next to CGIC; and 0.98GPa(OS)/0.98GPa(AS) for composite next to RMGIC. The elastic modulus measured was 19.24GPa(OS)/19.96GPa(AS) for CGIC; 2.85GPa(OS)/4.09GPa(AS) for RMGIC; 15.78 GPa(OS)/16.74GPa(AS) for composite next to CGIC; and 15.01 GPa(OS)/15.38GPa(AS) for composite next to RMGIC. The statistical analysis indicated significant differences in hardness and elastic modulus between CGIC and RMGIC. Composite resin next to CGIC had better results than composite resin next to RMGIC. As well as composite resin, there were no significant differences in hardness and elastic modulus for GICs between techniques.

Conclusion: Etching the surface of GICs did not result in better mechanical properties of GICs and composite resin. Alternative sequence seems to be a good option for sandwich restorations. It increases the efficiency of the placement of laminate restoration to reduce technique sensitivity and placement time, especially when CGIC is utilized.

MAIN TEXT

INTRODUCTION

The sandwich technique has been used successfully for several years. It has presented favourable results in the clinical studies conducted over the years in Class II¹⁻³ and Class V cavities,^{4,5} in extensive restorations in caries-risk patients,^{2,3} and in pediatric dental practice.^{6,7} The technique has shown very few unfavourable results.⁸

In the original technique, described by McLean and Wilson,⁹ glass-ionomer cement (GIC) is used for whole dentin portion replacement with composite resin replacing the enamel. In other words, by using the sandwich technique it is possible to take advantage of the qualities and properties of two materials with distinct behaviors on two structurally different dental hard tissues.

The current question is whether the sandwich technique is obsolete and has any value in operative dentistry. However, it still remains valid today. Glass-ionomer cements (GICs) now play a major role in restorative dentistry. These cements have been described as dynamic,¹⁰ intelligent¹¹ and biomimetic materials.¹² They are also hydrophilic¹⁰ and have the unique property of long-term adhesion under oral conditions.¹³

They are dynamic materials because they are capable of ion-exchange with tooth structure (including the release of fluoride, calcium, and phosphate)¹⁰ and they are intelligent, because this released fluoride is proportional to the acidity.¹¹ According to Mount,¹² the term 'biomimetic' suggests 'imitation of nature' and the material should in some way reproduce one or more natural phenomena within a biologic situation. In principle, it should emulate the structure and properties of the natural tooth, and these cements are biocompatible, biologically acceptable, they are not rejected by adjacent vital tissues,¹² and they also have similar thermal expansion to enamel and dentin.¹⁰ GICs have the property of long-term adhesion under oral conditions because of their dynamic nature, together with very low shrinkage on setting.¹⁰ Their hydrophilic nature makes them capable of adhering to moist tooth structure, unlike all resin systems that rely on the long-term hydrolytic stability of the resin bonding agents.¹⁴ It is generally agreed that the major difference between the success of enamel bonding and that of dentin bonding lies in the substrate surface. Enamel is an ion exchanger and dentin is a living material, subject to change. Under such conditions, the adhesive bond must also have a dynamic character. It will be

broken as the substrate changes and must be capable of being re-formed. The ionic and polar bonds that attach the GIC to the substrate can be reestablished.¹³ In contrast to resin bonding, the adhesion of glass-ionomer to tooth structure is not a sensitive technique and its quality increases with time.¹¹ These cements have a long history of good adhesion to dentin,¹³ and the effectiveness of the stability of the glass-ionomer bond has been proved clinically over long periods.^{15,16}

Another fact to be considered concerns minimal invasive dentistry principles, in which the opening cavity should be narrow, and there is a possibility of remaining relatively sterile, and softened dentin, with a demineralized inner layer, but it could still contain the original collagen framework that is capable of remineralization. To restore these ultra-conservative cavities it is essential that material can be injected and drain into the internal walls of the cavity, and set in dark conditions because the light intensity of the curing may be reduced in some parts of these cavities.

GICs has been shown to fulfill these requirements, and it would seem logical to continue with the use of these cement bases, which form a permanent biologic seal.¹⁴ Therefore, the sandwich technique remains a good option in operative dentistry and for odontopediatric^{6,7} and geriatric patients.

Despite these many positive factors, there are some problems relating to this technique: (1) The sensitivity of GICs, (2) the material thickness which is normally used by the clinician, and (3) the type of cement employed.

(1) The sensitivity of GICs

In the execution of the sandwich technique, the gel etchant on the enamel and cement should be thoroughly washed and dried. However, in the early stages of setting, the vital cement-forming Al^{3+} and Ca^{2+} ions are still in soluble form and they can be washed out by contact with water.^{10,17} If this occurs the damage is permanent. Water will be absorbed and the weakened surface will erode and severe weakening of the cement is inevitable. Dehydration at this stage can be equally disastrous, since the water needed for cement formation will be reduced.¹⁰ In either case, adhesion can be lost.¹⁸ In addition, it remains subject to dehydration for some time and should not be left exposed to air.¹⁷ Even the best formulations of cement require protection during the early stages of setting, and some attention needs to be given to the development of adequate protective coatings.¹⁹ According to McLean,¹⁴ this water balance is critical and must be maintained by protection of the set cement. This is the key to clinical success and consequently, it should not be overlooked by the clinician.

Light-cured glass-ionomers are less likely to suffer surface damage during acid-etching procedures than conventional materials.¹⁴ However, it is better if they are also protected.²⁰ In the resin-modified glass-ionomer cement (RMGIC), from the start of mixing the conventional acid/base reaction will occur. Within the layer affected by the light there will be two setting reactions occurring simultaneously. The cement will be partly set within seven to ten minutes but the water balance will still be unstable. In the RMGICs the acid/base reaction will initially be a little slower than it would have been in conventional glass-ionomer cement (CGIC) because the HEMA has replaced some of the normal water content and water is an essential component of the acid/base reaction.²⁰ Furthermore, in the RMGIC, the acid etching may remove the air-inhibited layer on the surface of the cement and decrease the potential for chemical bonding to the adhesive system.²¹

(2) The material thickness

The second problem relates to cement thickness. The whole dentin portion is not always replaced by GIC. The cement is often used in very narrow thicknesses. The thinner the cement lining, the more likely that damage will occur during acid etching, washing and drying. Furthermore, a thin lining of cement may bond to the composite resin, but stress at the interface can soon cause a cohesive failure in the weakened cement or an adhesive failure at the dentin bond.¹⁵

(3) The type of cement

The third problem is that fast-setting lining materials are not always used. Slower setting CGICs are considerably weakened if etched prematurely. These materials require a setting period of at least eight minutes prior to acid etching.¹⁵

Thus, in order to avoid etching the surface of GICs, the purpose of this study was to evaluate an alternative sequence for the sandwich technique using nano-indentation to analyze the mechanical properties around the GIC-composite resin interface.

MATERIALS AND METHODS

Obtaining teeth, and cavities preparation

For this study, 20 extracted, caries-free, human permanent molars were used. The teeth were obtained from the Human Teeth Bank of the State University of Ponta Grossa – Brazil, after the research was approved by the Research Ethics Commission of the institution. The teeth were randomly allocated into four groups of

five teeth to receive the procedures and materials indicated in Table 1.

Before procedures, the teeth were cleaned using pumice/water slurry, and rinsed copiously. Occlusal Class I cavities (6mm length x 4mm width x 4mm depth in dentin) were prepared for each group. Cavity preparations were cut using cylindrical diamond burs #1141 (KGSorensen, São Paulo, Brazil) in a high speed handpiece with copious water cooling. Each diamond tip was replaced every five preparations. The pulp chambers of crowns were sealed with composite resin in case of exposition. The cavities were finished with sharp manual instruments.

Restorative procedures

Two sequences for closed sandwich technique were used.

(1) Original sequence (etching GICs surface): active dentin conditioning with 11.5% polyacrylic acid for ten seconds, washing for 30 seconds and drying; GIC insertion at whole dentin portion (up to the dentinoenamel junction) using an insulin syringe (Medinject 1 ml - Med Goldman Indústria e Comércio Ltda, Brazil) with hypodermic needle 1.20 X 40mm (BD PrecisionGlide™) previously cut and curved; RMGIC light cure or waiting time for the CGIC (seven minutes from the start of mixing); enamel margins and GICs surface etching with 37.5% phosphoric acid for 30 seconds, washing for 30 seconds and drying; application of bonding agent (Single Bond/3M ESPE, St. Paul, MN, USA); and incremental insertion of the composite resin (Filtek Z250/3M ESPE). Approximately 3mm of composite resin was inserted on GICs.

(2) Alternative sequence (without etching GICs surface): all steps of original sequence were executed, but a change in sequence. The enamel etching was done before GICs insertion, and the bonding agent was applied as soon as the inserted RMGIC was light cured and CGIC inserted had lost its brightness (Table 1).

One CGIC (Ketac-Fil Plus/3M ESPE) and one RMGIC (Vitrebond/3M ESPE) were used in this study. All materials were applied following the manufacturers' instructions.

A LED light-curing unit (L.E.Demetron - Demetron Research Corporation, USA) was used for photopolymerization and the output was monitored periodically throughout the experiment using a radiometer (LED Radiometer - Demetron Research Corporation, USA). A minimal light intensity of 600 mW/cm² was required for the experiments. All restorative procedures were made at a room temperature of 23°C ± 2°C and relative air humidity of 50% ± 10%, as recommended by ANSI/ADA specification.²² The specimens were stored in distilled water for 7 days at 37°C. All

cavity preparations, manipulations and restorations were performed by the same experienced operator to prevent any variation due to operator skill. The operator performed these procedures under 3.5x magnification.

Obtaining specimens, preparation for nanoindentation and testing

After the storage period, the roots were removed from the crown approximately 2mm below the cemento-enamel junction, using a slow-seep diamond saw under copious water spray. The pulp necrotic debris were removed with a stainless steel instrument and the pulp chambers of crowns were sealed with composite resin prior to fixation on the clamping device of a cutting machine (IsoMet 1000 Precision Saw – Buehler, Illinois, EUA).

The sandwich restorations center areas were delimited in order to separate two bonded beams of each tooth used in the nanoindentation test. The teeth were sectioned (Buehler IsoMet Diamond Wafering Blades/15HC/11-10066/76mm x 0,02mm) into serial slabs and then into beams with cross sectional areas of approximately 1 mm². Each cut was externally attached with sticky wax (Cerafix - Ind. e Com. de Artigos Odontológicos Ltda Me, São Paulo, Brazil) to prevent vibration of specimens. Beams were kept moist all the time to avoid any dehydration changes in the GICs that might have affected the GICs/composite resin interface.

The beams were fastened to 'sample holders' with the aid of paraffin. Initially they were abraded with silicon carbide abrasive papers of decreasing abrasiveness (600, 1000, 1200, 1500, 2000, and 4000). Polishing was carried out with diamond suspensions (1 and 0.25 µm), in an automatic polishing device, Aropol S (Arotec, Cotia, São Paulo, Brazil) at 300 rpm. Finally, the specimens were placed in an ultrasonic water bath for 5 minutes to remove any remaining debris. After that, one of the two specimens of each group was selected and submitted to the nanoindentation test.

The nanoindentation experiments were made using a Nano Indenter XP (MTS Systems Corp., Oak Ridge, TN, USA). A Berkovich triangular pyramidal diamond indenter was employed. Knowledge of the exact shape of the pyramidal diamond indenter is critical to the determination of properties.²³ Thus, calibration indents were made on fused silica. For experiments, the surface approach rate of the nanoindenter was set at 10 nm/s with an applied load of 50 mN. The duration of the loading and unloading indentation was set at 10 seconds each, and the load was maintained

constant for 4 seconds at maximum load. The tests were made at room temperatures ($24^{\circ}\text{C} \pm 0.2^{\circ}\text{C}$). Unlike RC/dentin interface, there was a tenuous line between GICs and composite resin. Therefore, eighteen indentation tests using a 2 X 9 matrix were made for each beam around the GICs/composite resin interface. The indents were located at least 50 μm apart to avoid the influence of residual stresses from adjacent impressions. The hardness and elastic modulus were determined by the Oliver and Pharr method.²⁴

Damp gauzes were placed next to beams during the nanoindentation experiments to reduce dehydration of GICs (Figure 1).

Statistical analysis

As the Kolmogorov and Smirnov method demonstrated that data were not normally distributed, and Bartlett's test demonstrated that the variances were not equal among the groups, Kruskal-Wallis non-parametric test with Dunn's multiple comparisons were used ($\alpha = 0.05$). The tests were performed using GraphPad InStat 3.06.

RESULTS

The mean values and standard deviations of hardness and modulus of elasticity around the GICs/composite resin interface of all experimental groups are presented in Tables 2, 3, 4 and 5.

The statistical analysis indicated a significant difference for the hardness (Table 2) and modulus of elasticity between CGIC and RMGIC (Table 4). RMGIC had the lowest hardness (0.13 – 0.19 GPa), and modulus of elasticity (2.85 – 4.09 GPa), while CGIC had the highest values (1.15-1.16 GPa and 19.24-19.96 GPa). However, there were no significant differences in results for GICs between techniques.

For composite resin, significant differences for the hardness was found between G3 and G2, and G3 and G4, i.e. composite resin next to CGIC using the alternative technique had significantly higher values than composite resin next to RMGIC in both techniques (Table 3). The only significant difference for modulus of elasticity of composite resin can be observed between G2 and G3 (Table 5). As was the case for the GICs, there were no significant differences in hardness and modulus of elasticity for composite resin between techniques.

DISCUSSION

For a long time there has been concern about the early protection of cement from

hydration or dehydration, and some methods have been suggested for avoiding etching of the glass-ionomer base.^{10,14} Over the years, some procedures have also been described for increasing the efficiency of the placement of laminate restoration that reduces both technique sensitivity and placement time by eliminating a number of the steps required for a conventional sandwich restoration.²³⁻²⁶

McLean^{10,14} developed a technique to avoid acid etching of the glass-ionomer base and improve the adhesion between the cement and composite resin. Dentin is conditioned with polyacrylic acid and fast-setting glass-ionomer is injected to cover all dentin surfaces. A ball-ended instrument is used to apply and to spread the bonding agent over the surface and adapt the lining onset cement. Once the cement is adapted, the bonding agent may be light cured and any excess removed from the enamel wall prior to the acid-etching procedure for the composite resin. The bonding agent protects the cement during etching and still forms a strong bond to the resin surface of the composite. Knight²⁵ suggested the simultaneous curing of unpolymerized composite resin and inactivated RMGIC, and he defined this as the co-curing technique. The preparation is etched with phosphoric acid on the cavosurfaces to etch the enamel and remove the smear layer from the dentin. Then, the RMGIC is placed at the base up to the dentinoenamel junction of the preparation and cured. The remaining preparation and occlusal surface are covered with a thin layer of RMGIC. A plastic instrument is used to place a small plug of resin into the center of the uncured GIC. The resin is puddled toward the periphery of the cavity and over the occlusal fissures with a ball-ended burnisher so that the RMGIC is displaced to the margins of the preparation. The GIC and resin are cured simultaneously. The authors did not use bond agents in this technique. Pinheiro et al²⁶ described a sequence in which it was not necessary to wait for the maturity of the CGIC, or to light-cure the RMGIC, or to etch the ionomer surface. The preparation was etched with phosphoric acid on the enamel walls followed by the application of primer. After GIC was inserted into the cavity, the bonding agent was immediately applied and light-cured before the placement of the composite resin. Knight et al²⁷ described and studied the co-cure technique using CGIC. The RMGIC layer bond and composite resin may be co-cured to CGIC either before or after initial set has occurred. Gopikrishna et al²⁸ suggested a modified protocol using self-etching primer and glass-ionomer based adhesive. According to these authors, self-etching systems combine the functions of primer and adhesive components and do not need an 'etch-

and-rinse' phase, which not only decreases clinical application time, but also significantly reduces technique sensitivity. They hypothesized that carboxylic monomers in self-etch primers could have chemically bonded to calcium in unset GIC and, hence, a chemical union could be one possible reason for the higher bond strength. Possible questions about this latter protocol relate to the quality of adhesion provided by self-etching systems to enamel.

In this current study, the proposed alternative sequence for sandwich technique applied a sequence in which dentin was conditioned with polyacrylic acid and enamel was conditioned with phosphoric acid without the GICs' surface being wetted or dehydrated (Table 1). Consequently, the nanoindentation test was chosen to analyze the mechanical properties of materials around the GICs/composite resin interface.

Nanoindentation has emerged as a powerful tool for measuring nano and microscale mechanical properties in tissues and other biomaterials,²⁹ and has been widely used in composite resin,³⁰⁻³³ and adhesive layer research.^{34,35}

Nanoindentation, also known as depth-sensing indentation, involves the application of a controlled load onto the surface of a material to induce local surface deformation. Load and displacement are monitored during loading and unloading, and properties such as hardness and modulus of elasticity are calculated from the unloading curves using well-established equations based on elastic contact theory.³⁶ Similarly, microhardness testing (e.g. Vickers and Knoop indentation) has been used to investigate the mechanical properties of teeth and biomaterials. Nanoindentation improves upon the spatial, force, and displacement resolutions of these traditional techniques to provide a powerful tool for the characterization of tissues and other biomaterials with nanometric resolution. Because of its small probe size, nanoindentation can be used to measure local material properties in small, thin and heterogeneous samples, as well as microstructural features in complex biomaterials.²⁹

In a conventional microhardness test, the area of contact is determined by imaging of the indentation after the load is removed and measuring the diagonal lengths. Since conventional microhardness testers require direct imaging of the indentations to obtain hardness, large errors are introduced due to measurement of the diagonal lengths, especially when the indentations are small. In addition, the conventional hardness test is essentially a test of hardness under load, and it is subject to some error due to varying elastic contraction of the diagonal. On the other

hand, nanohardness data can be obtained from a depth-sensing instrument without imaging the indentations because hardness can be calculated from data along the loading curve. This feature provides greatly improved repeatability and time saving over conventional microhardness techniques.²³

To date, there have been no published studies regarding nanoindentation of GICs, probably because the nanoindentation tests are performed in dry conditions, and this can change the properties of materials. Approximately 24% of conventional hardened cements is water,¹⁶ and RMGICs have a slightly lower water content than CGICs.²⁰ The best condition for GICs is an environment that is high in humidity (c. 80% relative humidity), but not wet.¹⁵ Thus, considering this important factor, desiccation of the cement was avoided in our study. Three of the four specimen faces were covered and protected by paraffin, and damp gauzes were placed next to beams to reduce dehydration of GICs at the testing surface (Figure 1). The humidity conditions were monitored throughout the experiment. From the results obtained, the nanoindentation methodology of GICs used in this study seems effective in analyzing the mechanical properties of these cements.

