

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

ALEXANDRA MENA SERRANO

**EFEITO DO MODO DE APLICAÇÃO NO DESEMPENHO DE ADESIVOS
AUTOCONDICIONANTES SIMPLIFICADOS À DENTINA**

**PONTA GROSSA
2010**

ALEXANDRA MENA SERRANO

**EFEITO DO MODO DE APLICAÇÃO NO DESEMPENHO DE ADESIVOS
AUTOCONDICIONANTES SIMPLIFICADOS À DENTINA**

Dissertação apresentada para obtenção do título de mestre na Universidade Estadual de Ponta Grossa, no curso de Mestrado em Odontologia – Área de concentração em Dentística Restauradora.

Orientadora Prof^a. Dr^a. Alessandra Reis.

**PONTA GROSSA
2010**

Ficha catalográfica elaborada pelo Setor de Processos Técnicos BICEN/UEPG

S487e Serrano, Alexandra Mena
 Efeito do modo de aplicação no desempenho de adesivos
 autocondicionantes simplificados à dentina. / Alexandra Mena
 Serrano. Ponta Grossa, 2010.
 63f.

 Dissertação (Mestrado em Odontologia – Área de Concentração :
 Dentística Restauradora)- Universidade Estadual de Ponta Grossa.
 Orientadora: Profa. Dra. Alessandra Reis

 1. Adesivos dentários. 2. Resistência à Tração. 3. Dentina.
 I. Reis, Alessandra. II.T.

CDD : 617.67

ALEXANDRA MENA SERRANO

**EFEITO DO MODO DE APLICAÇÃO NO DESEMPENHO DE ADESIVOS
AUTOCONDICIONANTES SIMPLIFICADOS À DENTINA**

Dissertação apresentada para obtenção do título de mestre na Universidade Estadual de Ponta Grossa, no curso de Mestrado em Odontologia - Área de concentração em Dentística Restauradora.

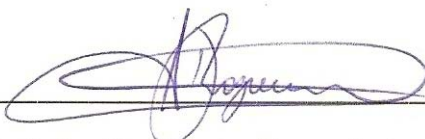
Ponta Grossa, 23 de Fevereiro de 2010.



Prof.^a. Dr.^a. Alessandra Reis – Orientadora
Universidade Estadual de Ponta Grossa



Prof.^a. Dr.^a. Adriana Bona Matos
Universidade de São Paulo



Prof. Dr. Alessandro Dourado Loguercio
Universidade Estadual de Ponta Grossa

A minha mãe Patricia, por ter me dado uma vida maravilhosa cheia de amor.

A meu irmão Juan Carlos, por ter sido meu companheiro em tantas experiências vividas.

A meu pai Iván, por sua ajuda e apoio.

A minha cunhada María José, por todo o carinho que tem me brindado.

A meu sobrinho Sebastian, por fazer me sorrir com as coisas mais simples.

A meu amigo e amor Eugenio, por ter me dado força para continuar.

AGRADECIMENTOS

A Deus por ter me premiado com a linda vida que tenho junto a minha família e amigos.

Ao Professor Doutor João Carlos Gomes, por ter me dado a oportunidade de aprender mais.

À Professora Doutora Osnara Maria Mongruel Gomes pela sua dedicação e preocupação com os alunos.

À Universidade Estadual de Ponta Grossa em nome do Magnífico Reitor João Carlos Gomes por ter me oferecido a oportunidade de realizar este Curso de Pós-Graduação.

A CAPES pelo financiamento de uma bolsa de estudos e pesquisa.

À Universidad de Cuenca, Equador por ter reafirmado a minha paixão por esta profissão.

A minha família avôs, tios e primos por estarem sempre presentes apesar da distância.

À Elizabeth Underdal, Magaly Rodriguez e Mayra Marin, minhas amigas queridas, por seu carinho.

Aos meus colegas e amigos Miguel, Luis Alfonso, Daniel, Yileng, Eliana, Stella, Rafael, Sindianara, Carlos, Giovana, Juliana, Yasmine, Ricelia e João Paulo por terem compartilhado momentos especiais comigo.

À minha orientadora Alessandra Reis pela compreensão, paciência, dedicação e apoio.

Ao Professor Doutor Alessandro Dourado Loguercio por seu exemplo de dedicação e importante contribuição para realização deste trabalho.

Aos Professores do curso de Pós-graduação desta instituição que contribuíram muito para meu aprendizado.

À Professora Doutora Adriana Bona Matos por participar na minha banca examinadora e pela disposição na leitura e correção de meu trabalho.

À Morgana das Graças Procz dos Santos pela disposição e ajuda oferecida.

A Milton Domingos Michel pela colaboração no trabalho laboratorial.

Ao Centro Interdisciplinar de Pesquisa e Pós-graduação (CIPP) por permitir utilizar as instalações e os equipamentos no transcorrer de meu trabalho.

DADOS CURRICULARES

Alexandra Mena Serrano

NASCIMENTO 04.10.1982

Quito - Equador.

FILIAÇÃO

Patrica Serrano Ledergerber
Iván Mena Guerrero

2001 - 2006

Curso de Graduação Facultad de
Odontología de la Universidad de
Cuenca. Cuenca - Equador.

2008/2010

Curso de Pós-graduação em
Odontologia, Universidade Estadual de
Ponta Grossa – UEPG, nível de
Mestrado em Odontologia - Área de
Concentração em Dentística
Restauradora.

RESUMO

Mena Serrano AP. **Efeito do Modo de Aplicação no Desempenho de Adesivos Autocondicionantes Simplificados à Dentina.** [Dissertação de Mestrado em Dentística Restauradora – Faculdade de Odontologia], Ponta Grossa: Universidade Estadual de Ponta Grossa; 2010.

O objetivo deste estudo foi avaliar o efeito da aplicação vibratória de adesivos autocondicionantes simplificados na resistência de união à dentina e nanoinfiltração, tanto no tempo imediato como após 6 meses de armazenamento em água. A superfície oclusal de trinta terceiros molares foi desgastada até obtenção de uma superfície plana de dentina. Três sistemas adesivos autocondicionantes de 1 passo (One Coat 7.0 [OC], Coltène Whaledent; Clearfil S³ Bond [CS], Kuraray e FuturaBond NR [FB], Voco) foram aplicados de forma suave (SU) ou vibratória (VB) (n=5). Após a construção de coroas de resina composta (Opallis, FGM), os espécimes foram armazenados durante 24 h em água destilada a 37 °C. Ao término deste período os espécimes foram cortados longitudinalmente nas direções “x” e “y” para conseguir palitos com seção transversal de 0,8 mm². Os espécimes foram testados sob tração (0,5 mm/min) no tempo imediato [IM] ou após 6 meses de armazenamento em água [6M]. Dois espécimes de cada dente nos respectivos períodos de armazenamento foram imersos por 24 h em uma solução 50% por peso, revelados (8 h) e analisados em microscopia eletrônica de varredura. A quantidade de penetração de nitrato de prata na interface adesiva foi medida no *software* ImageTool 3.0. Os dados de cada adesivo provenientes de cada teste foram submetidos a uma análise de variância de dois fatores (Forma de Aplicação vs. Tempo) e teste de Tukey ($\alpha=0,05$) para contraste das médias. Maiores valores de resistência de união e menor deposição de nitrato de prata foram observados no tempo imediato e nos grupos de aplicação vibratória para os adesivos OC e CS. FB apresentou baixos valores de resistência de união independente do tipo de aplicação. Pode-se concluir que a aplicação vibratória pode aumentar os valores de resistência de união dos adesivos One Coat 7.0 e Clearfil S³ Bond retardando o processo de degradação destas interfaces.

Palavras-chave: Adesivos dentinários. Resistência à Tração. Dentina.

ABSTRACT

Mena Serrano AP. Effect of application mode on the performance of simplified self-etch adhesives to dentin. [Dissertação de Mestrado em Dentística Restauradora – Faculdade de Odontologia], Ponta Grossa: Universidade Estadual de Ponta Grossa; 2010.

The purpose of this study was to evaluate the effect of different application modes on the immediate and 6-month resin-dentin bond strength and silver nitrate uptake. Three one-step self-etch adhesive systems (One Coat 7.0 [OC], Coltène Whaledent; Clearfil S³ Bond [CS], Kuraray and FuturaBond NR [FB], Voco) were applied in a flat superficial dentin surface of thirty human molars under slight [S] or vibratory [V] application modes. Composite build-ups (Opallis, FGM) were constructed incrementally. After water storage at 37 °C for 24 h, teeth were sectioned to obtain sticks with cross-sectional area of 0.8 mm² to be tested in tension (0.5 mm/min) either immediately [IM] or after 6 months [6M] of water storage. Two bonded sticks from each tooth at each storage time were immersed in a 50% (w/v) solution of silver nitrate (24 h), photo-developed (8 h) and analyzed under SEM. The silver nitrate uptake was measured using the ImageTool 3.0 software. The data from each adhesive were analyzed by two-way ANOVA and Tukey's test ($\alpha = 0.05$). The adhesives OC and CS showed higher resin-dentin bond strength values and lower silver nitrate deposition in the immediate time and vibratory application groups. For FB, no significant difference was observed between the two modes of application in the respective storage periods. The vibratory application mode can improve the resin-dentin bonds, reduce the silver nitrate uptake and retard the degradation of the resin-dentin bonds of Clearfil S³ Bond and One Coat 7.0 adhesives.

Keywords: Tensile strength. Dentin-bonding Agents. Dentin.

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 1	- Preparo dos dentes.....	28
Figura 2	- Dispositivo vibratório.....	30
Figura 3	- Aplicação do sistema adesivo.....	31
Figura 4	- Procedimento restaurador.....	32
Figura 5	- Seccionamento dos dentes para obtenção dos cps.....	33
Figura 6	- Corpo-de-prova fixado na garra.....	34
Figura 7	- Máquina de Ensaio Universal (Kratos Dinamometros, Cotia, São Paulo, Brasil).....	34
Figura 8	- Preparo dos cps para avaliação da penetração de nitrato de prata na interface de união.....	36
Figura 9	- A) Metalizador (Shimadzu, Kioto, Japão); B) microscópio eletrônico de varredura (SSX-550, Shimadzu, Tóquio, Japão).....	36
Figura 10	- Mensuração da área (μm^2) ocupada pela camada híbrida e camada de adesivo e da área ocupada pelo nitrato de prata	37
Figura 11	- Fotomicrografias obtidas em microscopia eletrônica de varredura (1200 X) para o sistema adesivo One Coat 7.0 nas diferentes condições experimentais.....	41
Figura 12	- Fotomicrografias obtidas em microscopia eletrônica de varredura (1200 X) para o sistema adesivo Clearfil S ³ Bond nas diferentes condições experimentais.....	42
Figura 13	- Fotomicrografias obtidas em microscopia eletrônica de varredura (1200 X) para o sistema adesivo Futurabond NR nas diferentes condições experimentais.....	43
Quadro 1	- Adesivos empregados (número de lote), composição e modo de aplicação.....	30

LISTA DE TABELAS

Tabela 1	- Médias e desvios padrões da resistência de união (MPa) para os diferentes grupos experimentais do adesivo One Coat 7.0.....	38
Tabela 2	- Médias e desvios padrões da resistência de união (MPa) para os diferentes grupos experimentais do adesivo Clearfil S ³ Bond....	38
Tabela 3	- Médias e desvios padrões da resistência de união (MPa) para os diferentes grupos experimentais do adesivo Futurabond NR....	39
Tabela 4	- Número de espécimes (%) distribuídos de acordo com os diferentes padrões para o adesivos One Coat 7.0, Clearfil S ³ Bond e Futurabond NR nas diferentes condições experimentais...	39
Tabela 5	- Médias e desvios padrões da quantificação de nitrato (%) para os diferentes grupos experimentais do adesivo One Coat 7.0.....	40
Tabela 6	- Médias e desvios padrões da quantificação de nitrato (%) para os diferentes grupos experimentais do adesivo Clearfil S ³ Bond....	42
Tabela 7	- Médias e desvios padrões da quantificação de nitrato (%) para os diferentes grupos experimentais do adesivo Futurabond NR....	43