The use of the nanoindentation technique requires a very smooth and flat sample surface.³² Surface roughness can have a significant impact on the measurements.²⁹ If the amplitude of the surface asperities is large, the indenter will only have sporadic contact points with the material until it penetrates below the surface. The real contact area will be smaller than the one assumed by the depth measurement and indenter geometry, and consequently the real result will be altered.³⁷ To minimize errors arising from surface roughness, the specimens must be well polished prior to indentation.²⁹

It is uncommon to encounter GICs and composite resins with just one filler size. Most commercial formulations have a mixture of filler sizes with a mean value given by the manufacturer. The materials used in this study had a filler size ranging between 5nm and 50 μm (Z250 - range of 0.01 to 3.5 μm ; Ketac Fil Plus < 50 μm ; Vitrebond - values are not available in technical product profile; Single Bond $\pm$ 5nm). Nanoindentation of GICs and composite resin resulted in a wide range of measured values for the hardness and elastic modulus because of the size of the filler particle, the location of the indenter within the filler particle, the location of the indenter within the filler/resin and filler/GICs matrix, and the location of the indenter within the resin and GICs matrix (Tables 2, 3, 4 and 5). Drummond³¹ also observed a wide range of

measured values for composite resins hardness and elastic modulus in nanoindentation tests. For a hybrid filler (Micronew), his study showed elastic modulus in the range of 8-45 GPa, and hardness in the range of 1-5GPa.

Direct comparisons of modulus of elasticity values, obtained from different testing methodologies would not be entirely suitable if the special conditions of each experiment were not taken into account. Modulus of elasticity values measured for polymers using depth sensing indentation devices were significantly higher than values measured using tensile testing.³² Nanoindentation is mainly a surface technique and possible sample flaws, like the presence of pores, which may affect the bulk properties of materials as measured with other techniques, are unlikely to affect nanoindentation modulus values.³² In this present study, the values obtained for modulus of elasticity for microhybrid composite resin were in the range of 15.38-15.01 GPa, and our results are in agreement with composite resin results reported by other researchers in nanoindentation tests ranging between 11.50 and 17.03 GPa.³¹⁻³³ The values obtained for modulus of elasticity for CGIC and RMGIC by nanoindentation tests obtained in this study cannot be compared because there are no other published studies of GIC nanoindentation.

On the other hand, the nanoindentation method and conventional microhardness tests seem to reflect the same trends. In this current study, the values obtained for nanohardness tests for Ketac-Fil Plus were in the range of 1.15-1.16 GPa, and other studies with the same CGIC showed microhardness values of 1.29³⁸ and 1.73 GPa.³⁹ In this present study, the values obtained from the nanohardness test for Vitrebond were in the range of 0.13-0.19 GPa, and microhardness studies have shown values of 0.11⁴⁰ and 0.15⁴¹ for the same trademark. Despite the significant differences of hardness and modulus of elasticity between CGIC and RMGIC, no significant differences were observed among techniques (Tables 2 and 4). No significant differences related to composite resin were also observed among techniques. We found significantly higher values of hardness in composite resin next to CGIC using the alternative technique in comparison with composite resin next to RMGIC, but composite resin showed the same behavior in the same technique (Table 3).

GIC/composite resin adhesion interface can be influenced by many factors. While some are easier to control, such as the thickness of cement⁴² and the time elapsed between mixing the GIC and placement of the bond agent,⁴³ others are more difficult to control, such as the combination between different types of GICs and

composite resin,⁴³⁻⁴⁵ and different etching times for each type of GICs.⁴⁶ Apparently, some combinations of GICs and resins are more effective than others.⁴³⁻⁴⁵ According to Fuss et al⁴⁶, the chemistry of the glass ionomer system is relatively complex and not all formulas on the market are the same. GICs produced by different manufacturers are not necessarily the same in their response to clinical handling. There is, amongst other variations, a difference in powder particle size and also a variety of polyacrylic acids are used in the formulas. It has been shown that not all GICs which are marketed for lining under composite resin respond in the same way to etching with orthophosphoric acid.⁴⁶ The GICs used in this study were established in the literature as good quality materials. Consequently, further studies with other commercially available GICs are needed to clarify the effectiveness of the alternative sequence related to GIC/composite resin interface.

CONCLUSION

Results showed that there were no significant differences between techniques. Etching the surface of GICs did not result in better mechanical properties of GICs and composite resin. Our observations to date indicate that an alternative sequence seems to be a good option for sandwich restorations. It increases the efficiency of the placement of laminate restoration to reduce technique sensitivity and placement time, especially when CGIC is utilized.

REFERENCES

1. Knibbs PJ. The clinical performance of a glass polyalkenoate (glass ionomer) cement used in a sandwich technique with a composite resin to restore Class II cavities. *Br Dent J* 1992;172:103-107.
2. van Dijken JW, Kieri C, Carlén M. Longevity of extensive class II open-sandwich restorations with a resin-modified glass-ionomer cement. *J Dent Res* 1999;78:1319-1325.
3. Andersson-Wenckert IE, van Dijken JW, Kieri C. Durability of extensive Class II open-sandwich restorations with a resin-modified glass ionomer cement after 6 years. *Am J Dent* 2004;17: 43-50.
4. Neo J, Chew C. Direct tooth-colored materials for noncarious lesions: A 3-year clinical report. *Quintessence Int* 1996;27:183-188.
5. Francisconi LF, Scaffa PMC, Barros VR, Coutinho M, Francisconi PA. Glass ionomer cements and their role in the restoration of non-carious cervical lesions. *J Appl Oral Sci* 2009;17:364-369.
6. Cannon ML. A clinical study of the open sandwich technique in pediatric dental practice. *J Dent Child* 2003;70:65-70.
7. Atieh M. Stainless steel crown versus modified open-sandwich restorations for primary molars: a 2-year randomized clinical trial. *Int J Pediatr Dent* 2008;18:325–332.
8. Opdam NJ, Bronkhorst EM, Roeters JM, Loomans BA. Longevity and reasons for failure of sandwich and total-etch posterior composite resin restorations. *J Adhes Dent* 2007;9:469-475.
9. McLean JW, Wilson AD. The clinical development of the glass-ionomer cement II. Some clinical applications. *Aust Dent J* 1977;22:120-127.
10. McLean JW. Clinical applications of glass-ionomer cements. *Oper Dent* 1992;(5 suppl):184-190.
11. Davidson CL. Advances in glass-ionomer cements. *J Appl Oral Sci* 2006;14(special issue):3-9.
12. Mount GJ, Ngo H. Minimal intervention: a new concept for operative dentistry. *Quintessence Int* 2000;31:527-533.
13. McLean JW. Dentinal bonding agents versus glass-ionomer cements. *Quintessence Int* 1996;27:659-667.

14. McLean JW. The clinical use of glass-ionomer cements. *Dent Clin North Am* 1992;36:693-711.
15. Wilson AD, McLean JW. Glass-ionomer cement. Chicago: Quintessence, 1988.
16. Mount GJ. Atlas de cimento de ionômero de vidro: guia para o clínico. São Paulo: Livraria Santos Editora Ltda, 1996.
17. Mount GJ. Esthetics with glass-ionomer cements and the 'sandwich' technique. *Quintessence Int* 1990;21:93-101.
18. Wilson AD, Paddon JM. Dimensional changes occurring in a glass-ionomer cement. *Am J Dent* 1993;6:280-282.
19. Wilson AD. Developments in glass-ionomer cements. *International J Prosthodont* 1989;2:438-446.
20. Mount GJ, Patel C, Makinson OF. Resin modified glass-ionomers: strength, cure depth and translucency. *Aust Dent J* 2002;47:339-343.
21. Kerby RE, Knobloch L. The relative shear bond strength of visible light-curing and chemically-curing glass ionomer cement to composite resin. *Quintessence Int* 1992;23:641-644.
22. ANSI/ADA. Specification number 66 for dental glass ionomer cements: Council on Dental Materials, Instruments and Equipment. *J Am Dent Assoc* 1989;119:205.
23. Doerner MF, Nix WD. A method for interpreting the data from depth-sensing indentation instruments. *J Mater Res* 1986;1:601-609.
24. Oliver WC, Pharr GM. An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments. *J Mater Res* 1992;7:1564-1583.
25. Knight GM. The co-cured, light-activated glass-ionomer cement-composite resin restoration. *Quintessence Int* 1994;25:97-100.
26. Pinheiro SL, Oda M, Matson E, Duarte DA, Guedes-Pinto AC. Simultaneous activation technique: an alternative for bonding composite resin to glass ionomer. *Pediatr Dent* 2003;25:270-274.
27. Knight GM, McIntyre JM, Mulyani. Bond strengths between composite resin and auto cure glass ionomer cement using the co-cure technique. *Aust Dent J* 2006;51:175-179.
28. Gopikrishna V, Abarajithan M, Krithikadatta J, Kandaswamy D. Shear bond strength evaluation of resin composite bonded to GIC using three different adhesives. *Oper Dent* 2009;4:467-471.

29. Ebenstein DM, Pruitt LA. Nanoindentation of biological materials. *Nanotoday* 2006;1:26-33.
30. Ho E, Marcolongo M. Effect of coupling agents on the local mechanical properties of bioactive dental composites by the nano-indentation technique. *Dent Mater* 2005;21:656–664.
31. Drummond JL. Nanoindentation of dental composites. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater* 2006;78:27-34.
32. Masouras K, Akhtar R, Watts DC, Silikas N. Effect of filler size and shape on local nanoindentation modulus of resin-composites. *J Mater Sci Mater Med* 2008;19:3561–3566.
33. Souza JA. Mechanical properties at macro, micro and nanometric scale of four nanoparticles reinforced dental composites. [in Portuguese]. Rio de Janeiro: Doctoral Theses, 2010;135.
34. Higashi C, Michel MD, Reis A, Loguercio AD, Gomes OMM, Gomes JC. Impact of adhesive application and moisture on the mechanical properties of the adhesive interface determined by the nano-indentation technique. *Oper Dent* 2009;34:51-57.
35. Pupo Y, Michél M, Gomes OM, Lepienski C, Gomes JC. Effect of the regional variability of dentinal substrate and modes of application of adhesive systems on the mechanical properties of the adhesive layer *J Conserv Dent* 2012;15:132-136.
36. Fischer-Cripps AC. Nanoindentation. New York: Springer, 2002.
37. Menčík J, Swain MV. Errors associated with depth-sensing microindentation tests. *J Mater Res* 1995;10:1491-1501.
38. Khouw-Liu VHW, Anstice HM, Pearson GJ. An in vitro investigation of a poly (vinyl phosphonic acid) based cement with four conventional glass-ionomer cements Part 2: maturation in relation to surface hardness. *J Dent* 1999;27:359–365.
39. Xie D, Brantley WA, Culbertson BM, Wang G. Mechanical properties and microstructures of glass-ionomer cements. *Dent Mater* 2000;16:129–138.
40. Bourke AM, Walls AW, McCabe JF. Light-activated glass polyalkenoate(ionomer) cements: the setting reaction. *J Dent* 1992;20:115-120.
41. Tsuruta S, Viohl J. Influence of storage humidity on hardness of light-cured glass polyalkenoate cements. *Dent Mater J* 1996;15:51-57.

42. Oilo G, Um CM. Bond strength of glass-ionomer cement and composite resin combinations. *Quintessence Int* 1992;23:633-639.
43. Hinoura K, Suzuki H, Onose H. Factors influencing bond strengths between unetched glass ionomers and resins. *Oper Dent* 1991;16:90-95.
44. Hinoura K, Moore BK, Phillips RW. (1987) Tensile bond strength between glass ionomer cements and composite resins. *J Am Dent Assoc* 1987;114:167-172.
45. Mount GJ. The tensile strength of the union between various glass ionomer cements and various composite resins. *Aust Dent J* 1989;34:136-146.
46. Fuss J, Mount GJ, Makinson OF. The effect of etching on a number of glass ionomer cements. *Aust Dent J* 1990;35:338-344.

TABLES AND LEGENDS

Table 1. Experimental groups, bond procedures and products tested.

Groups	Techniques	
G1	Original sequence	D-cond + KF + E/GIC-cond + SB + CR
G2		D-cond + VB + E/GIC-cond + SB + CR
G3	Alternative sequence	D-cond + E-cond + KF + SB + CR
G4		D-cond + E-cond + VB + SB + CR

Dentin conditioning (D-cond); Enamel conditioning (E-cond); Enamel and glass ionomer cement conditioning (E/GIC-cond); Ketac Fil Plus (KF); Vitrebond (VB); Single Bond (SB); Filtek Z250 (CR).

Table 2. Hardness of glass-ionomer cements in different techniques.

GIC/CR	Group	Technique	Hardness (GPa)			
			GIC			
			Mean $\pm$ SD	minimum	maximum	range
Ketac Fil + Z250	G1	Original sequence	1.15 $\pm$ 0.69 ^a	0.10	2.89	2.79
	G3	Alternative sequence	1.16 $\pm$ 0.86 ^a	0.12	3.66	3.54
Vitrebond + Z250	G2	Original sequence	0.13 $\pm$ 0.03 ^b	0.06	0.24	0.18
	G4	Alternative sequence	0.19 $\pm$ 0.09 ^b	0.08	0.54	0.46

Glass ionomer cements (GIC); Composite resin (CR).

Results designated with the same superscript are not statistically different.

GICs Kruskal-Wallis (H=109.5012) and Dunn's Multiple Comparisons Test $p < 0.0001$.

Table 3. Hardness of composite resin in different techniques.

GIC/CR	Group	Technique	Hardness (GPa)			
			CR			
			Mean $\pm$ SD	minimum	maximum	range
Ketac Fil + Z250	G1	Original sequence	1.03 $\pm$ 0.13 ^{ab}	0.68	1.39	0.71
	G3	Alternative sequence	1.08 $\pm$ 0.11 ^b	0.89	1.32	0.43
Vitrebond + Z250	G2	Original sequence	0.98 $\pm$ 0.22 ^a	0.62	1.53	0.91
	G4	Alternative sequence	0.98 $\pm$ 0.16 ^a	0.73	1.36	0.63

Glass ionomer cement (GIC); Composite resin (CR).

Results designated with the same superscript are not statistically different.

CR Kruskal-Wallis (H=11.8200) and Dunn's Multiple Comparisons Test $p = 0.0080$.

Table 4. Modulus of elasticity of glass-ionomer cements in different techniques.

GIC/CR	Group	Technique	Modulus of elasticity (GPa)			
			GIC			
			Mean $\pm$ SD	minimum	maximum	range
Ketac Fil + Z250	G1	Original sequence	19.24 $\pm$ 8.62 ^a	2.90	42.66	39.75
	G3	Alternative sequence	19.96 $\pm$ 9.71 ^a	2.52	49.15	46.63
Vitrebond + Z250	G2	Original sequence	2.85 $\pm$ 0.82 ^b	1.08	4.68	3.60
	G4	Alternative sequence	4.09 $\pm$ 1.58 ^b	2.04	7.91	5.87

Glass ionomer cement (GIC); Composite resin (CR).

Results designated with the same superscript are not statistically different.

Kruskal-Wallis (H=100.2098) and Dunn's Multiple Comparisons Test $p < 0.0001$.

Table 5. Modulus of elasticity of composite resin in different techniques.

GIC/CR	Group	Technique	Modulus of elasticity (GPa)			
			CR			
			Mean $\pm$ SD	minimum	maximum	range
Ketac Fil + Z250	G1	Original sequence	15.78 $\pm$ 1.79 ^{ab}	11.43	19.85	8.42
	G3	Alternative sequence	16.74 $\pm$ 1.29 ^a	14.42	20.03	5.61
Vitrebond + Z250	G2	Original sequence	15.01 $\pm$ 3.05 ^b	10.66	20.82	10.16
	G4	Alternative sequence	15.38 $\pm$ 2.50 ^{ab}	10.80	19.98	9.18

Glass ionomer cement (GIC); Composite resin (CR).

Results designated with the same superscript are not statistically different.

Kruskal-Wallis (H=9.7874) and Dunn's Multiple Comparisons Test p 0.0205.

FIGURE

Fig 1 Beams and damp gauzes during the nanoindentation experiment



TITLE PAGE

ALTERNATIVE SEQUENCE EVALUATION FOR SANDWICH TECHNIQUE BY
NANOMECHANICAL PROPERTIES ANALYSIS OF GLASS-IONOMER CEMENT -
INTERFACE - COMPOSITE RESIN: 7 DAYS AND 24 MONTHS STORAGE

KeyWords: composite resin, elastic modulus, glass ionomer cements, hardness, mechanical phenomena, phosphoric acid.

Author information:

*Vania Aparecida Oliveira Queiroz, PhD student, professor, Department of Dentistry, School of Dentistry, Ponta Grossa State University, Paraná, Brazil.

vaniaq@globo.com

*Milton Domingos Michel, PhD, Department of Materials Engineering, Ponta Grossa State University, Paraná, Brazil.

mdmichelbr@yahoo.com.br

*Carlos Maurício Lepienski, PhD, Department of Physics, Federal University of Paraná, Paraná, Brazil.

<http://fisica.ufpr.br/cmlepienski>

*Osnara Maria Mongruel Gomes, PhD, professor, Department of Dentistry, School of Dentistry, Ponta Grossa State University, Paraná, Brazil.

osnaramgomes@uol.com.br

*João Carlos Gomes, PhD, professor, Department of Dentistry, School of Dentistry, Ponta Grossa State University, Paraná, Brazil.

gomesjoaocarlos@uol.com.br

Corresponding author:

Vania Aparecida Oliveira Queiroz

vaniaq@globo.com

Address: St Comendador Miró, 711

Ponta Grossa, Paraná, Brazil CEP: 84010-160

Fax number 0554232247351

MAIN TEXT

INTRODUCTION

The sandwich technique was described by McLean and Wilson,¹ in which the glass-ionomer cement (GIC) is used for dentin replacement and composite resin (CR) replacing the enamel. It has been used successfully for several years.²⁻⁸ This technique has many indications in dentistry and currently even more, because of minimal invasive dentistry principles.

The glass-ionomer cements (GICs) offer many advantages, however, they are vulnerable to moisture and dehydration,^{9,10} and over the years, many authors have been recommended changes in technique sequence or materials used for avoiding acid etching of these cements.¹¹⁻¹⁶

Some tests were carried out for these sequences evaluations: microleakage with scanning electron microscopy evaluation,¹⁴ tensile bond strength¹⁴ and shear bond strength.^{15,16} The mechanical properties analysis of GIC, interface and composite resin is also an important factor that can be considered. Nanoindentation has emerged as a powerful tool for measuring nano and microscale mechanical properties in tissues and other biomaterials.¹⁷ Because of its small probe size, nanoindentation can be used to measure local material properties in small, thin and heterogeneous samples,¹⁷ and has been used in composite resin,¹⁸⁻²⁰ and adhesive layer research.^{19,20}

Due to its setting reaction, the mechanical properties of glass-ionomer cement improve with time,^{9,10} and the time is another factor that can be analyzed. Therefore, the objective of this study was to evaluate an alternative sequence for the sandwich technique using nanoindentation to analyze the mechanical properties of GIC, interface and composite resin, in 7 days and 24 months storage.

MATERIALS AND METHODS

Obtaining teeth, distribution within the groups, and cavities preparation

For this study, 40 extracted, caries-free, human permanent molars were used. The teeth were obtained from the Human Teeth Bank of the State University of Ponta Grossa – Brazil, after the research was approved by the Research Ethics Commission of the institution. The teeth were randomly allocated into eight groups of five teeth to receive the procedures and materials indicated in Table 1.

Before procedures, the teeth were cleaned using pumice/water slurry, and rinsed copiously. Occlusal Class I cavities (6mm length x 4mm width x 4mm depth in dentin) were prepared. Cavity preparations were cut using cylindrical diamond burs #1141 (KGSorensen, São Paulo, Brazil) in a high speed handpiece with copious water cooling. Each diamond tip was replaced every five preparations.

Restorative procedures

One conventional glass-ionomer cement (CGIC) (Ketac™ Fil Plus/3M ESPE) and one resin-modified glass-ionomer cement (RMGIC) (Vitrebond™/3M ESPE) were used in this study in two sequences of closed sandwich technique: with or without acid etching cements surfaces.

(1) Conventional sequence (etching GICs surface): dentin conditioning with 11.5% polyacrylic acid for ten seconds (Vidrion Conditioner/SSWhite), washing for 30 seconds and drying; GIC insertion up to the dentinoenamel junction, the RMGIC was inserted in two parts of 2mm of thickness and light-cured for 30 seconds, the CGIC was inserted in a single portion and waiting seven minutes from the start of mixing; enamel margins and GICs surface etching with 37.5% phosphoric acid for 30 seconds (Condac 37/FGM), washing for 30 seconds and drying; application of bonding agent (Adper™ Single Bond/3M ESPE, St. Paul, MN, USA) and light-cure for 10 seconds; and incremental insertion of the composite resin (Filtek Z250/3M ESPE), and light-cure for 40 seconds in each increase.

(2) Alternative sequence (without etching GICs surface): all steps of conventional sequence were executed, but a change in sequence as set out in the Table 1. The enamel etching was done before GICs insertion, and the bonding agent was applied as soon as the inserted RMGIC was light cured, and CGIC inserted had lost its brightness, without waiting seven minutes from the start of mixing. A LED light-curing unit (L.E.Demetron - Demetron Research Corporation, USA) was used for photopolymerization and the output was monitored periodically throughout the experiment using a radiometer (LED Radiometer - Demetron Research Corporation, USA). A minimal light intensity of 600 mW/cm² was required for the experiments.

All cavity preparations, manipulations and restorations were performed by the same operator and all materials were applied following the manufacturers' instructions. The restorative procedures were made at a room temperature of 23°C ± 2°C and relative air humidity of 50% ± 10%, as recommended by ANSI/ADA specification.²¹ The specimens were stored in distilled water for 7 days and 24

months at 37°C, changed weekly.

Obtaining specimens, preparation for nanoindentation and testing

After the storage period, the roots were removed from the crown approximately 2mm below the cemento-enamel junction, using a slow-speed diamond saw under copious water spray. The pulp necrotic debris were removed with a stainless steel instrument and the pulp chambers of crowns were sealed with composite resin prior to fixation on the clamping device of a cutting machine (IsoMet 1000 Precision Saw – Buehler, Illinois, EUA).

The teeth were sectioned at the sandwich restorations center areas (Buehler IsoMet Diamond Wafering Blades/15HC/11-10066/76mm x 0,02mm) into a slab with approximately 1.5 mm. Slabs were kept moist all the time to avoid any dehydration changes in the GICs that might have affected the GICs/composite resin interface.

The slabs were fastened to 'sample holders' with the aid of paraffin. Initially they were abraded with silicon carbide abrasive papers of decreasing abrasiveness (600, 1200, 2000, and 4000). Polishing was carried out with diamond suspensions (4 and 1 µm), in an automatic polishing device, Aropol S (Arotec, Cotia, São Paulo, Brazil) at 300 rpm. Finally, the specimens were placed in an ultrasonic water bath for 5 minutes to remove any remaining debris.

The nanoindentation experiments were made using a Nano Indenter XP (MTS Systems Corp., Oak Ridge, TN, USA). A Berkovich triangular pyramidal diamond indenter was employed. Knowledge of the exact shape of the pyramidal diamond indenter is critical to the determination of properties.²² Thus, calibration indents were made on fused silica. For experiments, the surface approach rate of the nanoindenter was set at 10 nm/s with an applied load of 50 mN. The duration of the loading and unloading indentation was set at 10 seconds each, and the load was maintained constant for 4 seconds at maximum load. The tests were made at room temperatures (23°C ± 0.2°C). Unlike RC/dentin interface, there was a tenuous line between GICs and composite resin (Figure 1). Therefore, 16 indentation tests were made for each slab distributed in interface, GIC, and composite resin next to it. The hardness and elastic modulus were determined by the Oliver and Pharr method.²³

Absorbent paper towels were placed next to slabs during the nanoindentation experiments to reduce dehydration of GICs (Figure 2).

Statistical analysis

As the Kolmogorov and Smirnov method demonstrated that data were not normally distributed, and Bartlett's test demonstrated that the variances were not equal among the groups, Kruskal-Wallis non-parametric test with Dunn's multiple comparisons were used ($\alpha = 0.05$). The tests were performed using GraphPad InStat 3.06.

RESULTS

The mean values and standard deviations of hardness and modulus of elasticity of GICs, interface, and CR of all experimental groups in seven days and 24 months are presented in Tables 2 and 3.

Interface

The CGIC adhesives interfaces with etching surface (G1 and G5 – KetacTM Fil Plus + AdperTM Single Bond 2 – FiltekTM Z250 – Conventional Sequence) had gaps and degradations and they are not able to receive nanoindentations, neither in 7 days nor 24 months (Figure 3). All other, CGIC and RMGIC, groups showed regular interfaces with similar results, for both hardness and modulus of elasticity, in the two periods (Figure 4, 5, 6 and Tables 2 and 3). Every these tested interfaces showed no significant reduction in their mechanical properties. Only RMGIC-CR interface showed small improvement in modulus of elasticity (Tables 2 and 3).

GICs and Composite Resin

The CGIC (KetacTM Fil Plus) showed better mechanical properties than the RMGIC (VitrebondTM) in the two periods. The statistical analysis indicated a significant difference for the hardness (Table 2) and modulus of elasticity between CGIC and RMGIC (Table 3).

Despite no significant differences, the GICs and CR had improvement in mechanical properties after 24 months, with the exception of CGIC at Conventional Sequence that showed significant reduction in hardness and modulus of elasticity, 1.15 GPa (7 days) to 0.13 GPa (24 months), and 19.24 GPa (7 days) to 2.85 GPa (24 months), respectively (Tables 2 and 3). The composite resin has shown a tendency to better behavior when it is close to the CGIC, and after 24 months it showed results significantly superiors in mechanical properties when close to the no etching CGIC (Groups 3 and 7 – Tables 2 and 3).

Sequences

Both sequences have shown similar results when the RMGIC was used. However, when CGIC was used, the Alternative Sequence showed the best results. It has

shown better mechanical properties (CGIC, interface, and CR) while Conventional Sequence did not have interface (Tables 2 and 3 and Figures 3-6).

DISCUSSION

Knowledge of materials hardness and modulus of elasticity is fundamental in Operative Dentistry. Modulus of elasticity is a measure of the stiffness of a solid material. It is a fundamental parameter for materials application, because it is associated with many others mechanical properties in Dentistry, for example, tension leakage, rupture stress, and the critical temperature variation for cracking under the thermal shock. Hardness is the measure of how resistant solid matter is to various kinds of permanent shape change when a force is applied. Macroscopic hardness is, generally characterized by strong intermolecular bonds. Hardness is very appropriate for wear resistance evaluation, which is not this study focus. Hardness is related to the degree of superficial hardening and the mechanical resistance of material, and this is fundamental, given that superficial mechanical characteristics are directly related to the adhesive interface.

Similarly, microhardness testing (e.g. Vickers and Knoop indentation), nanoindentation involves the application of a controlled load onto the surface of a material to induce local surface deformation, with a difference that the load and displacement are monitored during loading and unloading, and properties such as hardness and modulus of elasticity are calculated from the unloading curves using well-established equations based on elastic contact theory.²⁴ Nanoindentation improves upon the spatial, force, and displacement resolutions of traditional techniques.¹⁷ In a conventional microhardness test, the area of contact is determined by imaging of the indentation after the load is removed and measuring the diagonal lengths. According to Doerner and Nix,²² since conventional microhardness testers require direct imaging of the indentations to obtain hardness, large errors are introduced due to measurement of the diagonal lengths, especially when the indentations are small. In addition, the conventional hardness test is essentially a test of hardness under load, and it is subject to some error due to varying elastic contraction of the diagonal.²² On the other hand, nanohardness data can be obtained from a depth-sensing instrument without imaging the indentations because hardness can be calculated from data along the loading curve. This feature provides greatly

improved repeatability and time saving over conventional microhardness techniques.²²

The nanoindentation method and conventional microhardness tests seem to reflect the same trends. In this current study, in 7 days groups, the values obtained for nanohardness tests for Ketac-Fil™ Plus were in the range of 1.15-1.16 GPa, and other studies with the same CGIC showed microhardness values of 1.29²⁵ and 1.73 GPa.²⁶ In this present study, the values obtained from the nanohardness test for Vitrebond™ were in the range of 0.13-0.19 GPa, and microhardness studies have shown values of 0.11²⁷ and 0.15²⁸ for the same trademark.

On the other hand, direct comparisons of modulus of elasticity values, obtained from different testing methodologies would not be entirely suitable if the special conditions of each experiment were not taken into account. Modulus of elasticity values measured for polymers using depth sensing indentation devices were significantly higher than values measured using tensile testing.²⁹ Nanoindentation is mainly a surface technique and possible sample flaws, like the presence of pores, which may affect the bulk properties of materials as measured with other techniques, are unlikely to affect nanoindentation modulus values.²⁹ In this present study, the values obtained for modulus of elasticity for microhybrid composite resin, Filtek™ Z250, were in the range of 15.38-15.01 GPa (in 7 days), and our results are in agreement with composite resin results reported by other researchers in nanoindentation tests ranging between 11.50 and 17.03 GPa.^{18,29,30}

Despite many positive factors of GICs, set cements that are not fully hardened are vulnerable to the effects of water,⁹ and suffer damage during acid-etching procedures. In the early stages of setting, the vital cement-forming Al^{3+} and Ca^{2+} ions are still in soluble form and they can be washed out by contact with water.^{11,31} Dehydration at this stage can be equally disastrous, since the water needed for cement formation will be reduced.¹¹ If this occurs the damage is permanent.¹¹ The interface conditions of G1 (in 7 days), and the interface conditions added to the significant reduction in CGIC mechanical properties of G5 (in 2 years) reflected clearly this sensibility (Table 2 and 3). Exception of CGIC (G5), all GICs and CR tended to improve your mechanical properties after 24 months, while the tested interfaces tended to reduce its mechanical properties. Maybe this interface tendency can be explained by hydrophilic characteristic of adhesive used on GICs, full of water in its composition. New studies with hydrophobic adhesives might be interesting.

The GICs response to the acid-etching procedures can be influenced by many factors.³² In addition, it has been shown that not all GICs which are marketed for lining under composite resin respond in the same way to etching with orthophosphoric acid.³² Therefore, despite the limitation of this *in vitro* research, we believe that etching GICs surface are undesirable proceeding, especially when CGIC is used.

To date, there have been no published studies regarding nanoindentation of GICs, probably because the nanoindentation tests are performed in dry conditions, and this can change the properties of materials. Approximately 24% of conventional hardened cements is water,¹⁰ and RMGICs have a slightly lower water content than CGICs,³³ but all GICs are water based cements. Thus, considering this important factor, dehydration of the cement was avoided in this study. By the results obtained, the nanoindentation methodology of GICs used in this study seems to be effective to analyze the mechanical properties of these cements.

CONCLUSION

The alternative sequence has performed a good option for sandwich technique when RMGIC was used, and it was the best option when CGIC was used.

REFERENCES

1. McLean JW, Wilson AD. The clinical development of the glass-ionomer cement II. Some clinical applications. *Aust Dent J* 1977;22:120-127.
2. Knibbs PJ. The clinical performance of a glass polyalkenoate (glass ionomer) cement used in a sandwich technique with a composite resin to restore Class II cavities. *Br Dent J* 1992;172:103-107.
3. van Dijken JW, Kieri C, Carlén M. Longevity of extensive class II open-sandwich restorations with a resin-modified glass-ionomer cement. *J Dent Res* 1999;78:1319-1325.
4. Andersson-Wenckert IE, van Dijken JW, Kieri C. Durability of extensive Class II open-sandwich restorations with a resin-modified glass ionomer cement after 6 years. *Am J Dent* 2004;17: 43-50.
5. Neo J, Chew C. Direct tooth-colored materials for noncarious lesions: A 3-year clinical report. *Quintessence Int* 1996;27:183-188.
6. Francisconi LF, Scaffa PMC, Barros VR, Coutinho M, Francisconi PA. Glass ionomer cements and their role in the restoration of non-carious cervical lesions. *J Appl Oral Sci* 2009;17:364-369.
7. Cannon ML. A clinical study of the open sandwich technique in pediatric dental practice. *J Dent Child* 2003;70:65-70.
8. Atieh M. Stainless steel crown versus modified open-sandwich restorations for primary molars: a 2-year randomized clinical trial. *Int J Pediatr Dent* 2008;18:325–332.
9. Wilson AD, McLean JW. *Glass-ionomer cement*. Chicago: Quintessence, 1988.
10. Mount GJ. *Atlas de cimento de ionômero de vidro: guia para o clínico*. São Paulo: Livraria Santos Editora Ltda, 1996.
11. McLean JW. Clinical applications of glass-ionomer cements. *Oper Dent* 1992;(5 suppl):184-190.
12. McLean JW. The clinical use of glass-ionomer cements. *Dent Clin North Am* 1992;36:693-711.
13. Knight GM. The co-cured, light-activated glass-ionomer cement-composite resin restoration. *Quintessence Int* 1994;25:97-100.
14. Pinheiro SL, Oda M, Matson E, Duarte DA, Guedes-Pinto AC. Simultaneous activation technique: an alternative for bonding composite resin to glass ionomer. *Pediatr Dent* 2003;25:270-274.

15. Knight GM, McIntyre JM, Mulyani. Bond strengths between composite resin and auto cure glass ionomer cement using the co-cure technique. *Aust Dent J* 2006;51:175-179.
16. Gopikrishna V, Abarajithan M, Krithikadatta J, Kandaswamy D. Shear bond strength evaluation of resin composite bonded to GIC using three different adhesives. *Oper Dent* 2009;4:467-471.
17. Ebenstein DM, Pruitt LA. Nanoindentation of biological materials. *Nanotoday* 2006;1:26-33.
18. Souza JA. Mechanical properties at macro, micro and nanometric scale of four nanoparticles reinforced dental composites. [in Portuguese]. Rio de Janeiro: Doctoral Theses, 2010;135.
19. Higashi C, Michel MD, Reis A, Loguercio AD, Gomes OMM, Gomes JC. Impact of adhesive application and moisture on the mechanical properties of the adhesive interface determined by the nano-indentation technique. *Oper Dent* 2009;34:51-57.
20. Pupo Y, Michél M, Gomes OM, Lepienski C, Gomes JC. Effect of the regional variability of dentinal substrate and modes of application of adhesive systems on the mechanical properties of the adhesive layer *J Conserv Dent* 2012;15:132-136.
21. ANSI/ADA. Specification number 66 for dental glass ionomer cements: Council on Dental Materials, Instruments and Equipment. *J Am Dent Assoc* 1989;119:205.
22. Doerner MF, Nix WD. A method for interpreting the data from depth-sensing indentation instruments. *J Mater Res* 1986;1:601-609.
23. Oliver WC, Pharr GM. An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments. *J Mater Res* 1992;7:1564-1583.
24. Fischer-Cripps AC. Nanoindentation. New York: Springer, 2002.
25. Khouw-Liu VHW, Anstice HM, Pearson GJ. An in vitro investigation of a poly (vinyl phosphonic acid) based cement with four conventional glass-ionomer cements Part 2: maturation in relation to surface hardness. *J Dent* 1999;27:359–365.
26. Xie D, Brantley WA, Culbertson BM, Wang G. Mechanical properties and microstructures of glass-ionomer cements. *Dent Mater* 2000;16:129–138.
27. Bourke AM, Walls AW, McCabe JF. Light-activated glass polyalkenoate(ionomer) cements: the setting reaction. *J Dent* 1992;20:115-120.

28. Tsuruta S, Viohl J. Influence of storage humidity on hardness of light-cured glass polyalkenoate cements. *Dent Mater J* 1996;15:51-57.
29. Masouras K, Akhtar R, Watts DC, Silikas N. Effect of filler size and shape on local nanoindentation modulus of resin-composites. *J Mater Sci Mater Med* 2008;19:3561–3566.
30. Drummond JL. Nanoindentation of dental composites. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater* 2006;78:27-34.
31. Mount GJ. Esthetics with glass-ionomer cements and the 'sandwich' technique. *Quintessence Int* 1990;21:93-101.
32. Fuss J, Mount GJ, Makinson OF. The effect of etching on a number of glass ionomer cements. *Aust Dent J* 1990;35:338-344.
33. Mount GJ, Patel C, Makinson OF. Resin modified glass-ionomers: strength, cure depth and translucency. *Aust Dent J* 2002;47:339-343.