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

A	Área
AgNO ₃	Nitrato de prata
ANOVA	Análise de variância
A/M	Fratura adesiva/mista
Bis-GMA	Bisfenol A-glicidil metacrilato
BPDM	Bisfenil dimetacrilato
C	Fratura coesiva
cm	Centímetro
cm ²	Centímetro quadrado
cm ³	Centímetro cúbico
COEP	Comitê de Ética em Pesquisa
cp	Corpo(s)-de-prova
CS	Clearfil S ³ Bond
EDTA	Ácido etileno diamino tetra acético
FB	Futurabond NR
h	Hora
H ₂ O	Água
HEMA	2-Hidroxietilmetacrilato
J	Joule
MEV	Microscópio eletrônico de varredura
min	Minuto
mL	Mililitro
mm	Milímetro
mm ²	Milímetro quadrado
MPa	Megapascal
mW	Miliwatts
Nº	Número

nm	Nanometro
N	Normal
NaOCl	Hipoclorito de sódio
OC	One Coat 7.0
<i>p</i>	Valor de significância
pH	Potencial hidrogeniônico
rpm	Rotação por minuto
RU	Resistência de união
s	Segundo
SU	Suave
UEPG	Universidade Estadual de Ponta Grossa
VB	Vibratória
vs.	Versus
μL	Microlitro
μm	Micrometro
μm ²	Micrometro quadrado
4-META	4-[2-metacriloxietóxi) carbonil] ácido anidrido

LISTA DE SÍMBOLOS

X	Número de vezes
#	Número
°C	Grau Celsius
%	Porcentagem
>	Maior
<	Menor
=	Igual
±	Mais ou menos

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO.....	15
2	REVISÃO DE LITERATURA.....	18
3	PROPOSIÇÃO.....	27
4	MATERIAL E MÉTODOS.....	28
4.1	PREPARO DOS DENTES.....	28
4.2	PROCEDIMENTO ADESIVO.....	29
4.3	PROCEDIMENTO RESTAURADOR.....	31
4.4	PREPARO DOS CORPOS-DE-PROVA.....	32
4.5	ENSAIO DE MICROTRAÇÃO DOS CORPOS-DE-PROVA.....	33
4.6	ANÁLISE ESTATÍSTICA DOS DADOS DE MICROTRAÇÃO.....	34
4.7	ANÁLISE DA PENETRAÇÃO DE NITRATO EM MEV.....	35
5	RESULTADOS.....	38
5.1	ANÁLISE DOS VALORES DE RESISTÊNCIA DE UNIÃO.....	38
5.2	ANÁLISE QUANTITATIVA DE INFILTRAÇÃO DE NITRATO DE PRATA.....	40
6	DISCUSSÃO.....	44
7	CONCLUSÕES.....	49
	REFERÊNCIAS.....	50
	ANEXO Parecer da Comissão de Ética em Pesquisa da Universidade Estadual de Ponta Grossa.....	62

1 INTRODUÇÃO

Os sistemas adesivos são compostos de monômeros resinosos hidrofóbicos e hidrofílicos, iniciadores, inibidores, solventes e partículas de carga (Van Landuyt et al.¹ 2007). Atualmente podem ser classificados em sistemas de 1, 2 e 3 passos, de acordo com a associação entre as três etapas básicas do procedimento de adesão: condicionamento ácido, *primer* e adesivo (*bond*). Os sistemas adesivos comercialmente disponíveis empregam uma dentre os dois tipos de abordagem de união existentes: convencional ou autocondicionante. Os adesivos convencionais são aqueles que utilizam o condicionamento ácido como passo separado e podem ser encontrados em 2 ou 3 passos. Já os adesivos autocondicionantes associam, em geral, o condicionamento ácido ao *primer*, e podem ser apresentados em 1 ou 2 passos (Van Meerbeek et al.² 2003, Carvalho et al.³ 2004).

O desenvolvimento dos sistemas adesivos hidrofílicos associados aos solventes orgânicos permitiu maior compatibilidade com o substrato dentinário, que é inerentemente úmido. Por outro lado, outras dificuldades surgiram no procedimento de união como a retenção de solventes dentro da camada de adesivo (Yiu et al.⁴ 2005) e a maior susceptibilidade destes materiais à degradação ao longo do tempo (De Munck et al.⁵ 2005, Breschi et al.⁶ 2008).

No que tange a durabilidade destes materiais, sabe-se que esta propriedade depende, entre outros, do grau de conversão de monômeros em polímeros e de sua característica hidrofílica. Pode-se inferir que o grau de conversão dos adesivos é bem inferior ao das resinas compostas, devido a formação do polímero ocorrer na presença de água e solventes residuais (Jacobsen, Söderholm⁷ 1995, Paul et al.⁸ 1999) e pela maior influência relativa da camada inibida pelo oxigênio (Rueggeberg, Margeson⁹ 1990). Um polímero sub-polymerizado e rico em terminações hidrofílicas tende a absorver maior quantidade de água do meio oral, o que afeta suas propriedades mecânicas imediatas e ao longo do tempo (Reis et al.¹⁰ 2005, Carrilho et al.¹¹ 2005).

A degradação dos componentes poliméricos, por sua vez, deixa as fibrilas de colágeno expostas à ação de metaloproteases endógenas que podem degradar o componente orgânico da camada híbrida (Pashley et al.¹² 2004, Carrilho et al.¹³ 2007). Este mesmo fenômeno pode ocorrer quando a penetração dos monômeros resinosos entre as fibrilas desmineralizadas é insuficiente deixando regiões não infiltradas expostas à água (Spencer, Swafford¹⁴ 1999). Esta degradação implica redução da resistência de união entre o tecido dentinário e os sistemas adesivos comprometendo o selamento e resultando em sensibilidade pós-operatória, descoloração marginal e cárie secundária. Isto ainda pode ocasionar falha de retenção com perda prematura de restaurações confeccionadas em cavidades não retentivas, como lesões de Classe V (Van Dijken¹⁵ 2000, Peumans et al.¹⁶ 2005). Assim, a frágil e transiente estabilidade das restaurações adesivas acarreta em ônus direto aos pacientes que são expostos a re-tratamentos restauradores periódicos, nos quais não se pode evitar a perda gradativa dos tecidos dentais saudáveis (Szep et al.¹⁷ 2002).

Existem algumas alternativas clínicas que podem ser empregadas para maximizar o desempenho dos adesivos convencionais e autocondicionantes simplificados. A aplicação de múltiplas camadas (Frankenberger et al.¹⁸ 2001, Pashley et al.¹⁹ 2002, Nakaoki et al.²⁰ 2005, Albuquerque et al.²¹ 2008), aplicação de uma camada extra hidrofóbica (King et al.²² 2005, Van Landuyt et al.²³ 2006, Reis et al.²⁴ 2008), prolongar o tempo de aplicação (Velasquez et al.²⁵ 2006), pré tratamentos com hipoclorito de sódio, EDTA, ou ácido fosfórico (Fawzy et al.²⁶ 2008, Erhardt et al.²⁷ 2008) são técnicas que têm demonstrado resultados promissores com estes materiais. No entanto estas alternativas aumentam o número de passos e/ou o tempo clínico de aplicação, comprometendo a característica de simplicidade destes sistemas.

Outra alternativa de aplicação para os sistemas adesivos simplificados que pode favorecer a evaporação dos solventes além de permitir uma maior infiltração nos substratos dentais é a aplicação ativa manual. Estudos recentes confirmaram a efetividade da aplicação ativa e vigorosa ao demonstrar a preservação dos valores de resistência de união à dentina ao longo do tempo para os adesivos convencionais simplificados (Reis et al.²⁸ 2007) e diminuição da permeabilidade dos sistemas autocondicionantes simplificados após 6 meses de armazenamento (Amaral et al.²⁹

2009) em comparação com os espécimes em que a aplicação foi realizada de acordo com as recomendações do fabricante. Outra forma de aplicação que poderia trazer benefícios semelhantes seria a aplicação vibratória. Resultados promissores foram encontrados quando esta técnica foi utilizada para adesivos convencionais simplificados (Zander-Grande³⁰ 2008) e alguns sistemas autocondicionantes (Bagis et al.³¹ 2009).

Em função disto, o presente estudo se propôs a estudar o efeito da técnica de aplicação vibratória no desempenho imediato e na durabilidade de sistemas adesivos autocondicionantes simplificados à dentina.

2 REVISÃO DE LITERATURA

A odontologia restauradora assim como deve cumprir as demandas estéticas e funcionais do paciente deve se preocupar também por oferecer tratamentos minimamente invasivos e duradouros. O desenvolvimento dos sistemas adesivos no mercado odontológico, promovendo a retenção micromecânica dos materiais restauradores à estrutura dental permitiu que a formação do conceito de odontologia minimamente invasiva. Esse processo de retenção começa com a remoção de minerais e a consequente exposição de microporosidades na superfície do esmalte e dentina. A subsequente penetração de monômeros resinosos nesses espaços e sua polimerização permite a formação de uma interface híbrida com o substrato que é a responsável pela retenção atual dos materiais restauradores estéticos às estruturas dentais (Van Meerbeek et al.² 2003).

Os sistemas adesivos podem ser classificados de acordo com gerações, no entanto a classificação mais utilizada atualmente se baseia no tipo de substrato dental empregado para adesão. Assim os adesivos podem ser classificados em convencionais e autocondicionantes; sendo que os primeiros necessitam da desmineralização dos substratos antes da aplicação do adesivo. Por outro lado, as etapas de desmineralização e infiltração ocorrem simultaneamente para os adesivos autocondicionantes (Van Meerbeek et al.² 2003).

Outro tipo de classificação amplamente utilizada se refere ao número de passos clínicos necessários para as diferentes etapas que estão envolvidas no protocolo adesivo, isto é condicionamento ácido, *primer* e aplicação de adesivo. Assim os sistemas adesivos podem ser classificados em 1, 2 ou 3 passos. Os sistemas convencionais requerem o condicionamento ácido como passo separado e podem ser comercializados em 2 ou 3 passos dependendo da associação do *primer* ao adesivo. Para suprir a etapa do condicionamento com ácido fosfórico, os adesivos autocondicionantes incorporaram na sua fórmula monômeros ácidos polimerizáveis junto ao *primer*, formando os adesivos autocondicionantes de 2 passos. Os autocondicionantes ainda podem ser comercializados em 1 passo, pela incorporação do

bond ou monômero hidrófobo ao *primer* ácido formando assim um único produto. (Pashley, Tay³² 2001).

Os adesivos autocondicionantes de um ou dois passos possuem a característica comum de englobar a *smear layer* na camada híbrida, mas diferem na composição de acordo com o seu potencial hidrogeniônico (pH), que nos indica o quão ácido é um adesivo em relação ao outro. Segundo Van Meerbeek et al.² (2003) podem ser divididos em autocondicionantes de acidez leve ($\text{pH} > 2$), moderada ($1 < \text{pH} < 2$) e de alta acidez ($\text{pH} < 1$).

Os sistemas que possuem alta acidez, ou ainda chamados agressivos, promovem uma desmineralização mais pronunciada no esmalte, bastante semelhante à alcançada pelas substâncias ácidas dos sistemas convencionais (Pashley, Tay³² 2001). Na dentina, os sistemas agressivos conseguem infiltrar em toda a *smear layer* e também conseguem atingir a dentina subjacente envolvendo-as no processo de hibridização e favorecendo a formação de camadas híbridas tão espessas quanto às observadas com os sistemas convencionais (Pashley, Tay³² 2001). Vale ressaltar que mesmo os autocondicionantes mais ácidos não apresentam o pH tão baixo quanto o ácido fosfórico (Kenshima et al.³³ 2005). Sendo assim, a formação de camadas mais espessas proporcionadas pela alta acidez do material não pode ser interpretada como uma vantagem do material, sendo que a espessura da camada não está relacionada com altos valores de resistência de união (De Munck et al.³⁴ 2003).

Entretanto os adesivos autocondicionantes moderados e leves, formam uma camada híbrida com características sub-micrométricas, onde a hidroxiapatita é parcialmente removida em torno do colágeno exposto (Nakabayashi, Saimi³⁵ 1996, Inoue et al.³⁶ 2000) e demonstram valores maiores de resistência de união em comparação aos sistemas agressivos (Kaaden et al.³⁷ 2002, Kenshima et al.³³ 2005).

Apesar da evolução dos sistemas adesivos a longevidade das restaurações é ainda um tema de grande preocupação. Independente do sistema adesivo utilizado, as restaurações enfrentam desafios na cavidade bucal que comprometem a integridade da interface adesiva e a consequente durabilidade da restauração. Estudos *in vitro* e *in vivo* têm demonstrado sinais de degradação com

alterações morfológicas no polímero e na matriz de colágeno após períodos de até um ano de avaliação (Bittencourt et al.³⁸ 2005, Reis et al.³⁹ 2007, Osorio et al.⁴⁰ 2008, Van Dijken, Pallesen⁴¹ 2008, Van Landuyt et al.⁴² 2008, Hashimoto et al.⁴³ 2009). Clinicamente essa degradação pode ser observada pela descoloração marginal e perda parcial ou total da restauração (Peumans et al.¹⁶ 2005). A degradação dos sistemas adesivos depende de fatores como sua capacidade de infiltração nos substratos dentinários, o tipo de substrato onde é realizada a adesão, da distribuição homogênea dos monômeros resinosos na zona de interdifusão resinosa e da eficiente polimerização destes (Breschi et al.⁶ 2008).