TABLES AND LEGENDS

Table 1. Experimental groups, bond procedures and products tested.

Groups	Techniques		Number of teeth
G1 7 days G5 24 months	Conventional sequence	D-cond + KF + E/GIC-cond + SB + CR	5 5
G2 7 days G6 24 months		D-cond + VB + E/GIC-cond + SB + CR	5 5
G3 7 days G7 24 months	Alternative sequence	D-cond + E-cond + KF + SB + CR	5 5
G4 7 days G8 24 months		D-cond + E-cond + VB + SB + CR	5 5

Dentin conditioning (D-cond); Enamel conditioning (E-cond); Enamel and glass ionomer cement conditioning (E/GIC-cond); Ketac™ Fil Plus (KF); Vitrebond™ (VB); Adper™ Single Bond 2 (SB); Filtek™ Z250 (CR).

Table 2 – Hardness of GICs, interface, and composite resin in different sequences

Group	GIC + CR	Sequence	Hardness (GPa) Mean (± DP)					
			GIC (7 days)	GIC (2 years)	Interface (7 days)	Interface (2 years)	CR (7 days)	CR (2 years)
G1 G5	KF + Z250	Conventional	1.15 ^a (±0.69)	0.51 ^b (± 0.28)	-	-	1.03 ^{ab} (±0.13)	1.10 ^{ab} (±0.14)
G3 G7		Alternative	1.16 ^a (±0.86)	1.24 ^a (± 0.77)	0.42 ^a (±0.20)	0.40 ^a (±0.20)	1.08 ^{ab} (±0.11)	1.17 ^b (±0.18)
G2 G6	VB + Z250	Conventional	0.13 ^c (± 0.03)	0.18 ^d (±0.10)	0.40 ^a (±0.15)	0.39 ^a (±0.21)	0.98 ^a (±0.22)	1.05 ^{ab} (±0.18)
G4 G8		Alternative	0.19 ^d (±0.09)	0.18 ^d (±0.05)	0.46 ^a (±0.20)	0.44 ^a (±0.20)	0.98 ^a (±0.16)	1.06 ^{ab} (±0.14)

Notes: Ketac™ Fil Plus (KF); Vitrebond™ (VB); Filtek™ Z250 (Z250).

Results designated with the same superscript are not statistically different.

Statistical tests were performed separately for GICs, CR, and interface, therefore, the superscript letters are useful only for comparisons in same materials groups or interface.

White cells – was not possible to take scouting because of gaps or/and surface deterioration.

*CGIC (7 days and 2 years) – Kruskal-Wallis (H=29.0845) and Dunn's Multiple Comparisons Test p<0.0001

*CIVMR (7 days and 2 years) – Kruskal-Wallis (H=27.5137) and Dunn's Multiple Comparisons Test p<0.0001

*Interface (7 days and 2 years) – Kruskal-Wallis (H=2.5510) p=0.7688

*RC (7 days and 2 years) – Kruskal-Wallis (H=23.8273) and Dunn's Multiple Comparisons p=0.0012

Table 3 – Modulus of elasticity of GICs, interface, and composite resin in different sequences

Group	GIC + CR	Sequence	Modulus of Elasticity (GPa) Mean ($\pm$ DP)					
			GIC (7 days)	GIC (2 years)	Interface (7 days)	Interface (2 years)	CR (7 days)	CR (2 years)
G1 G5	KF + Z250	Conventional	19.24 ^a ($\pm$ 8.62)	8.14 ^b ($\pm$ 2.69)	-	-	15.78 ^{ab} ($\pm$ 1.79)	16.23 ^{ab} ($\pm$ 1.47)
G3 G7		Alternative	19.96 ^a ($\pm$ 9.71)	20.96 ^a ($\pm$ 5.80)	7.50 ^a ($\pm$ 2.82)	7.05 ^a ($\pm$ 2.14)	16.74 ^{ab} ($\pm$ 1.29)	17.30 ^b ($\pm$ 1.65)
G2 G6	VB + Z250	Conventional	2.85 ^c ($\pm$ 0.82)	3.76 ^d ($\pm$ 0.86)	6.62 ^a ($\pm$ 1.64)	7.19 ^a ($\pm$ 3.28)	15.01 ^a ($\pm$ 3.05)	15.20 ^{ab} ($\pm$ 1.99)
G4 G8		Alternative	4.09 ^d ($\pm$ 1.58)	4.51 ^d ($\pm$ 2.05)	7.28 ^a ($\pm$ 1.83)	7.69 ^a ($\pm$ 2.48)	15.38 ^{ab} ($\pm$ 2.50)	15.76 ^{ab} ($\pm$ 1.46)

Notes: KetacTM Fil Plus (KF); VitrebondTM (VB); FiltekTM Z250 (Z250).

Results designated with the same superscript are not statistically different.

Statistical tests were performed separately for GICs, CR, and interface, therefore, the superscript letters are useful only for comparisons in same materials groups or interface.

White cells – was not possible to take scouting because of gaps or/and surface deterioration.

*CGIC (7 days and 2 years) – Kruskal-Wallis (H=48.2706) and Dunn's Multiple Comparisons Test p<0.0001

*CIVMR (7 days and 2 years) – Kruskal-Wallis (H=29.0314) and Dunn's Multiple Comparisons Test p<0.0001

*Interface (7 days and 2 years) – Kruskal-Wallis (H=2.1406) p=0.8294

*RC (7 days and 2 years) – Kruskal-Wallis (H=21.7775) and Dunn's Multiple Comparisons p=0.0028

FIGURES

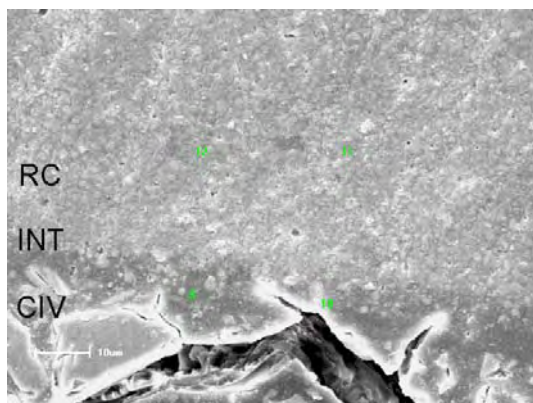


Figure 1 – Tenuous line GICs-CR adhesive interface. SEM 1.200x



Figure 2 – Slabs in nanoindenter. Absorbent paper towels placed next to slabs to reduce dehydration of GICs



Figure 3 – Optical microscopy image. Specimen Group 5, CGIC-CR interface – Conventional Sequence

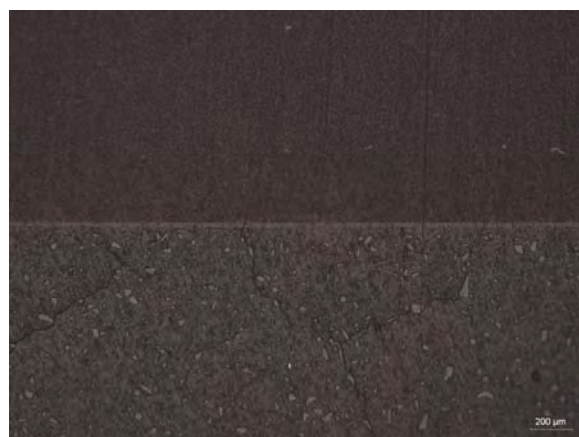


Figure 4 – Optical microscopy image. Specimen Group 6, RMGIC-CR interface – Conventional Sequence

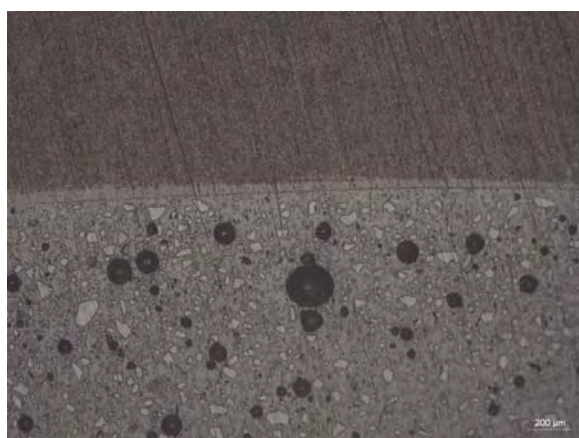


Figure 5 – Optical microscopy image. Specimen Group 7, CGIC-CR interface – Alternative Sequence

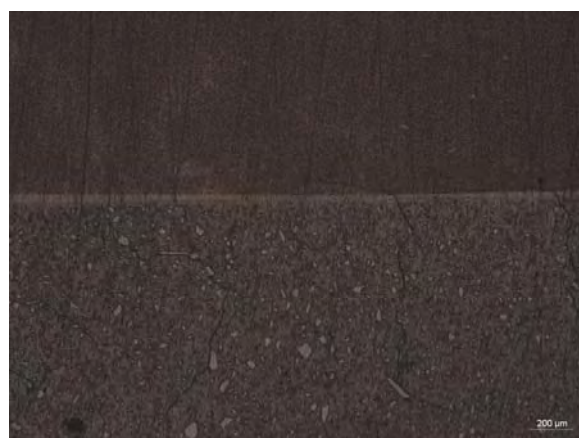


Figure 6 – Optical microscopy image. Specimen Group 8, RMGIC-CR interface – Alternative Sequence

5 DISCUSSÃO

Na sequência original inicialmente proposta para a técnica do sanduíche (McLean, Wilson¹⁵ 1977), o CIVC era submetido aos procedimentos de condicionamento ácido, porém, há anos existe preocupação em proteger o cimento recém inserido na cavidade dos processos de hidratação e desidratação. Assim, vários métodos foram sugeridos para evitar o condicionamento da base de CIV (McLean¹⁰ 1992, McLean²⁵ 1992, Knight³¹ 1994, Pinheiro et al.³² 2003, Knight et al.³³ 2006, Gopikrishna et al.³⁴ 2009) e também para aumentar a eficiência da sequência restauradora (Knight³¹ 1994, Pinheiro et al.³² 2003, Knight et al.³³ 2006, Gopikrishna et al.³⁴ 2009), reduzindo ambos, sensibilidade técnica e tempo de execução, pela redução do número de passos requisitados na técnica inicialmente proposta.

McLean¹⁰ (1992) e McLean²⁵ (1992) idealizador da técnica do sanduíche, foi o primeiro pesquisador a desenvolver alterações em sua própria sequência, com o objetivo de evitar os procedimentos de condicionamento ácido na superfície dos CIVs convencionais, a fim de melhorar a adesão entre o cimento e a resina composta. Knight³¹ (1994) sugeriu a fotopolimerização simultânea da resina composta com uma fina camada de CIVMR pincelado sobre a base de CIVMR já fotopolimerizado e intitulou-a “Co-curing Technique”. Pinheiro et al.³² (2003) descreveram e testaram uma sequência que denominaram “Técnica da Ativação Simultânea”, na qual não se condiciona a superfície do cimento e não é necessário esperar pela maturação do CIVC ou fotopolimerizar o CIVMR. Knight et al.³³ (2006) descreveram a mesma técnica, “Co-curing Technique”, desta vez para base cavitária de CIVC. Gopikrishna et al.³⁴ (2009) sugeriram modificação no protocolo de restauração com a utilização de primer autocondicionante seguido de adesivo autocondicionante antes da presa inicial do cimento e adesivo à base de ionômero de vidro após a presa inicial do cimento convencional. Estes mesmos autores (Gopikrishna et al. 2009) testaram a utilização de adesivos autocondicionantes, os quais, quando aplicados isoladamente, sem a utilização prévia de primer autocondicionante, não apresentaram resultados satisfatórios de adesão entre CIV e resina composta. Os protocolos das técnicas citadas anteriormente podem ser observados de maneira mais detalhada no Anexo C.

Como nos trabalhos anteriores, a sequência proposta e estudada neste trabalho também busca otimização da sequência para a técnica do sanduíche. Isto

foi feito pela simples alteração da sequência descrita por Wilson, McLean¹³ (1988) (Quadro 2), com a finalidade de evitar o condicionamento da superfície dos CIVs, tanto CIVC como o CIVMR, reduzindo a sensibilidade técnica e tempo clínico de execução.

A seguir alguns passos da sequência estudada são discutidos e justificados.

Foi optado pelo condicionamento da dentina com ácido poliacrílico para ambos os CIVs. Sabe-se que o contato interfacial é o primeiro requisito para boa adesão em dentina (Mount²⁶ 1996) e tratamentos como a remoção parcial da “smear layer” podem aumentar a adesão de maneira significativa (Powis et al.¹² 1982). O ácido poliacrílico tem sido amplamente utilizado como condicionador antes da inserção dos CIVCs e CIVMRs (Holtan et al.⁴⁵ 1990, Swift et al.⁴⁶ 1995, Friedl et al.⁴⁷ 1995, Fritz et al.⁴⁸ 1996, Pereira et al.⁴⁹ 1997, Nakanuma et al.⁵⁰ 1998, Tanumiharja et al.⁵¹ 2000, Almuammar et al.⁵² 2001, Pereira et al.⁵³ 2002, Choi et al.⁴⁰ 2006, Fagundes et al.⁵⁴ 2009, Marquezan et al.⁵⁵ 2009), desde que foi recomendado por Powis et al.¹² (1982) para melhorar a adesão entre CIVC à estrutura dental. De acordo com esses últimos autores (Powis et al.¹² 1982), as substâncias com alto peso molecular são mais efetivas porque contém multiplicidade de grupos funcionais capazes de formar pontes de hidrogênio. O ácido poliacrílico também permite o deslocamento de apatita (Wilson et al.⁵⁶ 1983) e tem potencial para reagir quimicamente (Powis et al.¹² 1982) e aderir (Wilson et al.⁵⁶ 1983) ao colágeno da dentina. Os CIVMRs também demonstram considerável resistência adesiva quando precedidos pelo tratamento ácido da dentina ou esmalte (Holtan et al.⁴⁵ 1990, Swift et al.⁴⁶ 1995, Friedl et al.⁴⁷ 1995, Fritz et al.⁴⁸ 1996, Pereira et al.⁴⁹ 1997).

A inserção dos cimentos foi feita com seringa, sendo que o CIVC, por sua característica de presa química, foi inserido em única camada e o CIVMR foi inserido em duas camadas de 2 mm porque, segundo o fabricante, é recomendado fotopolimerizar durante 30 segundos cada 2 mm de material, para conversão da fase resinosa fotopolimerizável do CIVMR.

A aplicação do adesivo foi feita assim que o CIVMR foi fotopolimerizado ou assim CIVC perdeu o brilho e apresentou superfície opaca. A opacidade da superfície do CIVC indica que o material está entrando em sua segunda fase de reação de presa, fase de formação da matriz de hidrogel, sensível a perda e ganho de líquidos (Navarro, Pascotto⁵⁷ 1998) e deverá ser protegido.

Nesta fase o cimento apresenta resistência suficiente para receber a aplicação do adesivo. Assim, o adesivo foi pincelado em toda superfície dos CIVs e paredes laterais de esmalte, fotopolimerizado e a resina composta inserida em incrementos. As restaurações foram feitas em cavidades de classe I para submeter as interfaces adesivas, CIVs-resina composta e CIVs-dentina, às condições e estresses às quais são submetidas normalmente, inclusive aos estresses de contração de polimerização da resina composta relativo ao alto fator C inerente às cavidades de Classe I.

Para análise da qualidade da interface adesiva da sequência proposta, do CIVC e do CIVMR com a dentina e com a resina composta, foram executados teste de resistência adesiva aos 7 dias e análise das propriedades mecânicas aos 7 dias e 24 meses. A resistência adesiva foi analisada somente numa ocasião porque a adesão do CIV se processa principalmente nos primeiros minutos após a manipulação, grande parte em sua primeira fase de reação de presa, na fase de deslocamento de íons, onde a mesma reação química que acontece entre pó e líquido, acontece entre o líquido do cimento e estrutura dental (Navarro, Pascotto⁵⁷ 1998). Em torno de 80% da força de adesão máxima é desenvolvida nos primeiros 15 minutos após a manipulação e continua aumentando lentamente por vários dias (Wilson, McLean¹³ 1988). A análise das propriedades mecânicas foi executada em duas ocasiões tendo em vista que, apesar de grande parte da reação química de endurecimento e processo de precipitação acontecer nas primeiras 24 horas após manipulação, outras mudanças continuam acontecendo dentro da massa endurecida do cimento por um período considerável, por pelo menos 1 ano e provavelmente mais (Wilson, McLean¹³ 1988), com formação de ligações cruzadas adicionais pelos íons alumínio trivalentes menos solúveis (Mount²⁶ 1996), período no qual vai acontecendo a maturação do cimento, e consequentemente a melhora em suas propriedades físicas e mecânicas (Mount²⁶ 1996, Navarro, Pascotto⁵⁷ 1998).

5.1 RESISTÊNCIA ADESIVA POR MICROTRAÇÃO

Resultados de pesquisas de resistência à tração encontrados na literatura até agora, indicam que existe considerável variação na resistência de união dos CIVCs à dentina e à resina composta. Estas pesquisas demonstraram resultados uniformemente baixos, entre 0,4 e 6,79 MPa à dentina (Friedl et al.⁴⁷

1995, Pereira et al.⁵³ 2002, Powis et al.¹² 1982, Oilo, Um⁵⁸ 1992) e 0,15 e 7,5 MPa à resina composta (Hinoura et al.⁵⁹ 1987, Mount⁶⁰ 1989, Hinoura et al.⁶¹ 1991). Quanto aos CIVMRs, muitos estudos tem demonstrado que sua resistência de união à dentina é superior à dos CIVCs, valores entre 0,3 e 15,6 MPa (Friedl et al.⁴⁷ 1995, Nakanuma et al.⁵⁰ 1998, Pereira et al.⁵³ 2002, Oilo, Um⁵⁸ 1992). Os valores de resistência à tração desses materiais à resina composta, também mostrou-se com valores superiores aos encontrados para os CIVCs, valores entre 13,67 e 15,91 MPa (Pinheiro et al.³² 2003).