Numa revisão sistemática de literatura, que incluiu publicações de janeiro de 1998 a maio de 2004, Peumans et al.¹⁶ (2005) analisaram a efetividade clínica dos adesivos atuais em lesões não cariosas de classe V e demonstraram que os adesivos convencionais de dois passos são inferiores clinicamente aos convencionais de três passos e aos autocondicionantes de dois passos, entretanto os que apresentaram desempenho clínico ineficiente foram os adesivos autocondicionantes de passo único. Isto deixou claro que a tentativa de simplificar a técnica adesiva diminuindo o número de passos clínicos, reduziu a efetividade destes materiais. Os adesivos convencionais, especialmente os sistemas de três passos, têm demonstrado um melhor desempenho tanto *in vitro* (Inoue et al.⁴⁴ 2003, Osorio et al.⁴⁰ 2008) como clínico (Peumans et al.¹⁶ 2005) ao longo do tempo, porém têm-se mostrado altamente susceptíveis à umidade do substrato o qual é imprescindível para manter as porosidades interfibrilares e conseguir uma adequada infiltração de monômeros resinosos (Van Meerbeek et al.⁴⁵ 1998).

Manter um campo apropriado para a aplicação destes adesivos pode ser considerado um desafio para o clínico. Fatores como o tipo de solvente do sistema adesivo a ser utilizado (Reis et al.⁴⁶ 2003), tempo de secagem, distância do jato de ar (Kanca⁴⁷ 1996) são preponderantes para o sucesso da técnica. Alguns erros técnicos como a inadequada manutenção da umidade dentinária e a incorreta evaporação do solvente afetam grandemente a resistência dos adesivos convencionais à dentina (Hashimoto et al.⁴⁸ 2006) e os tornam bem mais sensíveis a habilidade do operador (Giachetti et al.⁴⁹ 2007).

A incorporação de monômeros mais hidrófilos que funcionam como solventes polimerizáveis para o Bis-GMA, tais como o HEMA, permite que o adesivo se difunda mais facilmente entre os espaços interfibrilares repletos de água. Porém, a água diminui significativamente sua capacidade de evaporação quando misturada com HEMA (Pashley et al.⁵⁰ 1998). Assim, outro desafio para os sistemas adesivos hidrofílicos é a completa remoção de água e solventes antes da polimerização. Sabe-se que após a aplicação do adesivo, mesmo que o tempo para evaporação dos solventes seja maior que o recomendado pelos fabricantes (5 a 10 segundos), alguma água residual permanecerá entremeada na mistura quando da polimerização do adesivo (Yiu et al.⁵¹ 2005). A presença de água e solventes entre as cadeias poliméricas reduz drasticamente o grau de conversão dos adesivos (Jacobsen, Söderholm⁷ 1995, Paul et al.⁸ 1999) e desta forma impede a formação de uma interface de união resistente e estável ao longo do tempo.

Se por um lado a incorporação de monômeros hidrofílicos na composição dos sistemas adesivos permitiu maior compatibilidade destes materiais com a dentina desmineralizada úmida, trouxe outras desvantagens como a elevada sorção de água destes materiais (Malacarne et al.⁵² 2006) e sua maior predisposição para a degradação ao longo do tempo (Gamborgi et al.⁵³ 2007). Ito et al.⁵⁴ (2005) demonstraram que um polímero produzido a partir de resina mais hidrófila sorve 23 vezes mais água do que uma hidrófoba.

Sabe-se atualmente que os adesivos convencionais não conseguem infiltrar por toda a extensão de dentina demineralizada (Sano et al.⁵⁵ 1995). Quando ocorre uma incompleta distribuição dos monômeros resinosos na matriz dentinária, fibras colágenas ficam expostas e susceptíveis a ação das metaloproteases (MMPs) da dentina. As metaloproteases são endopeptidases zinco e cálcio dependentes que ficam aprisionadas e inativas na matriz de dentina mineralizada durante a formação do tecido. Pertencem a um grupo de enzimas capazes de degradar quase todos os componentes extracelulares da matriz dentinária (Pashley et al.⁵⁶ 2004).

Baseados na hipótese de que a camada híbrida não cumpriria um papel importante no mecanismo de adesão à dentina, estudos têm considerado a possibilidade da remoção das fibras colágenas da camada demineralizada tentando

diminuir a possibilidade de degradação. Prati et al.⁵⁷ (1999) demonstraram que a utilização de hipoclorito de sódio (NaOCl) após condicionamento ácido remove em totalidade as fibrilas colágenas e aumenta o diâmetro dos túbulos dentinários favorecendo o aumento da resistência de união. A utilização de EDTA como condicionador do substrato dentinário (Sauro et al.⁵⁸ 2009) e de NaOCl (Castro et al.⁵⁹ 2000) tem demonstrado aumentar os valores de resistência de união à dentina reduzindo a degradação (Sauro et al.⁵⁸ 2009).

Por outro lado, quando se pensa em manter a parte orgânica da dentina demineralizada que é a temática atual, o emprego de clorexidina incorporada ao ácido fosfórico (Stanislawczuk et al.⁶⁰ 2009) ou aplicada após o condicionamento ácido (Hebling et al.⁶¹ 2005, Carrilho et al.⁶² 2007, Loguercio et al.⁶³ 2009), têm demonstrado efetividade na preservação da interface adesiva de sistemas convencionais simplificados. O digluconato de clorexidina atua como um inibidor das MMPs presentes na dentina desmineralizada evitando assim a degradação proteolítica da camada híbrida (Pashley et al.⁵⁶ 2004).

De Munck et al.⁶⁴ (2009) estudaram a possibilidade de diminuir a ação das MMPs na degradação da interface adesivas dos sistemas convencionais e autocondicionantes ao incorporar clorexidina aos *primers* dos adesivos testados. Os resultados deste estudo revelaram que esta alternativa só foi efetiva para os sistemas convencionais e concluíram que a degradação causada pelas MMPs afeta mais os sistemas convencionais em função do maior percentual de matriz orgânica demineralizada exposta. Em função da demineralização e infiltração ocorrem simultaneamente para os adesivos autocondicionantes, menos matriz orgânica está exposta para a degradação enzimática.

Além disto, esta demineralização e infiltração simultânea dos adesivos autocondicionantes evita a formação dos espaços vazios susceptíveis à degradação observados na camada híbrida dos adesivos convencionais (Van Meerbeek et al.² 2003, Breschi et al.⁶ 2008).

No entanto, não podemos considerar que em função desta vantagem os sistemas autocondicionantes não são suscetíveis a degradação ao longo do tempo. Em função da maior quantidade de monômeros hidrofílicos incorporados na sua

composição, os sistemas adesivos autocondicionantes, principalmente os de 1 passo são considerados os mais permeáveis (Chersoni et al.⁶⁵ 2004) dentre todas as categorias de sistemas adesivos. A permeabilidade foi demonstrada pela presença de canais de água ou “*water trees*” na camada híbrida e na camada de adesivo após infiltração com nitrato de prata (Tay, Pashley⁶⁶ 2003). Dessa forma a composição hidrofílica destes materiais favorece a hidrólise, processo químico que quebra as uniões covalentes entre os polímeros pela adição de água às uniões éster (De Munck et al.⁵ 2005).

Como a durabilidade destes sistemas adesivos autocondicionantes parece ser dependente da qualidade do polímero formado por estes materiais, diversas alternativas clínicas têm sido sugeridas para superar as limitações dos sistemas autocondicionantes e melhorar o seu desempenho na dentina. Uma destas alternativas envolve a influência da aplicação de múltiplas camadas dos adesivos autocondicionantes. A aplicação de duas ou três camadas mostrou que há melhoria não só da resistência de união (Nakaoki et al.²⁰ 2005, Albuquerque et al.²¹ 2008) mas também ocorre redução da permeabilidade destes materiais (Ito et al.⁵⁴ 2005). Como o baixo desempenho deste grupo de materiais está associado com sua alta hidrofília (Tay, Pashley⁶⁶ 2003) estudos laboratoriais já demonstraram que a aplicação de uma camada de adesivo hidrofóbica sobre os adesivos autocondicionantes simplificados pode melhorar significativamente seu desempenho. Esta cobertura com adesivo hidrofóbico permite aumentar os valores de resistência de união à dentina imediata (King et al.²² 2005, Van Landuyt et al.²³ 2006) e após armazenamento dos espécimes em água (Reis et al.²⁴ 2008). É bem provável que isto se deva a redução da permeabilidade dentinária que ocorre quando uma camada adesivo hidrofóbica é aplicada sobre o adesivo simplificado (Andrade e Silva et al.⁶⁷ 2009). A efetividade desta técnica também foi comprovada por um recente estudo clínico que demonstrou que esta abordagem, ou seja, aplicação de uma camada de adesivo hidrofóbica sobre o adesivo autocondicionante de um passo pode efetivamente melhorar o desempenho clínico destes materiais aumentando sua taxa de retenção após 18 meses de avaliação clínica (Reis et al.⁶⁸ 2009).

Ao contrário dos adesivos convencionais, os autocondicionantes têm a capacidade de, após a dissolução parcial ou total da *smear layer*, incluí-la na camada híbrida evitando assim a potencial sensibilidade pós-operatória causada pela incompleta infiltração de monômeros resinosos nos túbulos dentinários (Perdigão et al.⁶⁹ 2007). No entanto, estudos têm demonstrado que apesar dos benefícios de manter a *smear layer*, a espessura da mesma pode interferir com o desempenho dos adesivos autocondicionantes (Koase et al.⁷⁰ 2004, Sattabanasuk et al.⁷¹ 2007, Yiu et al.⁷² 2008, Ermis et al.⁷³ 2008). Assim o tipo de instrumento rotatórios utilizado durante o preparo cavitário pode afetar a resistência de união destes materiais (Koase et al.⁷⁰ 2004, Dias et al.⁷⁴ 2004, Sattabanasuk et al.⁷¹ 2007, Yiu et al.⁷² 2008, Ermis et al.⁷³ 2008) criando espessuras de *smear layer* que podem comprometer a penetração dos adesivos. A espessura da *smear layer* pode variar entre 1 e 5 µm. Camadas mais espessas são criadas quando o procedimento de corte e/ou abrasão é realizado sem refrigeração com água, ou quando pontas de diamante são utilizadas ao invés de instrumentos rotatórios de aço ou carbeto de tungstênio (Pashley⁷⁵ 1984). Estudos *in vitro* recomendam a utilização de pontas diamantadas super finas (Koase et al.⁷⁰ 2004) ou brocas de carbide (Yiu et al.⁷² 2008), uma vez que estes instrumentos produzem *smear layer* de menor espessura. Outros estudos sugerem o pré-tratamento da dentina com diversas substâncias como o EDTA (Soares et al.⁷⁶ 2007), hipoclorito de sódio e ácido fosfórico (Fawzy et al.²⁶ 2008, Erhardt et al.²⁷ 2008) para eliminar a *smear layer* e assim melhorar os valores de resistência de união dos adesivos autocondicionantes à dentina.

A pesar das técnicas de aplicação acima mencionadas terem demonstrado ser efetivas para melhorar o desempenho dos sistemas autocondicionantes de passo único, essas alternativas afetam a simplicidade da aplicação destes materiais, atrativo pelo qual são estes materiais são procurados no mercado, ao aumentar o número de passos e o tempo clínico. Assim a forma de aplicação ativa torna-se uma alternativa válida ao não afetar a simplicidade técnica do material.

Chan et al.⁷⁷ (2003) demonstraram que os sistemas autocondicionantes aplicados de forma passiva sobre dentina são capazes de se

difundir através de uma *smear layer* grossa, porém a aplicação ativa auxilia na dissolução desta camada favorecendo a resistência de união dos adesivos testados.

Para favorecer a evaporação de água e solventes residuais da camada adesiva e promover a distribuição adequada dos monômeros resinosos algumas técnicas de aplicação manual ou mecânica e com auxílio de dispositivos, têm sido proposta por vários pesquisadores (Finger, Tani⁷⁸ 2005, Breschi et al.⁷⁹ 2006, Visintini et al.⁸⁰ 2008, Bagis et al.⁸¹ 2008, Zander-Grande³⁰ 2008, Amaral et al.²⁹ 2009, Bagis et al.³¹ 2009). Amaral et al.²⁹ (2009) avaliaram o efeito da aplicação ativa manual no desempenho imediato e após 6 meses de sistemas autocondicionantes simplificados à dentina. Os valores de resistência de união obtidos a partir do teste de microtração demonstraram efetividade da técnica quando comparados com a aplicação inativa. Esta técnica também se mostrou efetiva na diminuição da permeabilidade destes adesivos uma vez que menor percentual de nitrato de prata impregnou-se nas interfaces de união após 6 meses de armazenamento.

O efeito do aumento do tempo de exposição também se mostrou efetivo na redução da permeabilidade da camada de adesivo formada por sistemas autocondicionantes (Breschi et al.⁸² 2007) e aumento do grau de conversão dos monômeros em polímeros (Cadenaro et al.⁸³ 2005). Porém o efeito benéfico desta técnica na preservação da estabilidade de união ao longo do tempo ainda carece investigações.

Diversos dispositivos para a aplicação dos adesivos autocondicionantes têm sido sugeridos. Breschi et al.⁷⁹ (2006) e Visintini et al.⁸⁰ (2008) reportaram a utilização de um dispositivo que transmite impulsos elétricos durante a aplicação do adesivo, o ElectroBond[®]. Os resultados obtidos por estes investigadores, através dos testes de microtração e nanofiltração, demonstram superioridade no desempenho dos materiais estudados quando este dispositivo foi empregado. Porém, estes estudos não consideraram uma avaliação ao longo do tempo para determinar a efetividade desta técnica em prevenir ou reduzir a degradação dos materiais testados.

Uma outra técnica investigada foi a aplicação ultrassônica de adesivos à dentina. Alguns estudos que avaliaram o efeito desta técnica para adesivos autocondicionantes não obtiveram melhorias nos valores de resistência de união

(Finger, Tani⁷⁸ 2005, Bagis et al.⁸¹ 2008, Bagis et al.³¹ 2009). Porém estes estudos não avaliaram a resistência à degradação para verificar se a aplicação com estes dispositivos poderia melhorar a longevidade das interfaces de união produzidas por estes materiais.

Um estudo recente relatou que o emprego de um protótipo de aplicador de adesivo, na qual o microbrush vibra com alta frequência (Zander-Grande³⁰ 2008), foi efetivo em reduzir a degradação de um adesivo convencional de dois passos. Assim parece que a efetividade da aplicação vibratória pode ser função do tipo de dispositivo empregado para realizar a vibração do adesivo. Em função disto, este tipo de aplicação carece de maiores investigações.

3 PROPOSIÇÃO

O propósito deste trabalho foi avaliar o efeito da aplicação vibratória de adesivos autocondicionantes simplificados nos valores de resistência de união à dentina e nanoinfiltração, tanto no tempo imediato como após 6 meses de armazenamento dos espécimes.

A hipótese da pesquisa foi que a técnica de aplicação vibratória maximiza o desempenho destes adesivos autocondicionantes simplificados.

4 MATERIAL E MÉTODOS

4.1 Preparo dos dentes

Os dentes utilizados neste estudo (trinta terceiros molares hígidos) foram obtidos do Banco de Dentes Humanos da Faculdade de Odontologia da Universidade Estadual de Ponta Grossa após a aprovação da Comissão de Ética em Pesquisa (COEP) (Anexo). Os dentes foram esterilizados em autoclave antes da sua utilização. O esmalte da superfície oclusal dos dentes foi removido com lixas de carbeto de silício de granulação #180, sob irrigação constante com água, em uma politriz universal (AROPOL-E, São Paulo, São Paulo, Brasil), até obtenção de uma superfície dentinária plana totalmente livre de esmalte. As bordas periféricas restantes de esmalte foram também removidas com pontas diamantadas em alta rotação com irrigação constante. Posteriormente a superfície foi polida com lixa de carbeto de silício com granulação #600 por 60 s para padronização da *smear layer* (Figura 1).

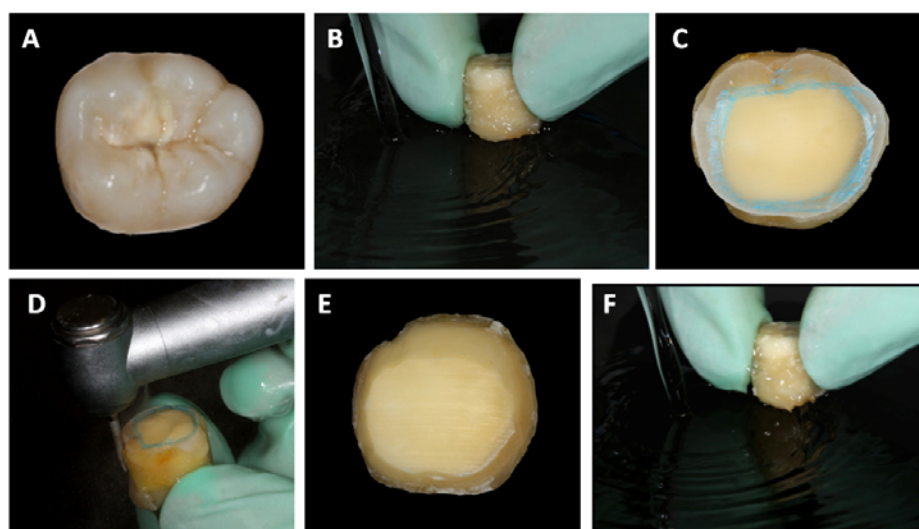


Figura 1 – Preparo dos dentes. A: terceiro molar hígido; B: eliminação do esmalte com lixa de carbeto de silício com granulação #180 sob irrigação constante com água; C: delimitação do esmalte periférico com um lápis azul; D: eliminação do esmalte periférico com ponta diamantada em alta rotação; E: superfície em dentina; F: padronização da *smear layer* com lixa de carbeto de silício com granulação 600 por 60 s

4.2 Procedimento adesivo

Foram utilizados três sistemas adesivos autocondicionantes de 1 passo: One Coat 7.0 (Coltène Whaledent AG, Altstaetten, Suíça); Clearfil S³ Bond (Kuraray, Okayama, Japão) e Futurabond NR (Voco, Cuxhaven, Alemanha). Os dentes foram então divididos em 6 condições experimentais, de acordo com a combinação dos fatores: Adesivo (One Coat 7.0 [OC]; Clearfil S³ Bond [CS] e Futurabond NR [FB]) e forma de aplicação (suave [SU] e vibratória [VB]) totalizando 05 dentes para cada condição experimental. Os sistemas adesivos autocondicionantes foram aplicados em dentina de duas formas diferentes (Quadro1):

1) Suave: o adesivo foi aplicado segundo as recomendações do fabricante com um microbrush sem exercer pressão digital.

2) Vibratória: o adesivo foi aplicado segundo as recomendações do fabricante; porém a aplicação foi realizada utilizando um dispositivo vibratório que foi montado empregando uma escova dental (Colgate® 360°® SonicPower, Colgate-Palmolive Company, Nova York, Nova York, Estados Unidos) adaptada a um microbrush com vibração de 20.000 rpm ou 333,3 Hz (figura 2).

Por fim, os adesivos foram fotoativados pelo tempo recomendado pelo fabricante com um aparelho de lâmpada halógena (VIP, Bisco, Schaumburg, Illinois, EUA) com intensidade de aproximadamente 500 mW/cm² (Figura 3).

Quadro 1 – Adesivos empregados (número de lote), composição e modo de aplicação.

Adesivo (número do lote)	Composição	Modo de aplicação
One Coat 7.0 (0152942) 	Metacrilatos, fotoiniciadores, etanol e água	1. Agitar o frasco, 2. aplicar na superfície por 20 s, 3. jato de ar por 5 s, 4. fotopolimerizar por 17 s.*
Clearfil S³ Bond (00098A) 	MDP, Bis-GMA, HEMA, dimetacrilato hidrofóbico, canforoquinona, etanol, água e sílica coloidal silanizada.	1. Aplicar na superfície por 20 s, 2. jato de ar por 5 s, 3. fotopolimerizar por 10 s.
Futurabond NR (780326) 	Líquido A e líquido B: BIS-GMA, HEMA, metacrilatos fosfatados BHT, etanol, fluoretos, canforoquinona e partículas de dióxido de silício.**	1. Aplicar na superfície por 20 s, 2. jato de ar por 5 s, 3. fotopolimerizar por 10 s.

MDP = 10-Metacrilóiloxidecil dihidrogeno fosfato; Bis-GMA = Bisfenol A diglicidilmetacrilato; HEMA = 2-hidroxietil metacrilato; BHT = Butilhidroxitolueno.

Nota: * O fabricante do adesivo One Coat 7.0 recomenda a fotoativação por 10 s com intensidade luminosa de 800 mW/cm². Como o aparelho fotopolimerizador empregado tinha uma intensidade de 500 mW/cm² o tempo de exposição foi aumentado para 17 s para fornecer a quantidade de energia recomendada pelo fabricante.

Nota: ** Informação segundo Van Landuyt et al.⁸⁴ 2007.

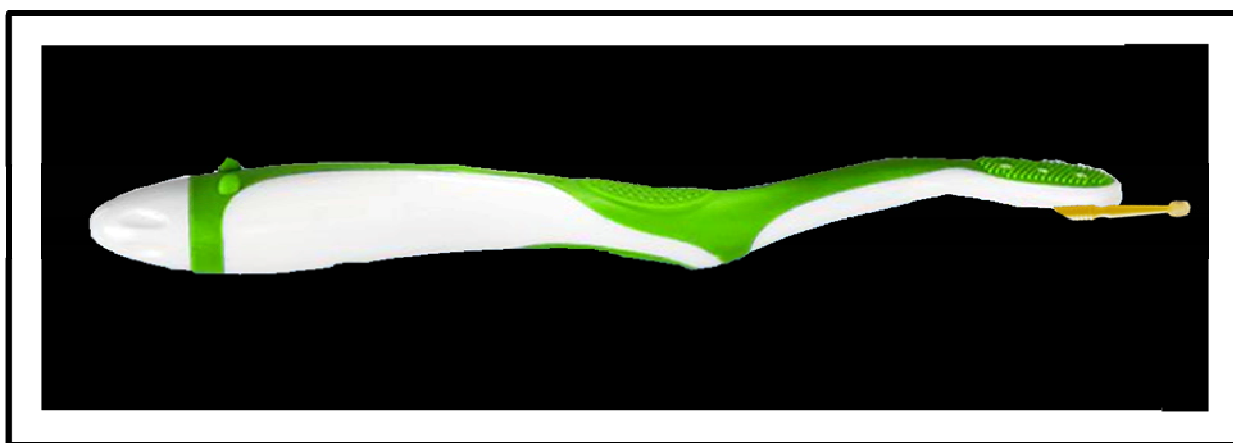


Figura 2 – Dispositivo vibratório. Escova dental (Colgate® 360°® SonicPower, Colgate-Palmolive Company, Nova York, Nova York, Estados Unidos) adaptada a um microbrush com vibração de 20.000 rpm

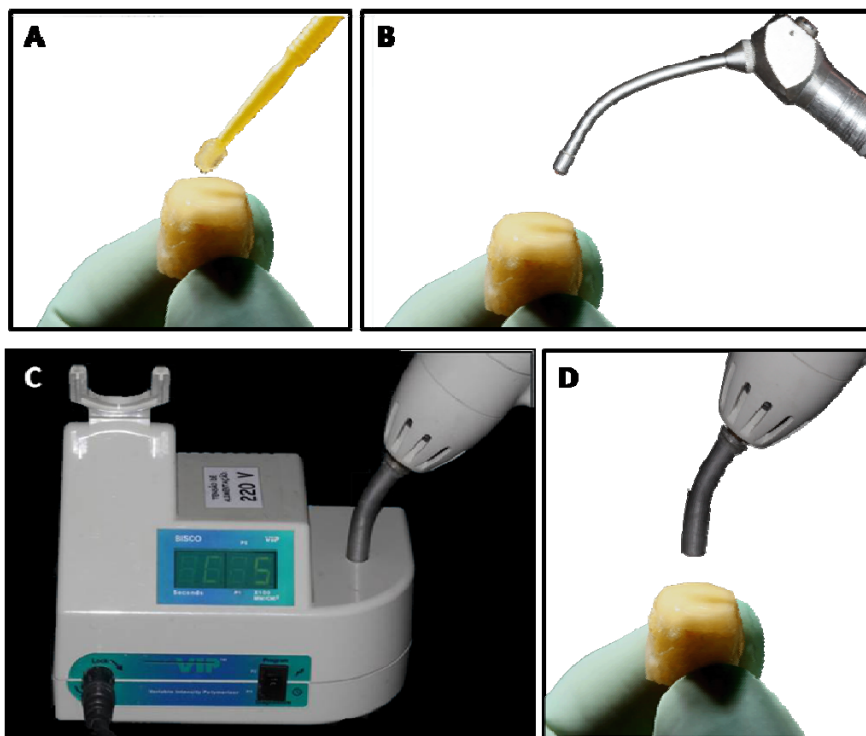


Figura 3 – Aplicação do sistema adesivo. A) aplicação do adesivo de forma vibratória ou suave; B) jato de ar por 5 s; C) aparelho de lâmpada halógena (VIP, Bisco, Schaumburg, Illinois, EUA) calibrado a 500 mW/cm² D) fotoativação com intensidade de 500 mW/cm²

4.3 Procedimento restaurador

Após o procedimento adesivo foram confeccionadas “coroas” com resina composta (Opallis, FGM, Joinville, SC, Brasil) com aproximadamente 3,0 mm de altura. Cada incremento de resina de 1 mm foi fotoativado por 40 s a 500 mW/cm² (Figura 4). As unidades experimentais foram em seguida armazenadas em água destilada a 37 ° C por 24 h.