Pesquisas de resistência de união ao cisalhamento também demonstraram o desempenho superior dos CIVMRs tanto na adesão à dentina, quanto na adesão à resina composta, sendo que, de maneira mais significativa em resina composta, assim como demonstraram os trabalhos de resistência à tração citados anteriormente. Enquanto os CIVCs apresentaram valores de resistência ao cisalhamento de 1,1 a 7,42 MPa à dentina (Holtan et al.⁴⁵ 1990, Fritz et al.⁴⁸ 1996, Almuammar et al.⁵² 2001) e 4,18 a 8,91 MPa à resina composta (Zanata et al.²⁹ 1997), os CIVMRs apresentaram 1,4 a 14,51 MPa à dentina (Holtan et al.⁴⁵ 1990, Swift et al.⁴⁶ 1995, Fritz et al.⁴⁸ 1996, Pereira et al.⁴⁹ 1997, Almuammar et al.⁵² 2001) e 9,17 a 16,23 MPa à resina composta (Zanata et al.²⁹ 1997).

Quanto aos testes de resistência à microtração, estes tendem a apresentar maiores valores de resistência adesiva (Platt³⁷ 2010). Segundo Platt³⁷ 2010, devido ao menor tamanho dos espécimes de microtração, o número de falhas na interface adesiva tende a ser menor do que aqueles espécimes de testes de resistência à tração, isto diminui a chance de que falhas relativamente grandes estejam presentes e isso, conseqüentemente, tem a tendência de aumentar os valores de resistência de união. Os valores de resistência à microtração obtidos na presente pesquisa mostraram claramente esta tendência, com exceção dos grupos do CIVC aderidos à resina composta, que apresentaram valores que se enquadraram perfeitamente na faixa dos valores obtidos nos testes de resistência à tração. Para facilitar comparações, todos os dados e valores obtidos no presente trabalho, foram dispostos em tabelas em página única no Anexo D.

Pelo que pôde ser observado, os testes de cisalhamento também tem a tendência de apresentar maiores valores que os dos testes de resistência à tração. Porém, todas as médias de adesão obtidas nesse trabalho de microtração foram proporcionais aos valores dos estudos de resistência de união à tração e ao

cisalhamento mencionados anteriormente, e nossos resultados também demonstraram desempenho significativamente superior do CIVMR, em termos de adesão, tanto em dentina, como em resina composta (Tabela 1 no Anexo D).

Pesquisas de resistência à microtração apresentaram valores médios de adesão à dentina entre 8,5 e 12,81 MPa para os CIVCs (Tanumiharja et al.⁵¹ 2000, Choi et al.⁴⁰ 2006) e entre 6,63 e 22,02 MPa para os CIVMRs (Tanumiharja et al.⁵¹ 2000, Choi et al.⁴⁰ 2006, Fagundes et al.⁵⁴ 2009, Marquezan et al.⁵⁵ 2009). O presente estudo, apresentou médias de resistência adesiva à microtração CIVC-dentina (7,56 e 7,40 MPa) similares ao trabalho de Tanumiharja et al.⁵¹ (2000) (8,5 MPa para o Fuji IX GP), e menor que a média de resistência adesiva obtida por Choi et al.⁴⁰ (2006) (12,81 MPa para o KetacTM Fil Plus Aplicap). Em relação à adesão CIVMR-dentina, a média de nossos resultados foram 14,10 e 12,84 MPa sendo que na literatura, alguns trabalhos apresentaram valores consideravelmente menores, 6,7 e 7,9 MPa (Fagundes et al.⁵⁴ 2009) e 6,63 e 7,96 MPa (Marquezan et al.⁵⁵ 2009), enquanto outros trabalhos apresentam valores consideravelmente maiores, 17,9 e 21,8 MPa (Tanumiharja et al.⁵¹ 2000) e 22,02 MPa (Choi et al.⁴⁰ 2006). Diferenças na metodologia, quanto às diferentes configurações dadas aos preparos cavitários que foram restaurados, poderiam justificar os resultados divergentes da adesão CIVMR-dentina e também, os maiores valores de resistência adesiva CIVC-dentina obtido por Choi et al.⁴⁰ 2006 em relação aos nossos. Os valores maiores de adesão foram obtidos em trabalhos nos quais os preparos dos espécimes foram conduzidos em superfícies dentais planas (Tanumiharja et al.⁵¹ 2000, Choi et al.⁴⁰ 2006); os valores menores foram obtidos em cavidades de classe I oclusais (seccionadas no sentido longitudinal do dente) na parede pulpar (Fagundes et al.⁵⁴ 2009, Marquezan et al.⁵⁵ 2009); e no nosso trabalho, com valores intermediários de adesão, os testes foram conduzidos em cavidades oclusais de classe I (seccionadas horizontalmente) em paredes laterais de dentina. Com base nesses poucos trabalhos disponíveis na literatura envolvendo resistência à microtração de CIVs, existe a tendência em acreditar que o preparo cavitário estabelecido na pesquisa tem alguma influência nos resultados de adesão à dentina.

No presente trabalho, as médias da resistência de união à microtração dos CIVs à resina composta foram: 17,88 (Sequência Convencional) e 18,94 MPa (Sequência Alternativa) para o CIVMR, e 0,96 (Sequência Convencional) e 5,78 MPa (Sequência Alternativa) para o CIVC, com diferenças significantes entre elas (Tabela

1 no Anexo D). Porém não foi possível fazer comparações desses com a literatura, porque, até agora, não foram publicados estudos de microtração com estes materiais. Talvez isso se deva ao fato da dificuldade em se obter palitos CIVC-resina composta. O presente trabalho apresentou alta porcentagem de falha dos espécimes de CIVC, principalmente nos grupos CIVC-resina composta, com perda de 77,33% na Sequência Convencional e 36% na Sequência Alternativa (Tabela 2 no Anexo D). Muitos palitos deslocaram na interface antes de serem levados à máquina de teste, ou seja, deslocaram durante o corte (Figura 10-A no Anexo E), tomada das medições ou fixação no dispositivo de microtração. A resistência à tração relativamente baixa do CIVC (Mount²⁶ 1996) poderia justificar a perda de palitos, porém, muitas fraturas observadas nesse estudo não ocorreram na massa de cimento, e sim na interface (Figuras 10-B e 10-C no Anexo E). Também, se fosse apenas por este motivo, ou seja, pela baixa resistência coesiva do cimento, os grupos CIVC-dentina e CIVC-resina composta teriam a mesma proporção de palitos perdidos, o que não aconteceu, sendo que as porcentagens de perdas para a Sequência Convencional e Sequência Alternativa foram, respectivamente: 36% e 16% na interface de dentina e 77,33% e 36% na interface de resina composta (Tabela 2 no Anexo D). Assim, uma das razões prováveis da perda de palitos na primeira etapa da pesquisa (grupos de 7 dias) se deve à falta de adesão entre os materiais, pois, nos palitos, uma interface irregular e amorfa pôde ser observada no microscópio da máquina de nanoindentação durante sua programação, interface na qual não foi possível fazer as nanoindentações. Também, por ocasião da segunda etapa do trabalho (grupos de 24 meses), quando foram obtidas as fatias para o teste de nanoindentação, foi possível observar fendas em toda extensão da interface CIVC-resina composta no Grupo 5 (Figuras 11-B a 11-E no Anexo F; Figuras 12, 13, 14 e 15 no Anexo G). Desta maneira, não foi possível testar todos os palitos esperados e a análise estatística foi feita excluindo esses espécimes e eles são apresentados em porcentagem na Tabela 2 no Anexo D.

Ambos os CIVs mostraram grande amplitude nos valores de resistência de união à microtração à dentina (valores de 3,05 a 23,38 MPa para o CIVMR e de 0,00 a 16,02 MPa para o CIVC) e à resina composta (valores de 9,40 a 27,81 MPa para o CIVMR e 0,00 a 13,24 MPa para o CIVC) (Tabela 1 no Anexo D). Essa grande amplitude, dentro do mesmo grupo, associada à grande perda de palitos levaram ao alto desvio padrão, principalmente nos grupos do CIVC.

A classificação do modo de falha dos espécimes fraturados é parte importante do teste de resistência adesiva (Choi et al.⁴⁰ 2006, Platt³⁷ 2010). A falha coesiva no CIV, resina composta ou dentina não reflete a verdadeira resistência adesiva dos materiais, e sim significa que a verdadeira resistência adesiva é maior que a resistência coesiva dos materiais ou dentina, e se a intenção do estudo é investigar a capacidade adesiva de um material em particular, os espécimes terão que falhar adesivamente, sem falhas coesivas ou no substrato, o que provê um critério mais confiável (Platt³⁷ 2010). Portanto nesse estudo apenas falhas adesivas foram incluídas nas análises.

A análise dos dados demonstrou que não houve diferenças significativas entre as sequências para técnica do sanduíche estudadas em relação a adesão CIVs-dentina e adesão CIVs-resina composta. Apesar do fato da resistência à microtração dos CIVC à resina composta na Sequência Alternativa demonstrar melhores resultados (5,78 MPa) que na Sequência Convencional (0,96 MPa), e isso não mostrar diferença estatística significativa (Tabela 1 no Anexo D), os resultados demonstraram grande número de palitos deslocados na interface (CIV-resina composta) antes do teste na Sequência Convencional (mais de 77%), e isso é causa de preocupação (Tabela 2 no Anexo D). A análise estatística, conduzida para comparar palitos testados e os palitos perdidos, demonstrou diferenças significantes entre os grupos. Os grupos do CIVC na Sequência Convencional tiveram significante maior número de palitos perdidos que os grupos do CIVC na Sequência Alternativa, tanto para o teste de adesão CIVC-resina composta como para o teste CIVC-dentina (Tabela 2 no Anexo D). Também foi possível observar que os grupos CIVs-resina composta com maiores proporções de palitos descolados espontaneamente na interface apresentaram os menores valores de resistência adesiva (Tabelas 1 e 2 no Anexo D).

5.2 PROPRIEDADES MECÂNICAS POR NANOENDENTAÇÃO: DUREZA E MÓDULO DE ELASTICIDADE

Similar ao teste de microdureza (endentação Vickers e Knoop), a nanoendentação tem sido usada para investigar as propriedades mecânicas de dentes e de biomateriais. A nanoendentação é um instrumento poderoso para obtenção dessas mensurações em escala nano e micrométrica (Ebenstein, Pruitt³⁸

2006) e tem sido bastante utilizada em pesquisas de resina composta (Ho, Marcolongo⁶² 2005, Drummond⁶³ 2006, Masouras et al.⁴¹ 2008, Souza⁶⁴ 2010) e camada adesiva (Higashi et al.⁶⁵ 2009, Pupo et al.⁶⁶ 2012). Como na microdureza, a nanoendentação envolve a aplicação de carga controlada na superfície do material para induzir deformação local, porém, com a diferença de que, carga e deslocamento são monitorados durante o carregamento e descarregamento e, propriedades, como dureza e módulo de elasticidade, são calculadas por meio de uma curva de descarregamento, utilizando uma equação, já bem estabelecida, baseada na teoria do contato elástico (Fischer-Cripps⁶⁷ 2002).

A nanoendentação melhora a proposta das técnicas tradicionais. Em primeiro lugar, por causa do pequeno tamanho da ponta, a nanoendentação pode ser utilizada para mensurar propriedades locais dos materiais em amostras pequenas, finas e heterogêneas, como também características microestruturais em biomateriais complexos (Ebenstein, Pruitt³⁸ 2006). Em segundo lugar, no teste de microdureza convencional, a área de contato é determinada pela imagem da endentaç o depois que a carga é removida e mensurada no seu comprimento diagonal e, segundo Doerner, Nix⁴³ (1986), uma vez que, o pesquisador requer imagem direta da endentaç o para obtenç o dos dados, muitos erros podem ser introduzidos devido as mensuraç es do comprimento da diagonal do penetrador, especialmente quando as endentaç es s o pequenas. Al m disso, o teste de dureza convencional   essencialmente um teste de dureza sob carregamento, e isso est  sujeito a erros devido a variaç o da contraç o el stica da diagonal. Por outro lado, dados de nanodureza podem ser obtidos por instrumento de detec  o de profundidade sem imagem de endentaç es, pois a dureza pode ser calculada por dados dispostos em curva de descarregamento. Esta caracter stica prov  grande melhora de repetitividade e economia de tempo em rela  o a t cnica de microdureza convencional (Doerner, Nix⁴³ 1986).

O m todo de nanoendenta  o e microdureza convencional parecem refletir a mesma tend ncia quanto  s medidas de dureza. No presente estudo, para os grupos de 7 dias, os valores obtidos para nanodureza para o KetacTM Fil Plus foi de 1,15 a 1,16 GPa (Tabela 3 no Anexo H) e outros estudos para o mesmo material demonstraram valores de microdureza 1,29 (Khouw-Liu et al.⁶⁸ 1999) e 1,73 GPa (Xie et al.⁶⁹ 2000). No presente estudo os valores de nanodureza para o VitrebondTM foi de 0,13 a 0,19 GPa (Tabela 3 no Anexo H), e estudos de microdureza mostraram

valores 0,11 (Bourke et al.⁷⁰ 1992) e 0,15 GPa (Tsuruta, Viohl⁷¹ 1996) para o mesmo CIVMR.

Por outro lado, é importante considerar que, as comparações diretas de valores de módulo de elasticidade, obtidos de diferentes metodologias, não seriam adequadas se a condição especial de cada experimento não for levada em conta. Os valores do módulo de elasticidade mensurados para os polímeros utilizando sensor de profundidade (nanoindentação e microdureza convencional) são significativamente mais altos que os valores mensurados por ensaio de tração (Masouras et al.⁴¹ 2008). A nanoindentação é principalmente uma técnica de superfície e possíveis falhas na amostra, como a presença de poros, que podem afetar as propriedades dos materiais mensuradas por tração, são improváveis de afetar os valores do módulo elástico obtido por nanoindentação (Masouras et al.⁴¹ 2008). No presente estudo, os valores obtidos para o módulo de elasticidade (grupos de 7 dias) para resina FiltekTM Z250 variaram de 15,01 a 16,74 GPa (Tabela 4 no Anexo H), e nossos resultados estão em concordância com resultados reportados por outros pesquisadores em testes de nanoindentação em resinas microhíbridas, de 11,50 a 17,03 GPa (Drummond⁶³ 2006, Masouras et al.⁴¹ 2008, Souza⁶⁴ 2010).

É incomum encontrar CIVs e resinas compostas com apenas um tamanho de partícula. As formulações apresentam uma mistura de tamanhos e os valores médios são dados pelos fabricantes. Os materiais utilizados nesse estudo apresentam tamanho de partícula entre 5nm e 50 μm (FiltekTM Z250 – 0,01 a 3,5 μm ; KetacTM Fil Plus < 50 μm ; VitrebondTM – valores não disponibilizados no perfil técnico do produto; AdperTM Single Bond 2 – ± 5 nm) (Figuras 16-A, 16-B e 16-C no Anexo I). A nanoindentação resultou em grande amplitude nos valores de dureza e módulo de elasticidade dentro do mesmo grupo para todos os materiais, principalmente no CIVC (Tabelas 3 e 4 no Anexo H). Por causa da natureza composta dos materiais testados, a localização do endentador ocorreu na partícula, entre partícula e matriz e na matriz levando a diferentes níveis de leitura dentro do mesmo material (Figura 17 no Anexo I). Drummond⁶³ (2006) também observou grande amplitude nos valores mensurados na dureza da resina composta e módulo e elasticidade nos testes de nanoindentação. Para a resina híbrida (Micronew), seu estudo mostrou nanodureza de 1 a 5 GPa e módulo de elasticidade de 8 a 45 GPa, variações bem maiores que as que encontramos para FiltekTM Z250 (0,62 a 1,53 GPa para dureza e 10,66 a 20,82 GPa para o módulo de elasticidade aos 7 dias).

Com a finalidade de facilitar comparações dos grupos de resistência mecânica aos 7 dias e 24 meses, todos os dados do teste de nanoindentação, obtidos no presente trabalho, foram dispostos em tabelas comparativas e gráficos no Anexo H.

As interfaces adesivas dos grupos do CIVC com condicionamento da superfície (G1 e G5 – KetacTM Fil Plus + Adper Single Bond 2 + FiltekTM Z250 - Sequência Convencional) apresentavam fendas e degradações e não puderam receber nanoindentações, nem aos 7 dias e nem aos 24 meses (Figura 1 do Anexo G). Todos os outros grupos, do CIVC e CIVMR, apresentaram interfaces regulares com resultados muito semelhantes entre si, tanto para dureza como para o módulo de elasticidade, aos 7 dias e aos 24 meses (Figuras 2, 3 e 4 do Anexo G e Tabelas 3 e 4 no Anexo H). Todas essas interfaces testadas apresentaram queda não significativa nas propriedades mecânicas, somente a interface CIVMR-RC demonstrou ligeira melhora no módulo de elasticidade (Tabelas 3 e 4 e Gráficos 2 a 5 no Anexo H). Apesar dos valores não apresentarem significância estatística, talvez essa tendência de comportamento da interface possa ser explicada pela característica hidrofílica do adesivo utilizado sobre os CIVs repletos de água em sua composição. Novas pesquisas com adesivos hidrofóbicos seriam interessantes nesse ponto.

Apesar das diferenças não serem significantes, os CIVs e a resina composta demonstraram melhora em suas propriedades mecânicas após 24 meses, com exceção do CIVC na Sequência Convencional, que apresentou redução significativa da dureza e módulo de elasticidade, respectivamente, valores de 1,15 GPa (7 dias) para 0,13 GPa (24 meses) e de 19,24 GPa (7 dias) para 2,85 GPa aos (24 meses) (Tabelas 3 e 4 e Gráficos 2 a 5 no Anexo H). A resina composta mostrou tendência em se comportar melhor quando está próxima do CIVC, e no decorrer dos 24 meses demonstrou resultados significativamente superiores em suas propriedades mecânicas quando próxima do CIVC não condicionado (G3 e G7) (Tabelas 3 e 4 e Gráficos 2 a 5 no Anexo H).

Um aspecto bastante evidente em relação aos CIVs é que o CIVC apresentou valores de dureza e módulo de elasticidade significativamente maiores que os valores apresentados pelo CIVMR, em todos os grupos, tanto aos 7 dias como aos 24 meses, independente da sequência utilizada (Tabelas 3 e 4 do Anexo H).

Até agora, não foram publicados estudos envolvendo nanoendentação de CIVs, provavelmente porque os testes de nanoendentação são feitos em ambiente seco e isto pode alterar as propriedades do material. Aproximadamente 24% do CIVC endurecido é composto por água (Mount²⁶ 1996). Os CIVMRs apresentam conteúdo de água um pouco menor que os CIVCs (Mount et al.²⁷ 2002), porém, todos os CIVs, independente da classe, são cimentos à base de água. Assim, considerando este importante fator, a desidratação desse cimento foi evitada nesse estudo e as condições de umidade foram monitoradas durante todo experimento conforme detalhado no item 3 deste trabalho. Pelos resultados obtidos, a metodologia para nanoendentação de CIVs utilizada nesse estudo parece efetiva em analisar as propriedades mecânicas desses cimentos.