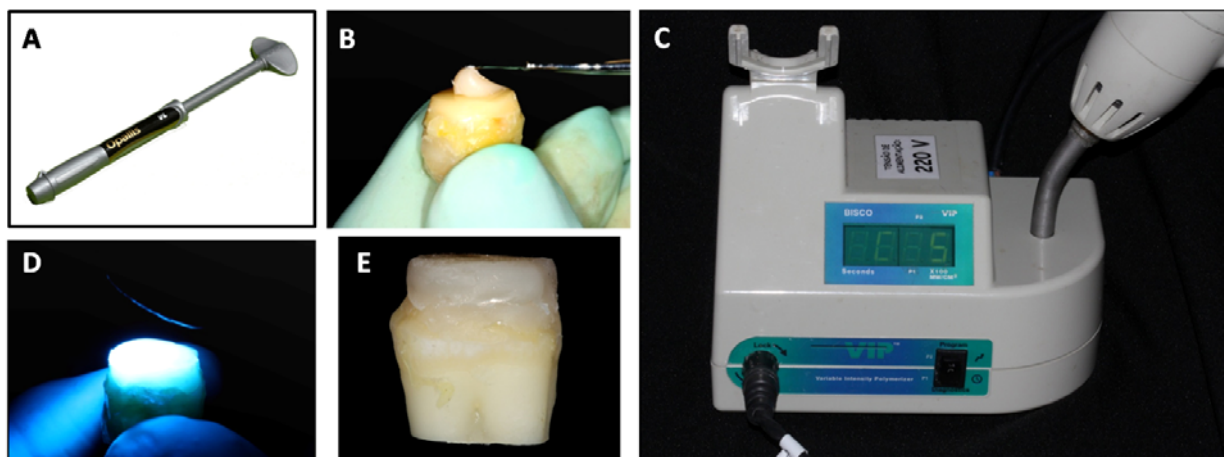


Figura 4 – Procedimento restaurador. A) resina composta (Opallis, FGM, Joinville, SC, Brasil); B) confecção da coroa; C) aparelho fotopolimerizador calibrado a uma intensidade de aproximadamente 500 mW/cm²; D) fotoativação dos incrementos de resina; E) dente restaurado

4.4 Preparo dos corpos-de-prova

Cada unidade experimental foi fixada na máquina de corte (Isomet 1000, Buehler, Lake Bluff, IL, EUA), e seccionada longitudinalmente nas direções “x” e “y” através da interface de união. Para este seccionamento foi empregado um disco diamantado (Diamond Wafer Blade, Series 15 HC, Buehler, EUA) de 10,2 cm de diâmetro e 0,3 mm de espessura, montado em uma cortadeira de precisão (Isomet 1000, Buehler, Lake Bluff, IL, EUA) girando a 400 rpm sob refrigeração com água. Foram obtidos corpos-de-prova (cp) com formato de palitos com área de seção transversal quadrada de aproximadamente 0,8 mm² (Figura 5). Os cps de cada dente foram então divididos de forma aleatória em 2 grupos para serem testados em diferentes tempos: imediato e após 6 meses de armazenamento em água destilada a 37 °C.

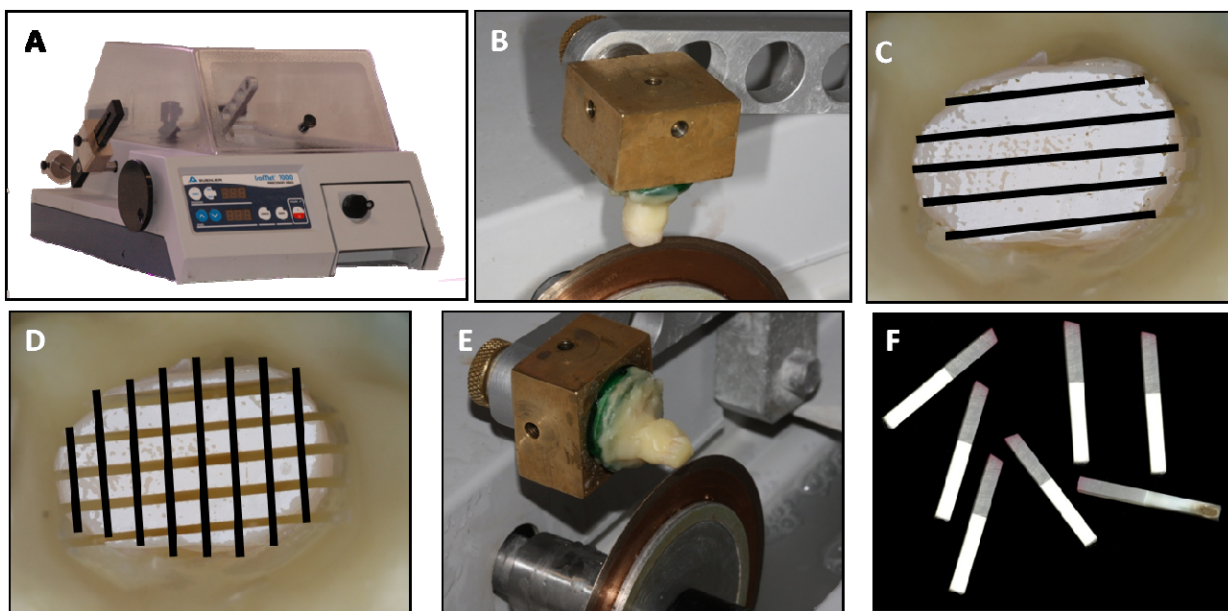


Figura 5 – Seccionamento dos dentes para obtenção dos cps. A) máquina de corte (Isomet 1000, Buehler, Lake Bluff, IL, EUA); B) unidade experimental fixada a máquina de corte; C e D) cortes realizados nas direções “x” e “y”; E) último corte paralelo à superfície oclusal ;F) cps com área aproximada de $0,8 \text{ mm}^2$

4.5 Ensaio de microtração

Cada cp, em seu respectivo período de análise, foi fixado com cola de cianoacrilato gel (Super Bonder Gel, Loctite, Brasil) em uma garra (Figura 6), que por sua vez foi acoplada a uma máquina de ensaios universal (Kratos Dinamômetros, Cotia, São Paulo, Brasil) e tracionados até sua fratura a uma velocidade de $0,5 \text{ mm/min}$ (Figura 7). Para calcular a tensão de ruptura de cada cp em MPa, a área da seção transversal dos espécimes foi mensurada com um paquímetro digital (Digimatic Caliper, Mitutoyo, Tóquio, Japão) e convertido para cm^2 . A análise dos espécimes fraturados foi realizada numa lupa (40X) e classificada nos seguintes padrões: 1) coesiva de dentina; 2) coesiva de resina composta; 3) adesiva/mista na interface.

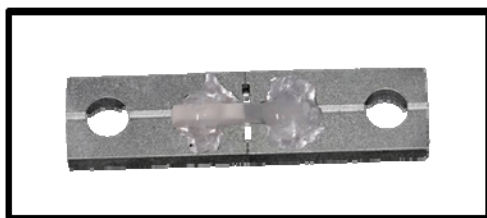


Figura 6 – Corpo-de-prova fixado na garra



Figura 7 – Máquina de ensaios universal (Kratos Dinamometros, Cota, São Paulo, Brasil)

4.6 *Análise estatística dos dados de microtração*

Realizou-se uma média com os valores de resistência de união dos cps provenientes do mesmo dente, totalizando 5 médias por condição experimental. Os palitos perdidos prematuramente durante o seccionamento e manuseio e os palitos com fratura tipo coesiva foram excluídos da análise. Os dados de cada adesivo foram submetidos a uma análise de variância de dois fatores de medidas repetidas (Técnica de Aplicação vs. Tempo de armazenamento), sendo o tempo incluído no modelo como medida repetida. O teste de Tukey ($\alpha= 0,05$) foi utilizado para comparação das médias.

Para cada condição experimental o total de número de palitos perdidos durante o procedimento de corte foi distribuído equitativamente para os tempos de avaliação imediata e 6 meses.

4.7 Análise da penetração de nitrato em Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

Dois cp de cada dente e em cada período foram selecionados aleatoriamente e reservados para análise do padrão de penetração de nitrato. Os espécimes selecionados foram imersos em solução aquosa de nitrato de prata amoniacal 50% em peso (pH=7,0) em ambiente escuro durante 24 h. Ao término do período de armazenamento, cada cp foi lavado em água corrente e imerso em solução reveladora (Kodak, Rochester, Nova York, EUA) sob luz fluorescente por 8 horas para que houvesse redução dos íons metálicos de prata ao longo das microporosidades da interface de união (Tay et al.⁸⁵ 2002). Os cp foram fixados com cola de cianoacrilato gel (Super Bonder Gel, Loctite, Brasil) em stubs de alumínio que eram acoplados a um dispositivo de um peso determinado para favorecer o polimento uniforme da amostra. O polimento foi realizado numa politriz universal (AROPOL-E, São Paulo, SP, Brasil) com lixas de granulação 1000, 1200, 1500, 2000 e 2500 sob irrigação com água. Para finalizar esta etapa de polimento os cps foram polidos com pasta diamantada em feltro com granulações decrescentes (1 e 0,25 μm). Entre os intervalos de lixas e pastas os cps eram imersos em água na cuba ultrassônica (Dabi Atlante - 3L, Ribeirão Preto, SP, Brasil) durante 15 min e ao término do polimento as amostras foram lavadas da mesma forma durante 30 min. O excesso de água foi removido com papel absorvente e os espécimes foram desidratados em um dessecador contendo sílica coloidal por 24 h (Figura 8). As amostras foram metalizadas para permitir a avaliação das interfaces de união em MEV (SSX-550, Shimadzu, Tóquio, Japão) em modo de elétrons retroespalhados com 12 KV de voltagem (Figura 9).

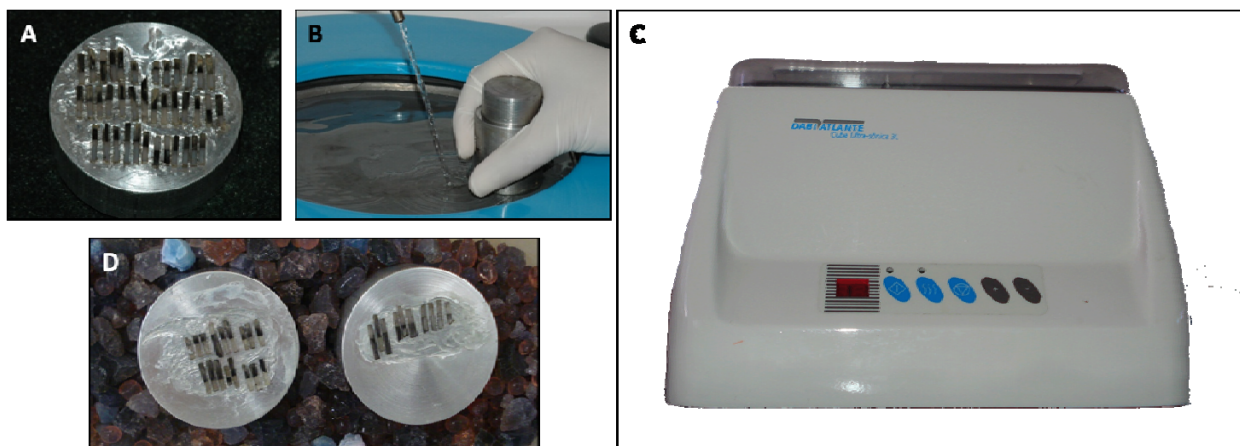


Figura 8 – Preparo dos cps para avaliação da penetração de nitrato de prata na interface de união. A) Cps infiltrados e colados no suporte de alumínio; B) Polimento dos cps com lixas de granulação 1000, 1200, 1500, 2000 e 2500 sob irrigação com água e com pasta diamantada em feltro com granulações decrescentes (1 e 0,25 μm); C) cuba ultrassônica (Dabi Atlante - 3L, Ribeirão Preto, SP, Brasil) utilizada para lavagem dos cps após o polimento; D) Cps polidos e mantidos em sílica coloidal no dessecador.