5.3 CONSIDERAÇÕES FINAIS

A experiência clínica por um período considerável é a única medida pela qual um novo material ou técnica podem ser julgados (Mount²⁶ 1996), e embora testes laboratoriais não reproduzam fielmente as condições que ocorrem clinicamente, eles representam um importante parâmetro de análise, uma vez que se for apresentado um eficiente desempenho *in vitro*, isto provavelmente resultará em melhor performance clínica (Garcia et al.⁷² 2002). Com base nessas afirmações e consciente das limitações dessa pesquisa algumas considerações finais são feitas a seguir.

De acordo com a presente pesquisa o CIVMR apresentou melhores resultados de adesão e o CIVC melhores propriedades mecânicas. Os dois materiais apresentam vantagens e desvantagens e, sem dúvida, têm seu lugar garantido em dentística restauradora. Porém, muitas variáveis estão envolvidas no processo de adesão à resina composta e condicionamento ácido desses materiais.

A adesão entre CIV à resina composta pode ser influenciada por muitos fatores como a espessura de cimento (Oilo, Um⁵⁸ 1992), o tempo decorrido desde a mistura do cimento até aplicação do adesivo (Hinoura et al.⁶¹ 1991) e a combinação entre diferentes tipos de CIVs e diferentes tipos resinas compostas (Hinoura et al.⁵⁹ 1987, Mount⁶⁰ 1989, Hinoura et al.⁶¹ 1991), pois, aparentemente algumas combinações de CIVs e resinas compostas são mais efetivas que outras (Hinoura et al.⁵⁹ 1987, Mount⁶⁰ 1989, Hinoura et al.⁶¹ 1991). Clinicamente, alguns

desses fatores são fáceis de controlar e outros, mais difíceis. Além disso, muitas variáveis envolvem o condicionamento ácido dos CIVs. De acordo com Fuss et al.⁷³ (1990), a química dos CIVs é relativamente complexa e nem todas as fórmulas disponíveis no mercado são as mesmas. CIVs produzidos por diferentes fabricantes não são necessariamente os mesmos em suas respostas à manipulação clínica. Existe uma série de outras variações, como a diferença no tamanho das partículas e a variedade de ácidos poliacrílicos que são utilizados nas fórmulas. Isso mostra que nem todos os CIVs comercializados para serem utilizados sob resina composta respondem na mesma maneira ao condicionamento com ácido fosfórico (Fuss et al.⁷³ 1990).

Assim, apesar das limitações desta pesquisa *in vitro*, com base na compilação e análise de todos os dados obtidos nas duas sequências estudadas e na revisão de literatura executada, acredita-se que o condicionamento ácido da superfície do CIVMR é desnecessário e que o condicionamento ácido da superfície do CIVC é indesejável. Procedimento que pode ser facilmente evitado pela alteração na sequência técnica empregada. Acredita-se também que, mesmo que o condicionamento da superfície do CIVC tivesse levado a resultados semelhantes, a redução do tempo clínico de execução, por não ter que aguardar a geleificação inicial do cimento, justificaria a alteração de sequência.

Os CIVs utilizados nesta pesquisa estão estabelecidos na literatura como materiais de boa qualidade, fato que, provavelmente, leva a melhores resultados quando submetidos à testes. Consequentemente, mais estudos com outros CIVs disponíveis no comércio são necessários para confirmar a efetividade da Sequência Alternativa relacionada a adesão CIVC-resina composta.

6 CONCLUSÃO

A Sequência Alternativa apresentou-se como boa opção para técnica laminada ou do sanduíche quando foi utilizado CIVMR (Vitrebond™) e como a melhor opção quando foi utilizado CIVC (Ketac™ Fil Plus).

REFERÊNCIAS

1. Carvalho RM. Durabilidad de la unión resina-diente: una dimensión olvidada In: Henostroza GH, editor. Adhesion en Odontologia Restauradora. Curitiba: Editora Maio; 2003. p.441-54.
2. Souza-Zaroni WC, Seixas LC, Ciccone-Nogueira JC, Chimello DT, Palma-Dibb RG. Tensile bond strength of different adhesive systems to enamel and dentin. *Braz Dent J* 2007; 18(2): 124-8.
3. Monticelli F, Toledano M, Silva AS, Osorio E, Osorio R. Sealing effectiveness of etch-and-rinse vs self-etching adhesives after water aging: influence of acid etching and NaOCl dentin pretreatment. *J Adhes Dent* 2008 Jun; 10(3): 183-8.
4. Dantas DC, Ribeiro AI, Lima LH, de Lima MG, Guênes GM, Braz AK, et al. Influence of water storage time on the bond strength of etch-and-rinse and self-etching adhesive systems. *Braz Dent J* 2008; 19(3):219-23.
5. Garberoglio R, Brännström M. Scanning electron microscopic investigation of human dentinal tubules. *Arch Oral Biol* 1976; 21(6):355-62.
6. Pashley DH. Dentin: a dynamic substrate – a review. *Scanning Microsc* 1989 Mar; 3(1):161-74; discussion 174-6.
7. Mjör IA, Nordahl I. The density and branching of dentinal tubules in human teeth. *Arch Oral Biol* 1996 May; 41(5):401-12.
8. Hashimoto M, Ohno H, Kaga M, Endo K, Sano H, Oguchi H. In vivo degradation of resin-dentin bonds in humans over 1 to 3 years. *J Dent Res* 2000 Jun; 79(6):1385-91.
9. Hebling J, Pashey D, Tjäderhane L, Tay FR. Chlorhexidine arrests subclinical degradation of dentin hybrid layers in vivo. *J Dent Res* 2005 Aug; 84(8): 741-6.
10. McLean JW. The clinical use of glass-ionomer cements. *Dent Clin North Am* 1992 Jul; 36(3):693-711.
11. McLean JW. Dentinal bonding agents versus glass-ionomer cements. *Quintessence Int* 1996 Oct; 27(10):659-67.
12. Powis DR, Folleras T, Merson SA, Wilson AD. Improved adhesion of a glass ionomer cement to dentin and enamel. *J Dent Res* 1982 Dec; 61(12):1416–22.
13. Wilson AD, McLean JW. Glass-ionomer cement. Chicago: Quintessence Publishing Co.; 1988.

14. Koubi S, Raskin A, Dejou J, About I, Tassery H, Camps J, et al. Effect of dual cure composite as dentin substitute on marginal integrity of class II open-sandwich restorations. *Oper Dent* 2009 Mar-Apr; 34(2):150-6.
15. McLean JW, Wilson AD. The clinical development of the glass-ionomer cement. II. Some clinical applications. *Aust Dent J* 1977 Apr; 22(2): 120-7.
16. Knibbs PJ. The clinical performance of a glass polyalkenoate (glass ionomer) cement used in a sandwich technique with a composite resin to restore Class II cavities. *Br Dent J* 1992 Feb; 172(3):103-7.
17. van Dijken JW, Kieri C, Carlén M. Longevity of extensive class II open-sandwich restorations with a resin-modified glass-ionomer cement. *J Dent Res* 1999 Jul; 78(7):1319-25.
18. Andersson-Wenckert IE, van Dijken JW, Kieri C. Durability of extensive Class II open-sandwich restorations with a resin-modified glass ionomer cement after 6 years. *Am J Dent* 2004 Feb; 17(1):43-50.
19. Neo J, Chew C. Direct tooth-colored materials for noncarious lesions: a 3-year clinical report. *Quintessence Int* 1996 Mar; 27(3):183-8.
20. Francisconi LF, Scaffa PMC, Barros VR, Coutinho M, Francisconi PA. Glass ionomer cements and their role in the restoration of non-carious cervical lesions. *J Appl Oral Sci* 2009 Sep-Oct; 17(5):364-9.
21. Cannon ML. A clinical study of the open sandwich technique in pediatric dental practice. *J Dent Child* 2003 Jan-Apr; 70(1):65-70.
22. Atieh M. Stainless steel crown versus modified open-sandwich restorations for primary molars: a 2-year randomized clinical trial. *Int J Pediatr Dent* 2008 Sep; 18(5):325–32. Epub 2008 Mar 6.
23. Opdam NJ, Bronkhorst EM, Roeters JM, Loomans BA. Longevity and reasons for failure of sandwich and total-etch posterior composite resin restorations. *J Adhes Dent* 2007 Oct; 9(5):469-75.
24. Mount GJ. Esthetics with glass-ionomer cements and the "sandwich" technique. *Quintessence Int* 1990 Feb; 21(2):93-101.
25. McLean JW. Clinical applications of glass-ionomer cements. *Oper Dent* 1992; Suppl 5:184-90.
26. Mount GJ. Atlas de cimento de ionômero de vidro: guia para o clínico. 2 ed. São Paulo: Livraria Santos Editora Ltda; 1996.

27. Mount GJ, Patel C, Makinson OF. Resin modified glass-ionomers: strength, cure depth and translucency. *Aust Dent J* 2002 Dec; 47(4):339-43.
28. Kerby RE, Knobloch L. The relative shear bond strength of visible light-curing and chemically-curing glass ionomer cement to composite resin. *Quintessence Int* 1992 Sep; 23(9):641-4.
29. Zanata RL, Navarro MF, Ishikiriama A, da Silva e Souza Junior MH, Delazari RC. Bond strength between resin composite and etched and non-etched glass ionomer. *Braz Dent J* 1997; 8(2):73-8.
30. Farah CS, Orton VG, Collard SM. Shear bond strength of chemical and light-cured glass ionomer cements bonded to resin composites. *Aust Dent J* 1998; 43(2):81-6.
31. Knight GM. The co-cured, light-activated glass-ionomer cement-composite resin restoration. *Quintessence Int* 1994 Feb; 25(2):97-100.
32. Pinheiro SL, Oda M, Matson E, Duarte DA, Guedes-Pinto AC. Simultaneous activation technique: an alternative for bonding composite resin to glass ionomer. *Pediatr Dent* 2003 May-Jun; 25(3):270-4.
33. Knight GM, McIntyre JM, Mulyani. Bond strengths between composite resin and auto cure glass ionomer cement using the co-cure technique. *Aust Dent J* 2006 Jun; 51(2):175-9.
34. Gopikrishna V, Abarajithan M, Krithikadatta J, Kandaswamy D. Shear bond strength evaluation of resin composite bonded to GIC using three different adhesives. *Oper Dent* 2009 Jul-Aug; 34(4):467-71.
35. De Goes MF, Giannini M, Di Hipólito V, Carrilho MR, Daronch M, Rueggeberg FA. Microtensile bond strength of adhesive systems to dentin with or without application of an intermediate flowable resin layer. *Braz Dent J* 2008; 19(1):51-6.
36. Sanches-Ayala A. Avaliação da influência da ciclagem térmica e mecânica na efetividade da interface adesiva [dissertação]. Ponta Grossa: Universidade Estadual de Ponta Grossa; 2008.
37. Platt JA. Decades of bond strength. *Oper Dent* 2010 Mar-Apr; 35(2):137-8.
38. Ebenstein DM, Pruitt LA. Nanoindentation of biological materials. *Nanotoday* 2006; 1(3):26-33.
39. Ekworapoj P, Sidhu SK, McCabe JF. Effect of surface conditioning on adhesion of glass ionomer cement to Er, Cr: YSGG laser-irradiated human dentin. *Photomed Laser Surg* 2007; 25(2): 118-23.

40. Choi K, Oshida Y, Platt JA, Cochran MA, Matis BA, Yi K. Microtensile bond strength of glass ionomer cements to artificially created carious dentin. *Oper Dent* 2006 Sep-Oct; 31(5):590-7.
41. Masouras K, Akhtar R, Watts DC, Silikas N. Effect of filler size and shape on local nanoindentation modulus of resin-composites. *J Mater Sci Mater Med* 2008 Dec; 19(12):3561–6. Epub 2008 Jul 15.
42. Menčík J, Swain MV. Errors associated with depth-sensing microindentation tests. *J Mater Res* 1995; 10(6):1491-501.
43. Doerner MF, Nix WD. A method for interpreting the data from depth-sensing indentation instruments. *J Mater Res* 1986 Jul-Aug; 1(4):601-9.
44. Oliver WC, Pharr GM. An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments. *J Mater Res* 1992 Jun; 7(6):1564-83.
45. Holtan JR, Nystrom GP, Olin PS, Rudney J, Douglas WH. Bond strength of a light-cured and two auto-cured glass ionomer liners. *J Dent* 1990 Oct; 18(5) 271-5.
46. Swift EJ Jr, Pawlus MA, Vargas MA. Shear bond strengths of resin-modified glass-ionomer restorative materials. *Oper Dent* 1995 Jul-Aug; 20(4):138-43.
47. Friedl KH, Powers JM, Hiller KA. Influence of different factors on bond strength of hybrid ionomers. *Oper Dent* 1995 Mar-Apr; 20(2):74-80.
48. Fritz UB, Finger WJ, Uno S. Resin-modified glass ionomer cements: bonding to enamel and dentin. *Dent Mater* 1996 May; 12(3):161-6.
49. Pereira PN, Yamada T, Tei R, Tagami J. Bond strength and interface micromorphology of an improved resin-modified glass ionomer cement. *Am J Dent* 1997 Jun; 10(3):128-32.
50. Nakanuma K, Hayakawa T, Tomita T, Yamazaki M. Effect of the application of dentin primers and a dentin bonding agent on the adhesion between the resin-modified glass-ionomer cement and dentin. *Dent Mater* 1998 Jul; 14(4):281–6.
51. Tanumiharja M, Burrow MF, Tyas MJ. Microtensile bond strengths of glass ionomer (polyalkenoate) cements to dentine using four conditioners. *J Dent* 2000 Jul; 28(5):361–6.
52. Almuammar MF, Schulman A, Salama FS. Shear bond strength of six restorative materials. *J Clin Pediatr Dent* 2001 Sprig; 25(3):221-5.

53. Pereira LC, Nunes MC, Dibb RG, Powers JM, Roulet JF, Navarro MF. Mechanical properties and bond strength of glass-ionomer cements. *J Adhes Dent* 2002 Spring; 4(1):73-80.
54. Fagundes TC, Toledano M, Navarro MF, Osorio R. Resistance to degradation of resin-modified glass-ionomer cements dentine bonds. *J Dent* 2009 May; 37(5):342-7. *Epud* 2009 Feb 1.
55. Marquezan M, Fagundes TC, Toledano M, Navarro MFL, Osorio R. Differential bonds degradation of two resin-modified glass-ionomer cements in primary and permanent teeth. *J Dent* 2009; 37(11):857-64.
56. Wilson AD, Prosser HJ, Powis DM. Mechanism of adhesion of polyelectrolyte cements to hydroxyapatite. *J Dent Res* 1983 May; 62(5):590-2.
57. Navarro MFL, Pascotto RC. Cimentos de ionômero de vidro: aplicações clínicas em odontologia. 1 ed. São Paulo: Editora Artes Médicas Ltda; 1998.
58. Oilo G, Um CM. Bond strength of glass-ionomer cement and composite resin combinations. *Quintessence Int* 1992 Sep; 23(9):633-9.
59. Hinoura K, Moore BK, Phillips RW. (1987) Tensile bond strength between glass ionomer cements and composite resins. *J Am Dent Assoc* 1987 Feb; 114(2):167-72.
60. Mount GJ. The tensile strength of the union between various glass ionomer cements and various composite resins. *Aust Dent J* 1989 Apr; 34(2):136-146.
61. Hinoura K, Suzuki H, Onose H. Factors influencing bond strengths between unetched glass ionomers and resins. *Oper Dent* 1991 May-Jun; 16(3):90-5.
62. Ho E, Marcolongo M. Effect of coupling agents on the local mechanical properties of bioactive dental composites by the nano-indentation technique. *Dent Mater* 2005 Jul; 21(7):656–64.
63. Drummond JL. Nanoindentation of dental composites. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater* 2006 Jul; 78(1):27-34.
64. Souza JA. Propriedades mecânicas nas escalas macro, micro e nanométrica de quarto compósitos odontológicos reforçados com nanopartículas [tese]. Rio de Janeiro: Universidade Federal do Rio de Janeiro; 2010.
65. Higashi C, Michel MD, Reis A, Loguercio AD, Gomes OMM, Gomes JC. Impact of adhesive application and moisture on the mechanical properties of the adhesive interface determined by the nano-indentation technique. *Oper Dent* 2009 Jan-Feb; 34(1):51-7.

66. Pupo Y, Michél M, Gomes OM, Lepienski C, Gomes JC. Effect of the regional variability of dentinal substrate and modes of application of adhesive systems on the mechanical properties of the adhesive layer. *J Conserv Dent* 2012 Apr; 15(2):132-136.
67. Fischer-Cripps AC. *Nanoindentation*. 2 ed. New York: Springer; 2002.
68. Khouw-Liu VHW, Anstice HM, Pearson GJ. An in vitro investigation of a poly (vinyl phosphonic acid) based cement with four conventional glass-ionomer cements Part 2: maturation in relation to surface hardness. *J Dent* 1999 Jul; 27(5):359–65.
69. Xie D, Brantley WA, Culbertson BM, Wang G. Mechanical properties and microstructures of glass-ionomer cements. *Dent Mater* 2000 Mar; 16(2):129–38.
70. Bourke AM, Walls AW, McCabe JF. Light-activated glass polyalkenoate(ionomer) cements: the setting reaction. *J Dent* 1992 Apr; 20(2):115-20.
71. Tsuruta S, Viohl J. Influence of storage humidity on hardness of light-cured glass polyalkenoate cements. *Dent Mater J* 1996 Jun; 15(1):51-7.
72. Garcia FCP, D'Alpino PHP, Terada RSS, Carvalho RM. Testes mecânicos para avaliação laboratorial da união resina/dentina. *Rev Fac Odontol Bauru* 2002 Jul-Set; 10(3):118-27.
73. Fuss J, Mount GJ, Makinson OF. The effect of etching on a number of glass ionomer cements. *Aust Dent J* 1990 Aug; 35(4):338-44.