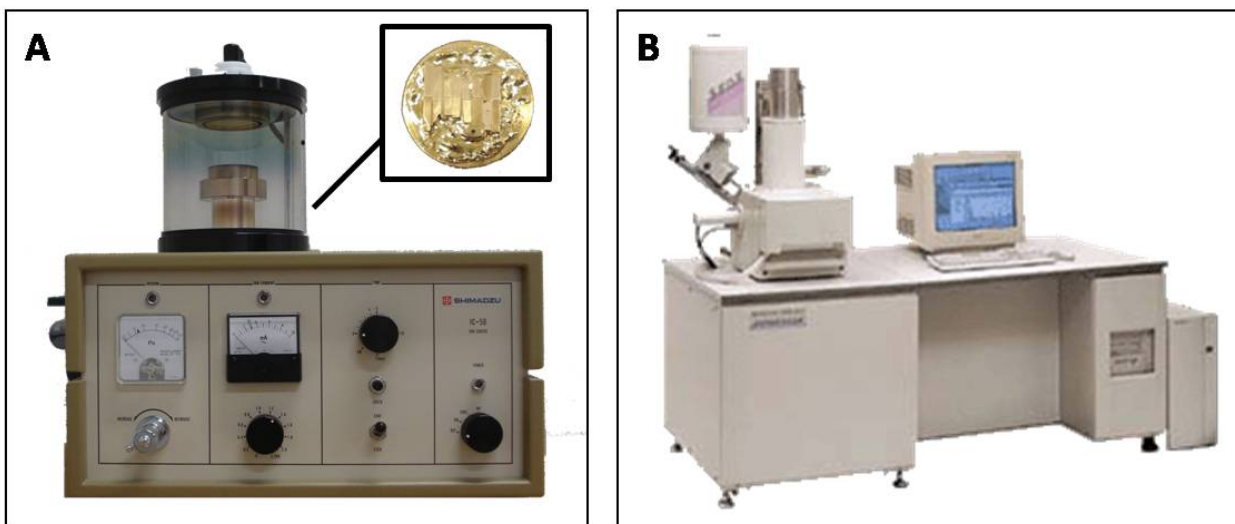


Figura 9 – A) metalizador (Shimadzu, Kioto, Japão); B) microscópio eletrônico de varredura (SSX-550, Shimadzu, Tóquio, Japão).

Três fotomicrografias com aumento de 1200X foram obtidas da interface de união de cada cp por um técnico cego às condições experimentais do estudo. A primeira foto foi tomada no centro do cp e as outras duas distavam 0,3 mm à esquerda e à direita. O percentual relativo de nitrato dentro da área ocupada pela camada de adesivo e camada híbrida (Figura 10) foram mensuradas de forma automatizada pelo *software* UTHSCSA ImageTool 3.0 *software* (Centro da Ciência da Saúde, Universidade

do Texas, San Antonio, Texas, EUA). Realizou-se uma média dos valores percentuais de infiltração de nitrato dos espécimes provenientes do mesmo dente para fins estatísticos. Os dados de cada adesivo foram então submetidos a uma análise de variância de 2 fatores de medidas repetidas (Técnica de aplicação vs. Tempo) e Teste de Tukey para contraste das médias com nível de significância pré-estabelecido em 5%.

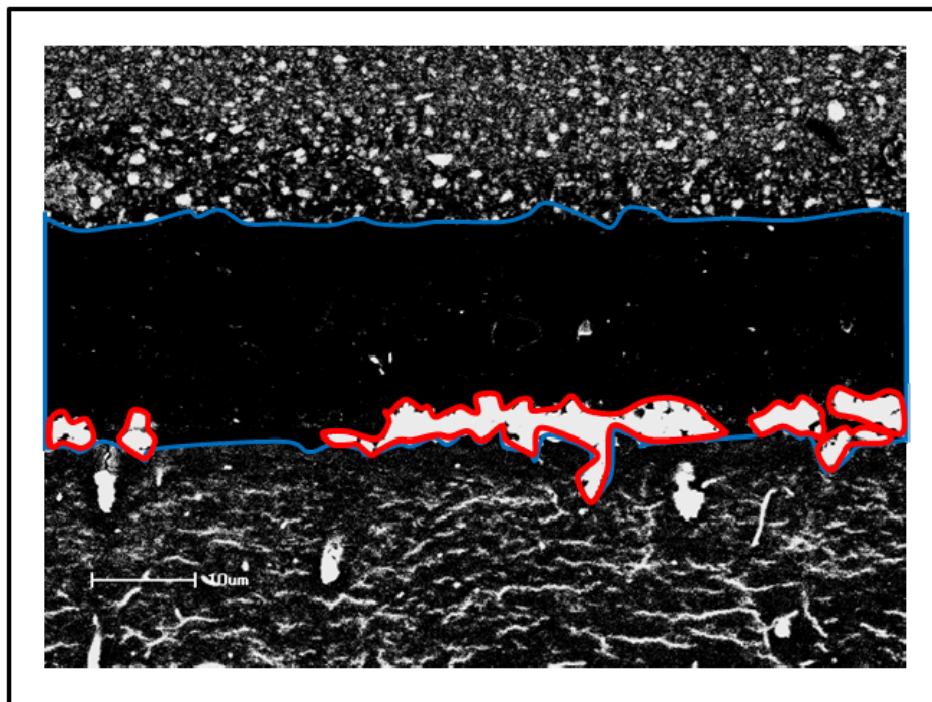


Figura 10 – Mensuração da área (μm^2) ocupada pela camada híbrida e camada de adesivo (em azul) e da área ocupada pelo nitrato de prata (em vermelho). Um percentual de penetração de nitrato de prata por área total (camada híbrida e camada de adesivo) foi realizada em cada fotomicrografia.

5 RESULTADOS

5.1 ANÁLISE DOS VALORES DE RESISTÊNCIA DE UNIÃO

Os resultados da análise de variância de 2 fatores para o adesivo One Coat 7.0 mostraram que os fatores principais técnica de aplicação ($p = 0,005$) e tempo de armazenamento ($p = 0,000001$) foram estatisticamente significantes, sendo as maiores médias observadas para os grupos imediatos e para a técnica vibratória. Os valores de resistência de união e os respectivos desvios padrões do adesivo One Coat 7.0 estão descritos na Tabela 1.

Tabela 1 – Médias e desvios padrões da resistência de união (MPa) para os diferentes grupos experimentais do adesivo One Coat 7.0.*

	Suave b	Vibratória a
Imediato A	33,2 ± 3,1	36,0 ± 3,9
6 meses B	19,7 ± 6,0	29,1 ± 4,6

Nota:* Letras maiúsculas indicam comparação entre em linha e as letras minúsculas em colunas. Letras iguais indicam médias estatisticamente semelhantes ($p > 0,05$)

Os resultados da análise de variância de 2 fatores para o adesivo Clearfil S³ Bond mostraram que os fatores principais técnica de aplicação ($p = 0,0006$) e tempo de armazenamento ($p = 0,001$) foram estatisticamente significantes, sendo as maiores médias observadas para os grupos imediatos e para a técnica vibratória. Os valores de resistência de união e os respectivos desvios padrões para o adesivo Clearfil S³ Bond estão descritos na Tabela 2.

Tabela 2 – Médias e desvios padrões da resistência de união para os diferentes grupos experimentais do adesivo Clearfil S³ Bond.*

	Suave b	Vibratória a
Imediato A	30,7 ± 5,1	47,4 ± 7,5
6 meses B	18,4 ± 8,6	31,8 ± 9,6

Nota:* Letras maiúsculas indicam comparação entre em linha e as letras minúsculas em colunas. Letras iguais indicam médias estatisticamente semelhantes ($p > 0,05$)

Os resultados da análise de variância de 2 fatores para o adesivo Futurabond NR mostraram que apenas o fator principal tempo de armazenamento ($p = 0,002$) foi estatisticamente significativa, sendo as maiores médias observadas para os grupos imediatos. Os valores de resistência de união e os respectivos desvios padrões para o adesivo Futurabond NR estão descritos na Tabela 3.

Tabela 3 – Médias e desvios padrões da resistência de união (MPa) para os diferentes grupos experimentais do adesivo Futurabond NR.*

	Suave a	Vibratória a
Imediato A	17,7 ± 4,5	18,0 ± 4,1
6 meses B	11,1 ± 6,4	11,1 ± 4,4

Nota: * Letras maiúsculas indicam comparação entre em linha e as letras minúsculas em colunas. Letras iguais indicam médias estatisticamente semelhantes ($p > 0,05$)

A distribuição dos espécimes de acordo com os diferentes padrões de fratura para os adesivos One Coat 7.0, Clearfil S³ Bond e Futurabond NR estão descritos na Tabela 4.

De uma forma geral, a grande maioria das fraturas foram do tipo adesiva/mista para os adesivos avaliados. Um pequeno percentual de fraturas coesivas foi observado. Com relação aos palitos perdidos de forma prematura, observou-se que o adesivo Futurabond NR teve um percentual maior que os outros adesivos, principalmente após 6 meses de armazenamento em água.

Tabela 4 – Número de espécimes (%) distribuídos de acordo com os diferentes padrões para o adesivos One Coat 7.0, Clearfil S³ Bond e Futurabond NR nas diferentes condições experimentais.

Adesivo	Tipo de fratura*	Suave		Vibratória	
		Imediato	6 meses	Imediato	6 meses
One Coat 7.0	A/M	32 (78,1)	54 (80,6)	42 (79,3)	81 (87,1)
	CD	0 (0)	2 (3)	0 (0)	0 (0)
	CR	0 (0)	2 (3)	0 (0)	1 (1,1)
	P	9 (21,9)	9 (13,4)	11 (20,7)	11 (11,8)
Clearfil S ³ Bond	A/M	27 (67,5)	40 (65,6)	43 (75,5)	46 (76,7)
	CD	0 (0)	0 (0)	4 (7,0)	0 (0)
	CR	0 (0)	1 (1,6)	4 (7,0)	2 (3,3)
	P	13 (32,5)	20 (32,8)	6 (10,5)	12 (20)
Futurabond NR	A/M	46 (75,4)	28 (47,5)	37 (68,5)	25 (52,1)
	CD	0 (0)	0 (0)	0 (0)	0 (0)
	CR	0 (0)	0 (0)	0 (0)	0 (0)
	P	15 (24,6)	31 (52,5)	17 (31,5)	23 (47,9)

Nota: * A/M = fratura adesiva ou mista; CD = fratura coesiva em dentina; CR = fratura coesiva em resina; P = espécimes perdidos

5.2 ANÁLISE QUANTITATIVA DE INFILTRAÇÃO DE NITRATO DE PRATA

As médias e os respectivos desvios padrões do percentual médio de infiltração de nitrato de prata para o adesivo One Coat 7.0 estão apresentados na Tabela 5. Os fatores principais Técnica de aplicação ($p = 0,012$) e Tempo de armazenamento ($p = 0,04$) foram estatisticamente significantes. Em todos os grupos experimentais houve penetração de nitrato. Esta penetração foi, no entanto significativamente menor para o grupo vibratório independente do tempo de avaliação. Maior percentual de deposição de nitrato de prata foi observado após 6 meses de armazenamento em água para ambas técnicas de aplicação. Fotomicrografias representativas dos diferentes grupos experimentais para o adesivo One Coat 7.0 estão dispostas na Figura 11.