ANEXO A**Parecer de aprovação do protocolo de pesquisa pela Comissão de Ética em Pesquisa da Universidade Estadual de Ponta Grossa**

UNIVERSIDADE ESTADUAL DE PONTA GROSSA



Pró-Reitoria de Pesquisa e Pós-Graduação

**COEP**

COMISSÃO DE ÉTICA EM PESQUISA

PARECER Nº 08/2010
Protocolo: 16123/09

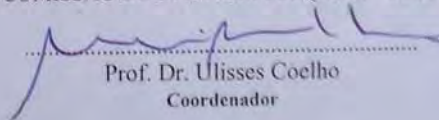
No dia 25 de Março de 2010, a Comissão de Ética em Pesquisa, **APROVOU** o protocolo de pesquisa intitulado "**Análise de sequência alternativa para restauração laminada: cimento de ionômero de vidro e resina composta**" de responsabilidade da pesquisadora Vânia Aparecida Oliveira Queiroz.

Conforme Resolução CNS 196/96, solicitamos que sejam apresentados a esta Comissão, relatórios sobre andamento da pesquisa, conforme modelo (<http://www.uepg.br/coep/>).

Data para entrega do relatório final: Logo após o fim da pesquisa

Ponta Grossa, 29 de Março de 2010.

UNIVERSIDADE ESTADUAL DE PONTA GROSSA
COMISSÃO DE ÉTICA EM PESQUISA - COEP



Prof. Dr. Ulisses Coelho
Coordenador

ANEXO B

Modelo de planilha utilizada para anotação das dimensões dos palitos destinados ao teste de resistência adesiva por microtração

Data:	Grupo:	Dente:	Tempo armaz:
-------	--------	--------	--------------

CP	Área de seção	Tensão MPa	Tipo de fratura
1	X		
2	X		
3	X		
4	X		
5	X		
6	X		
7	X		
8	X		
9	X		
10	X		
11	X		
12	X		
13	X		
14	X		
15	X		

Espécimes obtidos _____

Espécimes perdidos no corte _____ na manipulação _____ no ensaio _____

Data:	Grupo:	Dente:	Tempo armaz:
-------	--------	--------	--------------

CP	Área de seção	Tensão MPa	Tipo de fratura
1	X		
2	X		
3	X		
4	X		
5	X		
6	X		
7	X		
8	X		
9	X		
10	X		
11	X		
12	X		
13	X		
14	X		
15	X		

Espécimes obtidos _____

Espécimes perdidos no corte _____ na manipulação _____ no ensaio _____

ANEXO C

Protocolos sugeridos para a técnica laminada ou do sanduíche

McLean 1992, Mc Lean 1992 • Condicionamento da dentina com ácido poliacrílico; • Inserção de CIVC de presa rápida em toda porção de dentina; • Utilização de instrumento com ponta esférica para aplicação de agente de união na superfície do CIVC não gelificado e adaptação do cimento; • Fotopolimerização do agente de união; • Remoção dos excessos do agente de união das paredes de esmalte com pontas diamantadas; • Condicionamento das paredes de esmalte com ácido fosfórico e procedimentos para restauração da resina composta.
Knight 1994 “Co-curing Technique” para CIVMR • Condicionamento com ácido fosfórico 37% das paredes de dentina, esmalte, toda região do ângulo cavosuperficial e nas fissuras remanescentes da superfície oclusal; • Inserção de CIVMR como base cavitária, até a junção amelo-dentinária do preparo e fotopolimerização por 20 segundos; • Cobertura da superfície oclusal e do preparo remanescente com fina camada de CIVMR; • Inserção de pequena quantidade de resina composta sobre o CIVMR não fotopolimerizado e adaptação da resina de encontro a periferia da cavidade e sobre as fissuras oclusais com instrumento esférico; • Fotopolimerização simultânea do CIVMR e resina composta. <i>Observação: os autores não utilizam adesivo nesta técnica.</i>
Pinheiro et al. 2003 “Técnica da ativação simultânea” • Condicionamento com ácido fosfórico 35% e aplicação de primer nas paredes de esmalte; • Preenchimento parcial da cavidade com CIVC ou CIVMR; • Aplicação de adesivo imediatamente após a inserção do CIVC ou CIVMR, sem aguardar a presa do CIVC, ou sem polimerizar o CIVMR; • Fotopolimerização do adesivo por 10 segundos; • Inserção e fotopolimerização da resina composta.
Knight, McIntyre, Mulyani 2006 “Co-curing Technique” para CIVC • Aplicação de CIVC até a junção amelo-dentinária; • Pincelamento de fina camada de CIVMR no preparo remanescente e sobre o cimento convencional antes ou depois de sua presa inicial; • Inserção da resina composta no centro do CIVMR não fotopolimerizado e gentil acondicionamento da resina de encontro a periferia da cavidade e sobre as fissuras oclusais com instrumento esférico; • Fotopolimerização simultânea do CIVMR e resina composta. <i>Observação: os autores não utilizam adesivo nesta técnica.</i>
Gopikrishna et al. 2009 <i>*Utilização de primer e adesivo autocondicionantes antes da presa inicial do cimento</i> • Inserção do CIVC; • Aplicação do primer autocondicionante antes da presa inicial do CIVC; • Aguardar 20 segundos e secar com jatos de ar; • Aplicação de adesivo autocondicionante e fotopolimerização; • Inserção incremental da resina composta e fotopolimerização por 40 segundos cada camada. <i>* Utilização de adesivo à base de ionômero de vidro após presa inicial do cimento</i> • Inserção do CIVC; • Aguardar a presa inicial do cimento (confirmar com a ponta de uma sonda exploradora); • Aplicação de adesivo à base de ionômero de vidro; • Inserção incremental da resina composta e fotopolimerização por 40 segundos cada camada.

ANEXO D

Resultados do teste de adesão CIVs-resina composta e CIVs-dentina (7 dias)

Tabela 1 – Média de resistência de união $\pm$ DP dos CIVs à dentina e à resina composta

Grupo	CIV	Técnica	Resistência de união (MPa)				
			Interface	*Média $\pm$ DP	Mínimo	Máximo	Amplitude
G1	Ketac™ Fil	Sequência convencional	CIVs-dentina	7,57 $\pm$ 5,48 ^a	0,00	16,02	16,02
G3	Plus	Sequência alternativa		7,40 $\pm$ 4,72 ^a	0,00	15,96	15,96
G2	Vitrebond™	Sequência convencional		14,10 $\pm$ 4,77 ^b	3,05	22,98	19,93
G4		Sequência alternativa		12,84 $\pm$ 5,46 ^b	5,02	23,38	18,36
G1	Ketac™ Fil	Sequência convencional	CIVs-RC	0,96 $\pm$ 1,84 ^a	0,00	4,70	4,70
G3	Plus	Sequência alternativa		5,78 $\pm$ 5,21 ^a	0,00	13,24	13,24
G2	Vitrebond™	Sequência convencional		17,88 $\pm$ 4,72 ^b	9,40	27,81	18,41
G4		Sequência alternativa		18,94 $\pm$ 4,47 ^b	11,23	27,18	15,95

Notas: Somente dados de falhas na interface.

Resultados assinalados com a mesma letra subscrita não apresentam diferenças estatísticas significantes entre si.

Valores zero: Espécimes que descolaram na máquina no início do teste e na interface.

Adesão CIVs-dentina – Kruskal-Wallis (H=30,2296) e Teste de comparações múltiplas de Dunn p<0,0001.

Adesão CIVs-RC – Kruskal-Wallis (H=96,7475) e Teste de comparações múltiplas de Dunn p<0,0001.

Tabela 2 – Adesão dos CIVs à dentina e à resina composta. Número de palitos por grupo: esperados, testados e descolados antes do teste

Grupo	CIV	Técnica	Teste de adesão	Número de palitos			
				Esperados	Testados	Descolamento na interface antes de serem levados à máquina de teste / porcentagem	
G1	Ketac™ Fil	Sequência convencional	CIVs-dentina	50	32	18	36%
G3	Plus	Sequência alternativa		50	42	8	16%
G2	Vitrebond™	Sequência convencional		50	44	6	12%
G4		Sequência alternativa		50	41	9	18%
G1	Ketac™ Fil	Sequência convencional	CIVs-RC	75	17	58	77,33%
G3	Plus	Sequência alternativa		75	48	27	36%
G2	Vitrebond™	Sequência convencional		75	65	10	13,33%
G4		Sequência alternativa		75	72	3	4%

ANEXO E

Fotografias dos palitos de CIVC que deslocaram na interface antes de serem levados à máquina de teste de microtração (grupos de 7 dias)

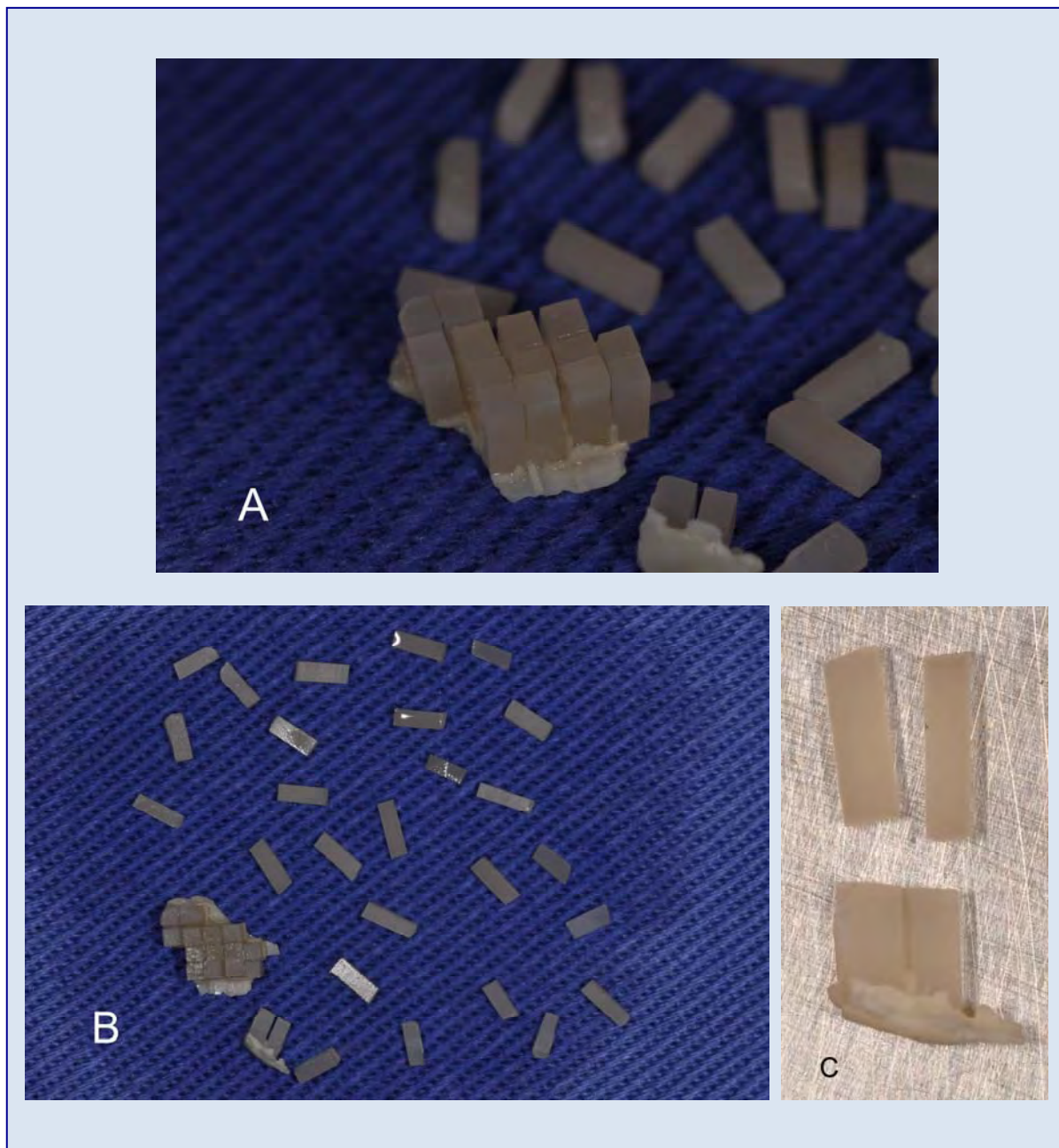


Figura 10 – Aspecto dos palitos CIVC-resina composta que deslocaram na interface antes de serem levados à máquina de teste de microtração (7 dias). A – Pode-se observar na porção central da figura, que parte de alguns palitos permaneceram presos à cera pegajosa; B – Observação de vários palitos descolados; C - Visão aproximada do descolamento na interface de dois palitos, parte deles presos à cera pegajosa

ANEXO F

Fatias de um espécime de cada grupo obtidas para o teste de nanoindentação e vista aproximada das interfaces CIVs-resina composta (grupos de 24 meses)

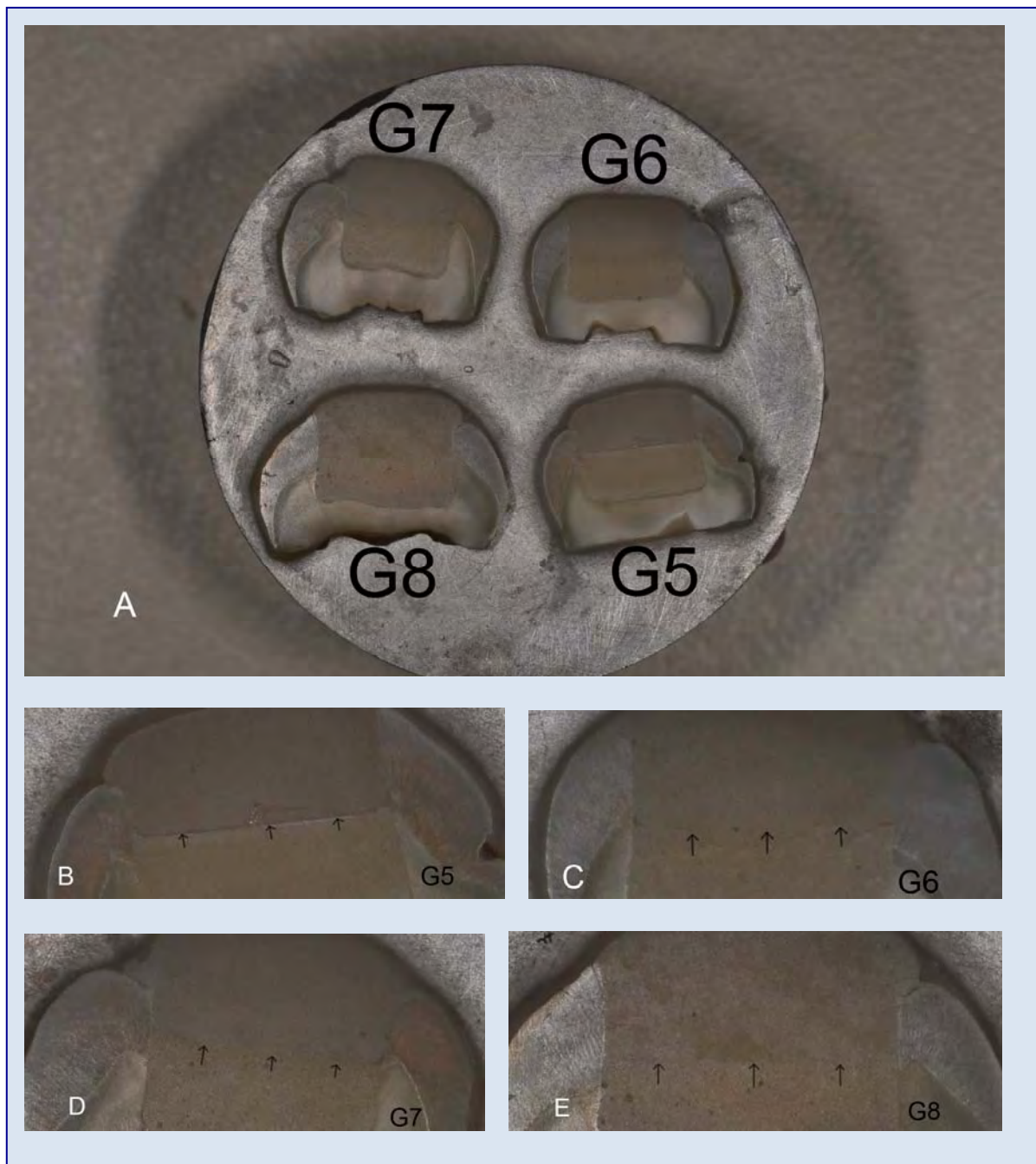


Figura 11 – Fatias de um espécime de cada grupo obtidas para o teste de nanoindentação (24 meses). A – Fatias fixadas no suporte de amostras da máquina de nanoindentação. B – Vista aproximada da interface Grupo 5 (CIVC-resina composta/Sequência Convencional) onde pode ser observada a presença de fenda entre os materiais mesmo sem auxílio de microscópio; C – Vista aproximada da interface Grupo 6 (CIVMR-resina composta/Sequência Convencional); D - Vista aproximada da interface Grupo 7 (CIVC-resina composta/Sequência Alternativa); E - Vista aproximada da interface Grupo 8 (CIVMR-resina composta/Sequência Alternativa). Regiões de adaptação entre os materiais podem ser observadas nas figuras C, D e E

ANEXO G

Microscopia ótica de um espécime de cada grupo da interface adesiva CIVs-resina composta nas fatias obtidas para o teste de nanoindentação (24 meses)