Tabela 5 – Médias e desvios padrões da quantificação de nitrato (%) para os diferentes grupos experimentais do adesivo One Coat 7.0.*

	Suave b	Vibratória a
Imediato A	8,1 ± 2,1	5,5 ± 1,5
6 meses B	9,8 ± 1,5	7,6 ± 2,2

Nota:* Letras maiúsculas indicam comparação entre em linha e as letras minúsculas em colunas. Letras iguais indicam médias estatisticamente semelhantes ($p < 0,05$)

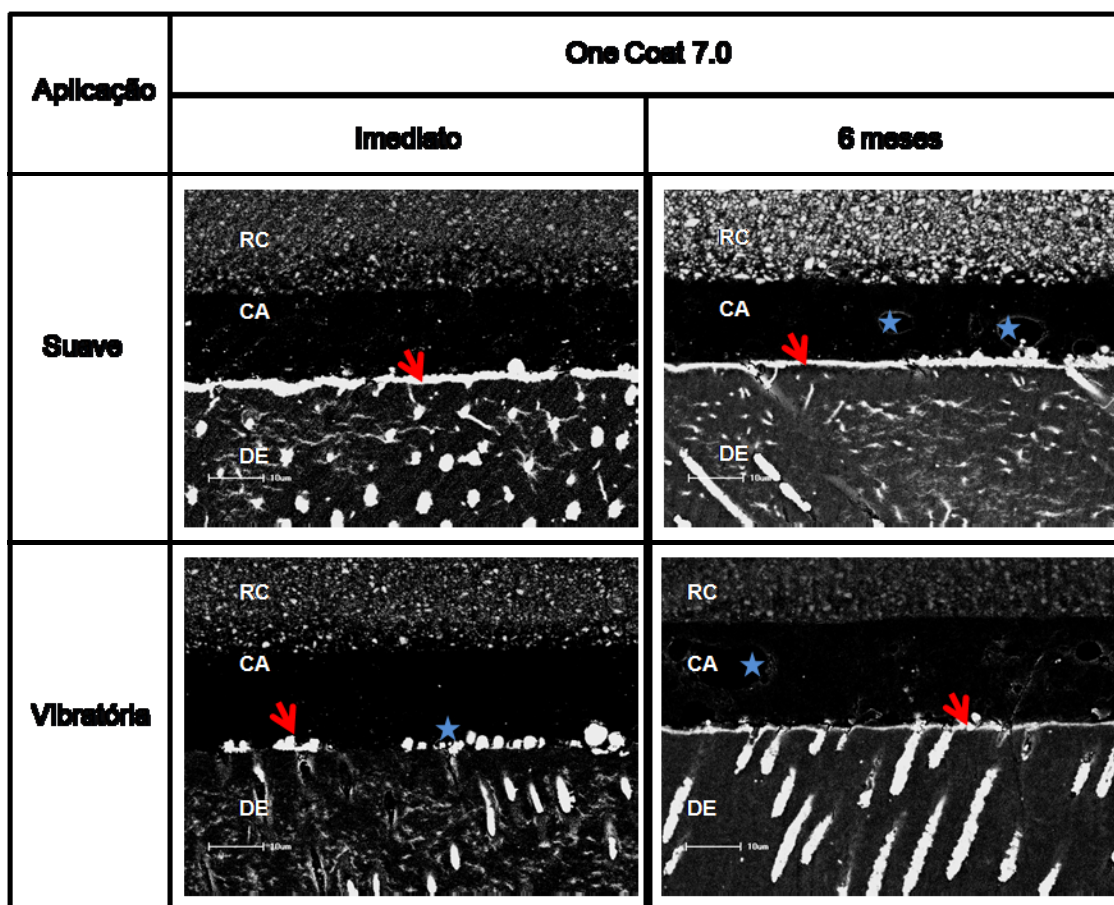


Figura 11 – Fotomicrografias obtidas em microscopia eletrônica de varredura (1200 X) para o sistema adesivo One Coat 7.0 nas diferentes condições experimentais. Os depósitos de nitrato de prata (setas vermelhas) estão basicamente localizados na camada híbrida. Pode-se também observar bolhas (estrela azul) na camada de adesivo principalmente após 6 meses de armazenamento em água. RC= Resina composta; CA= camada adesiva; DE= dentina

As médias e os respectivos desvios padrões do percentual médio de infiltração de nitrato de prata para o adesivo Clearfil S³ Bond estão apresentados na Tabela 6. Apenas o fator principal Técnica de aplicação foi estatisticamente significativa ($p = 0,006$). Houve menor infiltração de nitrato de prata para o grupo vibratório independente do tempo de avaliação. Fotomicrografias representativas dos diferentes grupos experimentais para o adesivo Clearfil S³ Bond estão dispostas na Figura 12.

Tabela 6 – Médias e desvios padrões da quantificação de nitrato (%) para os diferentes grupos experimentais do adesivo Clearfil S³ Bond.*

	Suave b	Vibratória A
Imediato A	8,3 ± 2,1	6,6 ± 2,0
6 meses A	8,3 ± 2,0	4,1 ± 1,8

Nota:* Letras maiúsculas indicam comparação entre em linha e as letras minúsculas em colunas. Letras iguais indicam médias estatisticamente semelhantes ($p < 0,05$)

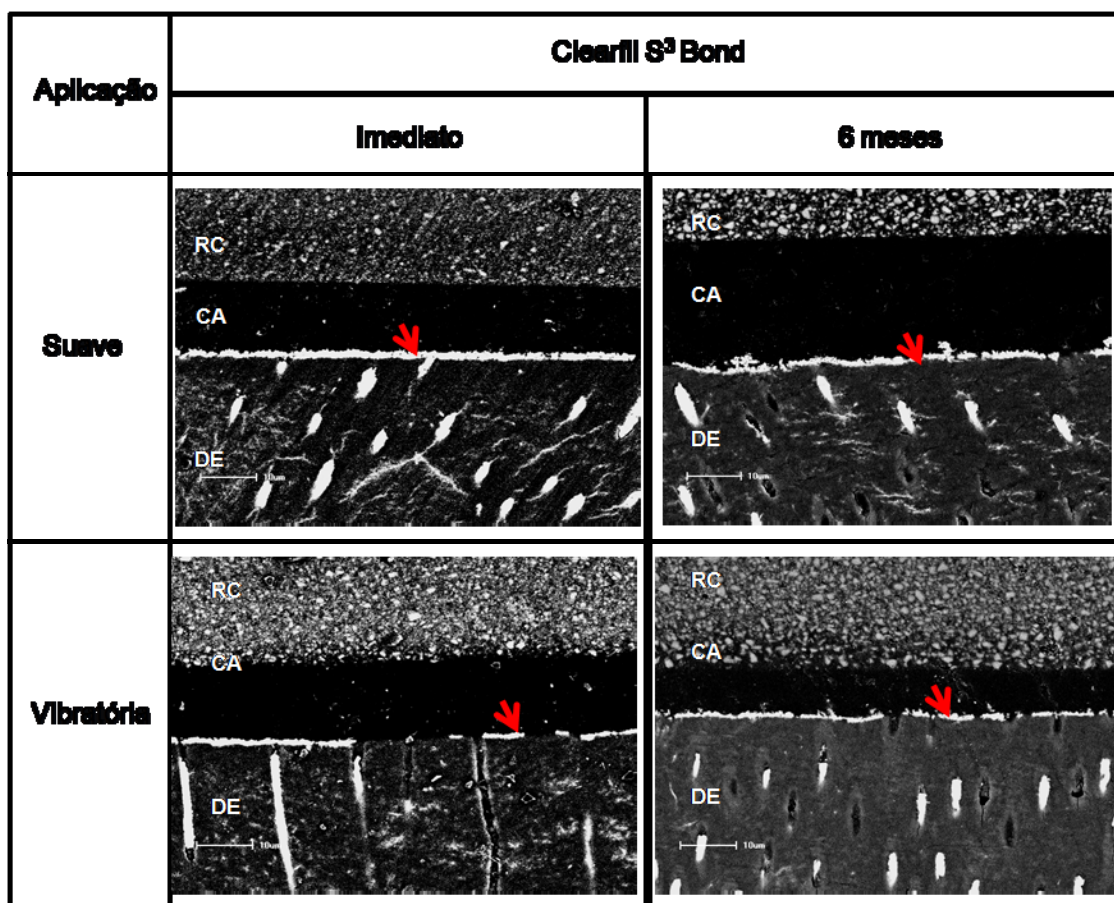


Figura 12 – Fotomicrografias obtidas em microscopia eletrônica de varredura (1200 X) para o sistema adesivo Clearfil S³ Bond nas diferentes condições experimentais. A deposição de nitrato de prata ocorreu basicamente na base da camada híbrida para os grupos avaliados (setas vermelha). RC= Resina composta; CA= camada adesiva; DE= dentina

As médias e os respectivos desvios padrões do percentual médio de infiltração de nitrato para o adesivo Futurabond NR estão apresentados na Tabela 7. Os fatores principais Técnica de aplicação ($p = 0,001$) e Tempo de armazenamento ($p = 0,004$) foram estatisticamente significantes. Houve menor infiltração de nitrato de prata para os grupos vibratório e de 6 meses. É interessante relatar que quase todas as interfaces de união do adesivo Futurabond NR não resistiram aos procedimentos de

polimento para análise em MEV, ocorrendo formação de fendas dentro da camada de adesivo ou entre a camada de adesivo e a camada híbrida. Fotomicrografias representativas dos diferentes grupos experimentais para o adesivo Futurabond NR estão dispostas na Figura 13.

Tabela 7 – Médias e desvios padrões da quantificação de nitrato (%) para os diferentes grupos experimentais do adesivo Futurabond NR.*

	Suave a	Vibratória b
Imediato A	12,4 ± 3,1	7,5 ± 1,7
6 meses B	27,5 ± 4,8	21,5 ± 2,6

Nota:* Letras maiúsculas indicam comparação entre em linha e as letras minúsculas em colunas. Letras iguais indicam médias estatisticamente semelhantes ($p < 0,05$)

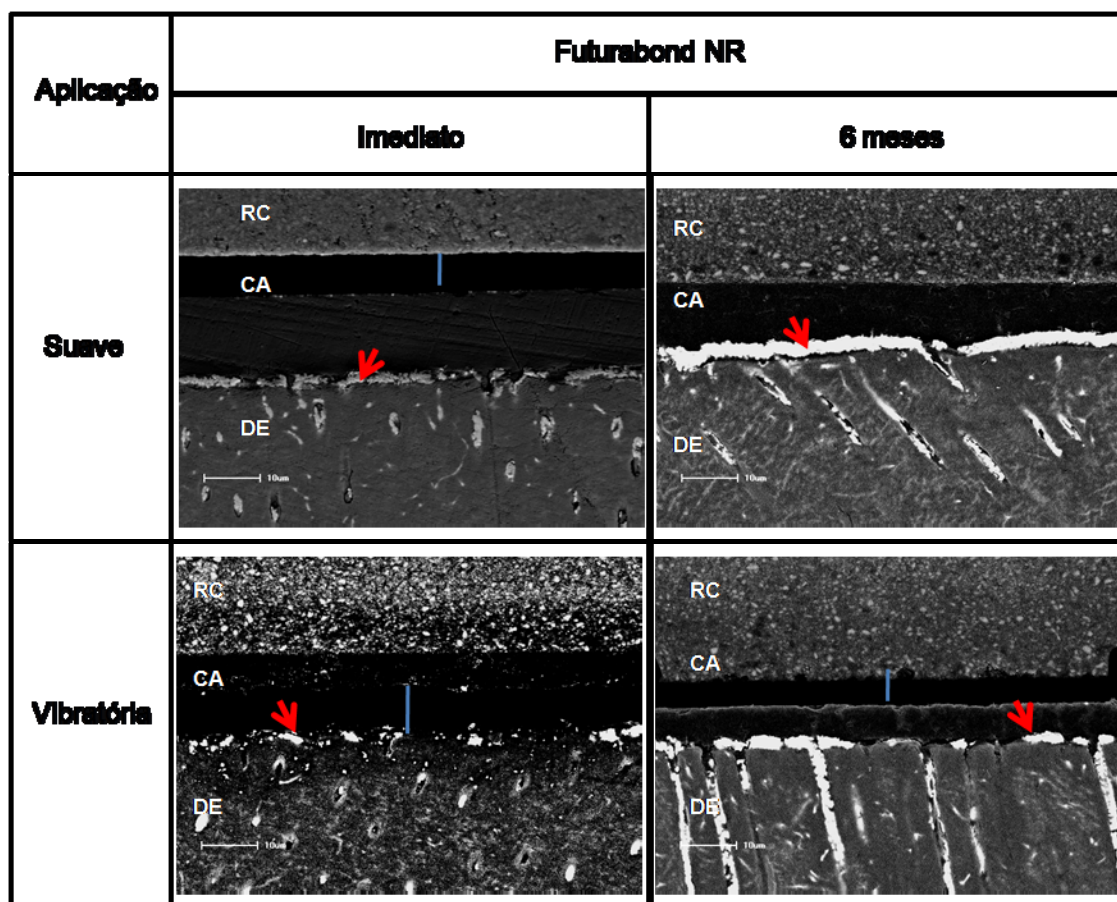


Figura 13 – Fotomicrografias obtidas em microscopia eletrônica de varredura (1200 X) para o sistema adesivo Futurabond NR nas diferentes condições experimentais. A deposição de nitrato de prata ocorreu basicamente na base da camada híbrida para os grupos avaliados (setas vermelha). A barra azul denota a ocorrência da ruptura da interface adesiva em função dos procedimentos de polimento. RC= Resina composta; CA= camada adesiva; DE= dentina

6 DISCUSSÃO

Se por um lado os sistemas autocondicionantes de passo único são interessantes para o clínico por sua técnica simplificada, estes apresentam características que podem prejudicar a durabilidade das restaurações. Sua fórmula altamente hidrofílica aumenta sua capacidade de atrair água (Tay et al. 2003⁸⁶) e permite que estes materiais atuem como membranas semi-permeáveis favorecendo a passagem de fluidos através da interface adesiva danificando sua integridade.