Figura 12 – Grupo 5 – interface CIVC-resina composta – Sequência Convencional

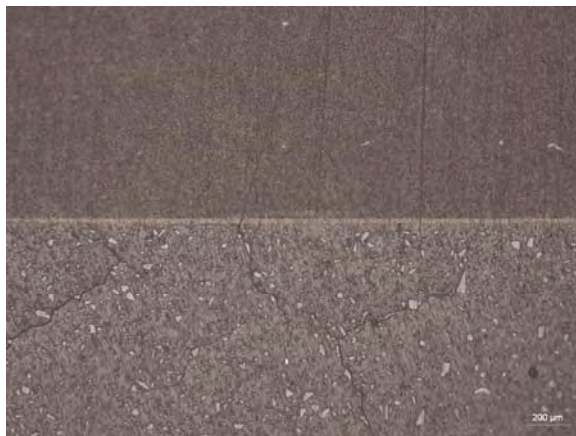


Figura 13 – Grupo 6 – interface CIVMR-resina composta – Sequência Convencional

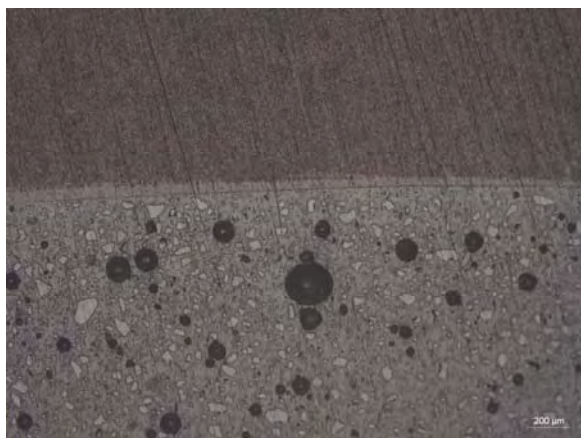


Figura 14 – Grupo 7 – interface CIVC-resina composta – Sequência Alternativa

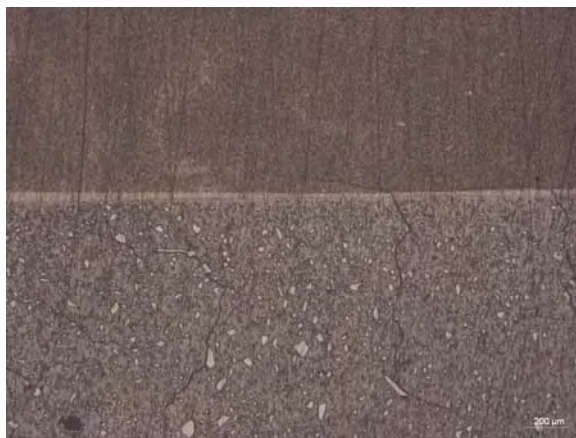


Figura 15 – Grupo 8 – interface CIVMR-resina composta – Sequência Alternativa

ANEXO H

Tabelas e gráficos dos resultados do teste de nanoindentação (7 dias e 24 meses)

Tabela 3 – Dureza dos CIVs, interface e resina composta nas diferentes técnicas (7 dias e 24 meses)

Grupo	CIV+RC	Técnica	Dureza (GPa)				
			Material	*Média ± DP	Mínimo	Máximo	Amplitude
G1	Ketac Fil Plus	Sequência convencional	CIVs 7 dias	1,15 ± 0,69 ^a	0,10	2,89	2,79
G3	+ Z250	Sequência alternativa		1,16 ± 0,86 ^a	0,12	3,66	3,54
G2	Vitrebond	Sequência convencional		0,13 ± 0,03 ^c	0,06	0,24	0,18
G4	+ Z250	Sequência alternativa		0,19 ± 0,09 ^d	0,08	0,54	0,46
G5	Ketac Fil Plus	Sequência convencional	CIVs 24 meses	0,51 ± 0,28 ^b	0,15	1,35	1,19
G7	+ Z250	Sequência alternativa		1,24 ± 0,77 ^a	0,49	3,19	2,69
G6	Vitrebond	Sequência convencional		0,18 ± 0,10 ^d	0,09	0,59	0,50
G8	+ Z250	Sequência alternativa		0,18 ± 0,05 ^d	0,09	0,31	0,21
G1	Ketac Fil Plus	Sequência convencional	Interface 7 dias	-	-	-	-
G3	+ Z250	Sequência alternativa		0,42 ± 0,20 ^a	0,14	0,77	0,62
G2	Vitrebond	Sequência convencional		0,40 ± 0,15 ^a	0,22	0,60	0,38
G4	+ Z250	Sequência alternativa		0,46 ± 0,20 ^a	0,15	0,78	0,62
G5	Ketac Fil Plus	Sequência convencional	Interface 24 meses	-	-	-	-
G7	+ Z250	Sequência alternativa		0,40 ± 0,20 ^a	0,20	0,88	0,67
G6	Vitrebond	Sequência convencional		0,39 ± 0,21 ^a	0,17	0,89	0,71
G8	+ Z250	Sequência alternativa		0,44 ± 0,20 ^a	0,23	0,85	0,61
G1	Ketac Fil Plus	Sequência convencional	RC 7 dias	1,03 ± 0,13 ^{ab}	0,68	1,39	0,71
G3	+ Z250	Sequência alternativa		1,08 ± 0,11 ^{ab}	0,89	1,32	0,43
G2	Vitrebond	Sequência convencional		0,98 ± 0,22 ^a	0,62	1,53	0,91
G4	+ Z250	Sequência alternativa		0,98 ± 0,16 ^a	0,73	1,36	0,63
G5	Ketac Fil Plus	Sequência convencional	RC 24 meses	1,10 ± 0,14 ^{ab}	0,91	1,50	0,59
G7	+ Z250	Sequência alternativa		1,17 ± 0,18 ^b	0,91	1,56	0,65
G6	Vitrebond	Sequência convencional		1,05 ± 0,18 ^{ab}	0,72	1,40	0,67
G8	+ Z250	Sequência alternativa		1,06 ± 0,14 ^{ab}	0,82	1,31	0,48

Notas: Resultados assinalados com a mesma letra subscrita não apresentam diferenças estatísticas significantes entre si. Os testes estatísticos foram conduzidos separadamente para os CIVs, para a resina composta e para a interface, portanto as letras subscritas servem para comparações dentro dos mesmos grupos de materiais ou interface.

Casulos em branco – não foi possível fazer aferições com o endentador pela presença de fendas e/ou pela condição deteriorada da superfície.

*CIVC (7dias e 24 meses) – Kruskal-Wallis (H=29,0845) e comparações múltiplas de Dunn p<0,0001

*CIVMR (7dias e 24 meses) – Kruskal-Wallis (H=27,5137) e comparações múltiplas de Dunn p<0,0001

*Interface (7dias e 24 meses) – Kruskal-Wallis (H=2,5510) p=0,7688

*RC (7dias e 24 meses) – Kruskal-Wallis (H=23,8273) e comparações múltiplas de Dunn p=0,0012

Tabelas e gráficos dos resultados do teste de nanoindentação (7 dias e 24 meses)

Tabela 4 – Módulo de elasticidade dos CIVs, interface e resina composta nas diferentes técnicas (7 dias e 24 meses)

Grupo	CIV+RC	Técnica	Módulo de elasticidade (GPa)				
			Material	*Média ± DP	Mínimo	Máximo	Amplitude
G1	Ketac Fil Plus	Sequência convencional	CIVs 7 dias	19,24 ± 8,62 ^a	2,90	42,66	39,75
G3	+ Z250	Sequência alternativa		19,96 ± 9,71 ^a	2,52	49,15	46,63
G2	Vitrebond	Sequência convencional		2,85 ± 0,82 ^c	1,08	4,68	3,60
G4	+ Z250	Sequência alternativa		4,09 ± 1,58 ^d	2,04	7,91	5,87
G5	Ketac Fil Plus	Sequência convencional	CIVs 24 meses	8,14 ± 2,69 ^b	4,16	14,72	10,55
G7	+ Z250	Sequência alternativa		20,96 ± 5,80 ^a	13,02	33,24	20,21
G6	Vitrebond	Sequência convencional		3,76 ± 0,86 ^d	2,37	6,71	4,33
G8	+ Z250	Sequência alternativa		4,51 ± 2,05 ^d	2,50	13,77	11,26
G1	Ketac Fil Plus	Sequência convencional	Interface 7 dias	-	-	-	-
G3	+ Z250	Sequência alternativa		7,50 ± 2,82 ^a	2,94	11,42	8,48
G2	Vitrebond	Sequência convencional		6,62 ± 1,64 ^a	4,80	8,50	3,69
G4	+ Z250	Sequência alternativa		7,28 ± 1,83 ^a	5,06	10,94	5,88
G5	Ketac Fil Plus	Sequência convencional	Interface 24 meses	-	-	-	-
G7	+ Z250	Sequência alternativa		7,05 ± 2,14 ^a	4,79	14,57	9,78
G6	Vitrebond	Sequência convencional		7,19 ± 3,28 ^a	3,60	13,42	9,82
G8	+ Z250	Sequência alternativa		7,69 ± 2,48 ^a	4,84	12,15	7,30
G1	Ketac Fil Plus	Sequência convencional	RC 7 dias	15,78 ± 1,79 ^{ab}	11,43	19,85	8,42
G3	+ Z250	Sequência alternativa		16,74 ± 1,29 ^{ab}	14,42	20,03	5,61
G2	Vitrebond	Sequência convencional		15,01 ± 3,05 ^a	10,66	20,82	10,16
G4	+ Z250	Sequência alternativa		15,38 ± 2,50 ^{ab}	10,80	19,98	9,18
G5	Ketac Fil Plus	Sequência convencional	RC 24 meses	16,23 ± 1,47 ^{ab}	13,98	19,01	5,02
G7	+ Z250	Sequência alternativa		17,30 ± 1,65 ^b	14,57	20,67	6,09
G6	Vitrebond	Sequência convencional		15,20 ± 1,99 ^{ab}	10,47	18,23	7,76
G8	+ Z250	Sequência alternativa		15,76 ± 1,46 ^{ab}	13,69	19,11	5,42

Notas: Resultados assinalados com a mesma letra subscrita não apresentam diferenças estatísticas significantes entre si. Os testes estatísticos foram conduzidos separadamente para os CIVs, para a resina composta e para a interface, portanto as letras subscritas servem para comparações dentro dos mesmos grupos de materiais ou interface.

Casulos em branco – não foi possível fazer aferições com o endentador pela presença de fendas e/ou pela condição deteriorada da superfície.

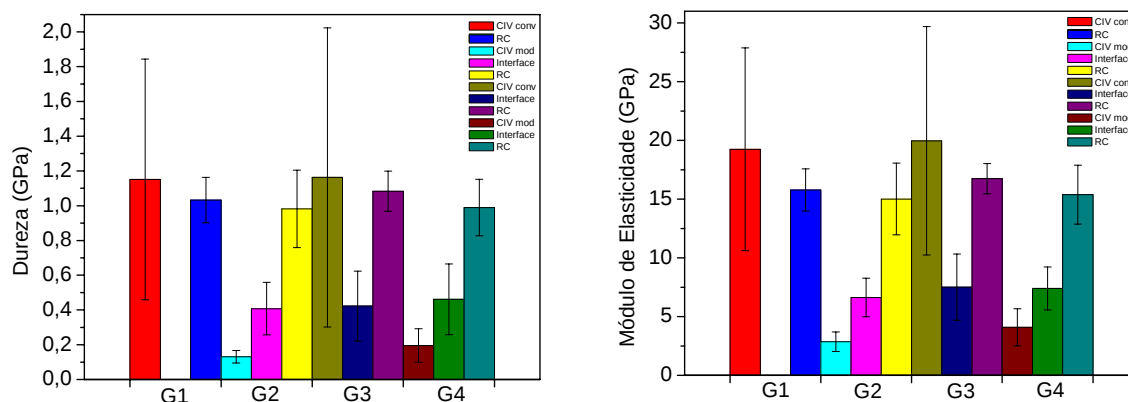
*CIVC (7dias e 24 meses) – Kruskal-Wallis (H=48,2706) e comparações múltiplas de Dunn p<0,0001

*CIVMR (7dias e 24 meses) – Kruskal-Wallis (H=29,0314) e comparações múltiplas de Dunn p<0,0001

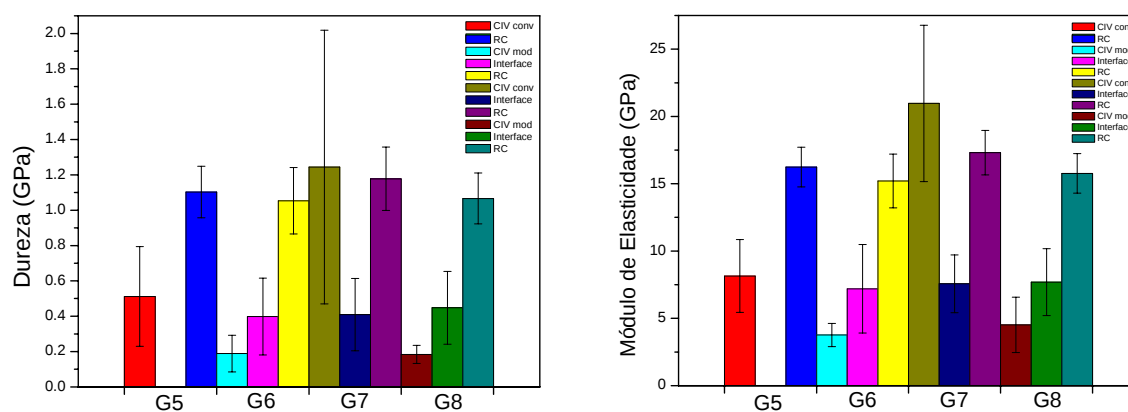
*Interface (7dias e 24 meses) – Kruskal-Wallis (H=2,1406) p=0,8294

*RC (7dias e 24 meses) – Kruskal-Wallis (H=21,7775) e comparações múltiplas de Dunn p=0,0028

Tabelas e gráficos dos resultados do teste de nanoindentação (7 dias e 24 meses)



Gráficos 2 e 3 – Dureza e módulo de elasticidade dos CIVs, interface e resina composta nas diferentes técnicas (7 dias)



Gráficos 4 e 5 – Dureza e módulo de elasticidade dos CIVs, interface e resina composta nas diferentes técnicas (24 meses)

ANEXO I

Imagens comparativas em MEV do tamanho das partículas dos CIVs e resina composta utilizados e relação com o tamanho do endentador

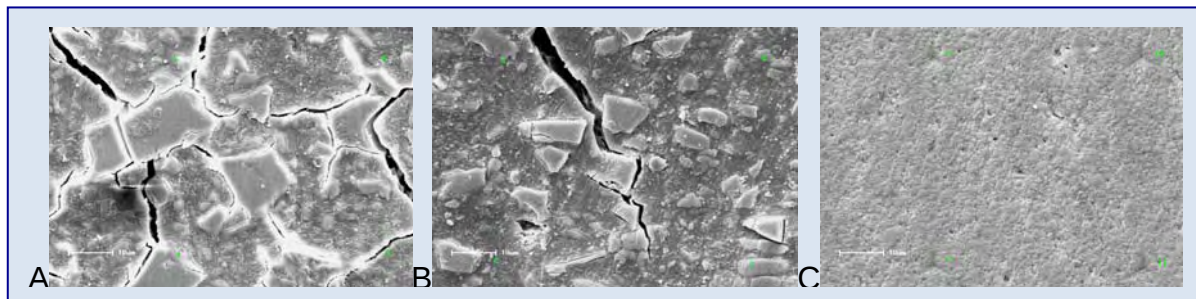


Figura 16 – Imagens comparativas em MEV do tamanho das partículas dos materiais utilizados 1.200x. A – KetacTM Fil Plus; B – VitrebondTM; C – FiltekTM Z250

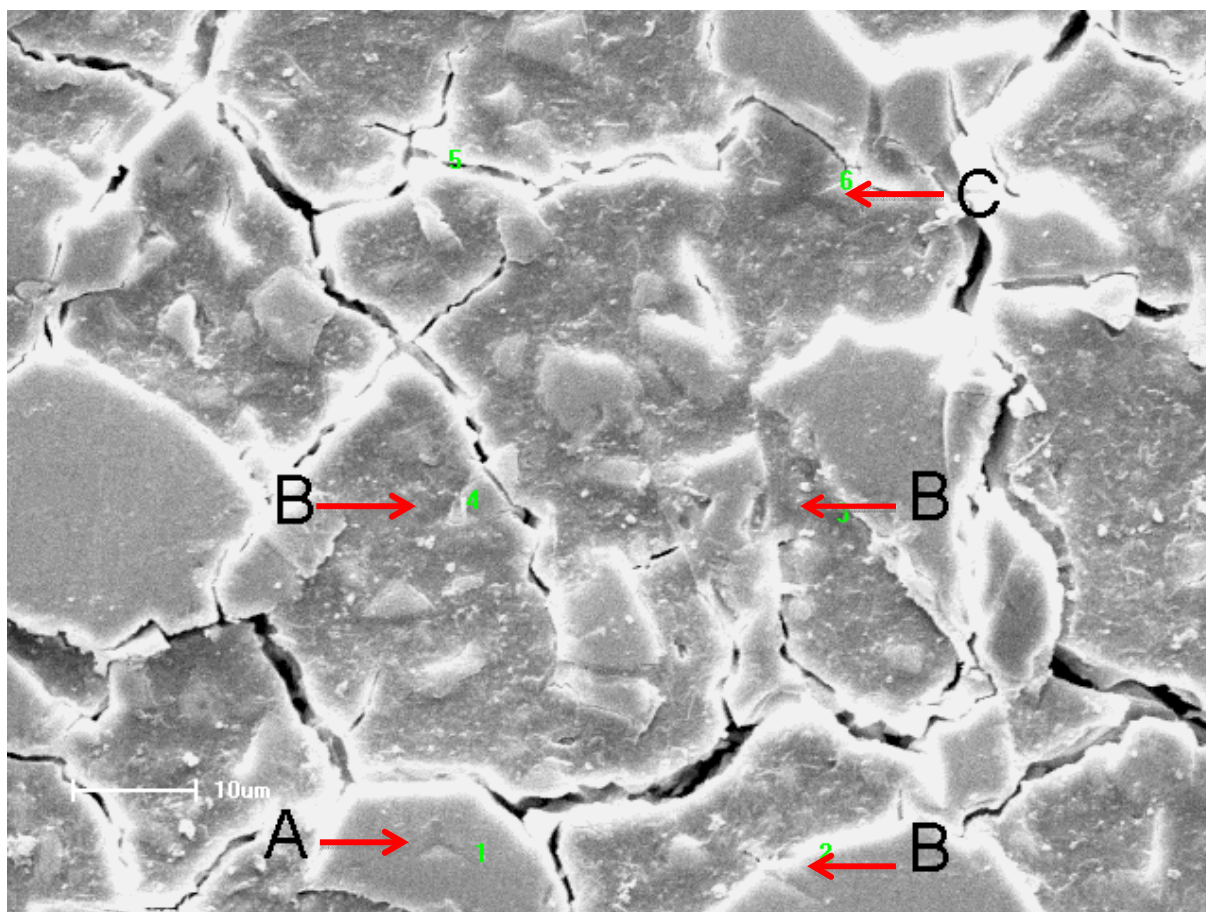


Figura 17 – Localização do endentador na partícula (letra A), entre partícula e matriz (letras B) e na matriz (letra C)