A capacidade de evaporação da água para os sistemas autocondicionantes é diminuída devido ao alto conteúdo hidrofílico destes sistemas, o que dificulta sua remoção (Pashley et al.⁵⁰ 1998), fator que é essencial para permitir a formação de um polímero com altas propriedades mecânicas (Cadenaro et al.⁸³ 2005). A presença da *smear layer* pode ser uma desvantagem para as propriedades mecânicas dos sistemas autocondicionantes (Dias et al.⁷⁴ 2004) já que dificulta a infiltração do adesivo no substrato dentinário subjacente. Assim, a forma de aplicação torna-se de grande importância para favorecer o desempenho dos sistemas autocondicionantes.

A diferença das técnicas propostas em diversos estudos para melhorar o desempenho dos sistemas autocondicionantes simplificados, como a aplicação de múltiplas camadas (Frankenberger et al.¹⁸ 2001, Pashley et al.¹⁹ 2002, Nakaoki et al.²⁰ 2005, Albuquerque et al.²¹ 2008), aplicação de uma camada extra hidrofóbica (King et al.²² 2005, Van Landuyt et al.²³ 2006, Reis et al.²⁴ 2008), prolongar o tempo de aplicação (Velasquez et al.²⁵ 2006), pré tratamentos com hipoclorito de sódio, ou ácido fosfórico (Erhardt et al.²⁷ 2008). A técnica vibratória utilizada no nosso estudo respeita o tempo clínico reduzido ao manter a aplicação num passo único.

A técnica vibratória mostrou-se efetiva para os adesivos OC e CS ao aumentar os valores de resistência de união tanto imediatos quanto ao longo do tempo. Outros estudos que avaliaram a aplicação ativa, manual ou mecânica, para diversos sistemas adesivos têm demonstrado a eficiência da técnica (Miyazaki et al.⁸⁷ 1996, Chan et al.⁷⁷ 2003, Velasquez et al.²⁵ 2006, Dal-Bianco et al.⁸⁸ 2006, Reis et al.⁸⁹ 2007, Zander-Grande³⁰ 2008, Amaral et al.²⁹ 2009). É bem provável que estas formas de

aplicação mais ativas permitam uma melhor difusão dos monômeros nos substratos dentais ao mesmo tempo que permite uma melhor evaporação dos solventes presentes na composição do adesivo (Miyazaki et al.⁸⁷ 1996, Dal-Bianco et al.⁸⁸ 2006), além de promover a dissolução da *smear layer* para alcançar uma melhor interação micromecânica com o substrato subjacente (Chan et al.⁷⁷ 2003).

Há estudos na literatura que reportam que a técnica de aplicação ultrassônica para os adesivos autocondicionantes não foi efetiva em promover aumento dos valores de resistência de união. Os aparelhos ultrassônicos empregados por Finger, Tani⁷⁸ (2005) e Bagis et al.^{81, 31} (2008, 2009) possuíam uma frequência de vibração superior à emitida pelo dispositivo utilizado no nosso estudo. A frequência gerada pelos aparelhos ultrassônicos utilizados por Finger, Tani⁷⁸ (2005) e Bagis et al.⁸¹ (2008) foi de 25-30 KHz, ou seja de 25 e 30 mil ciclos por segundo. Bagis et al.³¹ (2009) reportaram a utilização de uma frequência maior ainda, 1MHz ou 1 milhão de ciclos por segundo. A frequência de vibração do dispositivo empregado no presente estudo foi de 20.000 rotações por minuto ou 333,3 ciclos por segundo (Hz). É bem provável que estas diferenças de frequências de vibração sejam responsáveis pelos resultados controversos entre os estudos acima citados. Em função dos substratos dentais serem relativamente rígidos, frequências de vibração muito elevadas podem não se dissipar facilmente pelo substrato, não trazendo assim os benefícios esperados da técnica. Porém esta hipótese deve ser alvo de futuros estudos a fim de se determinar a faixa de vibração que possa trazer benefícios para aplicação dos materiais adesivos aos substratos dentais.

No entanto, a técnica vibratória empregada neste estudo não trouxe benefícios adicionais para o adesivo FB. Este material foi o que obteve os menores valores de RU no presente trabalho, mostrando-se inferior aos outros materiais avaliados. Este resultado vai ao encontro do que foi detectado no trabalho de Osorio et al.⁴⁰ (2008). Esse grupo de pesquisadores avaliou a resistência de união de vários tipos de sistemas adesivos aplicados segundo as indicações dos fabricantes à dentina (Osorio et al.⁴⁰ 2008) e demonstraram que dentre o grupo de autocondicionantes de passo único, o FB foi o adesivo que apresentou pior desempenho tanto no tempo imediato ($15,0 \pm 10,3$ MPa) quanto após 6 meses ($11,1 \pm 3,9$ MPa). Estes valores não

diferem muito dos encontrados no presente estudo quando o material foi aplicado de forma suave ($17,7 \pm 4,5$ e $11,1 \pm 6,4$ MPa, respectivamente).

O comportamento deste adesivo foi tão deficiente que não foi possível para estes pesquisadores avaliar a resistência de união após 1 ano de armazenamento em água devido à alta percentagem de falhas prematuras ao término deste período (Osorio et al.³⁹ 2008). Este achado também foi uma constante na presente investigação. Um grande número de fraturas prematuras foram observadas tanto no tempo imediato como após 6 meses de armazenamento em água. Além disto, a grande maioria dos espécimes analisados em microscopia eletrônica de varredura mostrou fratura na interface de união, sugerindo que a mesma não tem resistência mínima para resistir aos procedimentos de polimento para visualização em MEV, fato que não aconteceu para os sistemas adesivos OC e CS.

Contraditoriamente a estes resultados, foi encontrado na literatura um estudo clínico realizado em restaurações classe V com 2 anos de avaliação do adesivo FB. Este estudo qualificou o desempenho deste material como excelente (Abdalla, Garcia-Godoy⁹⁰ 2007). É importante mencionar que esse trabalho não comparou outros sistemas adesivos para determinar sua competitividade e, além disto, é provável que o armazenamento em água por 6 meses dos espécimes seja uma forma de envelhecimento muito agressiva e que portanto corresponderia a tempos mais longos de acompanhamento clínico.

O aumento na quantidade de prata na interface adesiva dos adesivos testados neste estudo comprova mais uma vez que os sistemas adesivos autocondicionantes simplificados se comportam como membranas semipermeáveis (Tay et al.⁹¹ 2002), permitindo passagem de fluxo de água da dentina em direção ao substrato restaurador.

Ao longo dos 6 meses foi possível detectar um aumento na penetração de nitrato na interface adesiva para os sistemas OC e FB. Este fato pode ser explicado pela incompleta remoção de água e solventes antes da polimerização do adesivo. Isto compromete o grau de conversão do polímero (Loguercio et al.⁹² 2009) deixando o mesmo mais poroso, facilitando assim passagem de água proveniente da dentina subjacente como entrada de água do meio onde o material está armazenado. Esta

água leva ao rompimento das ligações intermoleculares e dissolução lenta e gradual da matriz de resina. Estudos comprovam que quanto mais hidrofílica é a composição dos adesivos e quanto maior o teor de solvente preso nesta camada maior é o percentual de absorção de água e subsequente solubilidade dos monômeros resinosos (Malacarne et al. 2006⁵², Malacarne-Zanon et al. ⁹³ 2009).

Por outro lado, o adesivo CS manteve estáveis os valores de nitrato de prata ao término dos 6 meses de avaliação nas duas formas de aplicação. Porém isto não implica necessariamente que este adesivo não sofreu degradação da interface de união ao longo do tempo, uma vez que este material apresentou queda dos valores de resistência de união que indiretamente denotam que alterações significativas da interface de união ocorreram e promoveram a degradação do material. Talvez o processo de degradação deste material seja um pouco mais lento, fato este que impediu uma maior deposição de nitrato na interface de união.

Cumpramos ressaltar que apesar dos valores de RU para dois dos três materiais estudados, OC e CS, serem maiores aos 6 meses para a técnica vibratória comparativamente com a suave, houve queda dos valores de resistência de união para ambos os grupos. Para o adesivo OC aplicado de forma suave os valores de RU diminuíram num 40,67%, enquanto que quando a técnica vibratória foi empregada os valores caíram um 19,17%. Para o adesivo CS os valores diminuíram num 40,07% para a técnica suave e um 32,92% para a vibratória. Além disto, mesmo quando a aplicação foi vibratória, foi possível detectar deposição de nitrato de prata na interface de união tanto no tempo imediato como após 6 meses de armazenamento em água. Infelizmente a técnica vibratória não é capaz de eliminar a característica hidrofílica destes sistemas adesivos nem impedir completamente fluxo de água que ocorre da dentina em relação à camada de adesivo (Tay, Pashley⁶⁶ 2003).

Este estudo demonstrou a eficácia da aplicação vibratória nos sistemas autocondicionantes de passo único *in vitro*, uma vez que a técnica não prejudicou a adesão de nenhum dos materiais estudados, conduziu a um aumento dos valores de resistência de união para dois dos três adesivos, é de fácil aplicação clínica e não implica aumento do tempo/passos clínicos para sua execução. Esta proposição

deve ser investigada clinicamente para averiguar se seus benefícios obtidos laboratorialmente são aplicáveis na clínica diária.

7 CONCLUSÕES

De acordo com os resultados obtidos, concluiu-se que a técnica vibratória pode ser recomendada para a aplicação dos sistemas autocondicionantes simplificados à dentina ao demonstrar ser efetiva para melhorar o desempenho imediato dos adesivos One Coat 7.0 e Clearfil S³ Bond e retardar a degradação da interface adesiva.

REFERÊNCIAS¹

1. Van Landuyt KL, Snauwaert J, De Munck J, Peumans M, Yoshida Y, Poitevin A, et al. Systematic review of the chemical composition of contemporary dental adhesives. *Biomaterials*. 2007 Sep;28(26):3757-85.
2. Van Meerbeek B, De Munck J, Yoshida Y, Inoue S, Vargas M, Vijay P, et al. Buonocore memorial lecture. Adhesion to enamel and dentin: current status and future challenges. *Oper Dent*. 2003 May-Jun;28(3):215-35.
3. Carvalho RM, Carrilho MRO, Pereira LCG, Garcia FCP, Marquezini Jr L, Andrade e Silva SM, et al. Sistemas adesivos: fundamentos para a compreensão de sua aplicação e desempenho clínico. *Biodonto*. 2004 Jan-Fev; 2(1): 8 – 86.
4. Yiu CK, Pashley EL, Hiraishi N, King NM, Goracci C, Ferrari M, et al. Solvent and water retention in dental adhesive blends after evaporation. *Biomaterials*. 2005 Dec;26(34):6863-72.
5. De Munck J, Van Landuyt K, Peumans M, Poitevin A, Lambrechts P, Braem M, et al. A critical review of the durability of adhesion to tooth tissue: methods and results. *J Dent Res*. 2005 Feb;84(2):118-32.
6. Breschi L, Mazzoni A, Ruggeri A, Cadenaro M, Di Lenarda R, De Stefano Dorigo E. Dental adhesion review: aging and stability of the bonded interface. *Dent Mater*. 2008 Jan;24(1):90-101.
7. Jacobsen T, Söderholm KJ. Some effects of water on dentin bonding. *Dent Mater*. 1995 Mar;11(2):132-6.

¹ De acordo com a norma do Programa de Mestrado em Odontologia da UEPG, baseado no modelo Vancouver. Abreviaturas dos periódicos em conformidade com o Medline.

8. Paul SJ, Leach M, Rueggeberg FA, Pashley DH. Effect of water content on the physical properties of model dentine primer and bonding resins. *J Dent.* 1999 Mar;27(3):209-14.
9. Rueggeberg FA, Margeson DH. The effect of oxygen inhibition on an unfilled/filled composite system. *J Dent Res.* 1990 Oct;69(10):1652-8.
10. Reis A, Grandi V, Carlotto L, Bortoli G, Patzlaff R, Accorinte MLR, et al. Effect of smear layer thickness and acidity of self-etching solutions on early and long-term bond strength to dentin. *J Dent.* 2005 Aug;33(7):549-59.
11. Carrilho MR, Tay FR, Pashley DH, Tjaderhane L, Carvalho RM. Mechanical stability of resin-dentin bond components. *Dent Mater.* 2005 Mar;21(3):232-41.
12. Pashley DH, Tay FR, Yiu C, Hashimoto M, Breschi L, Carvalho RM, et al. Collagen degradation by host-derived enzymes during aging. *J Dent Res.* 2004 Mar;83(3):216-21.
13. Carrilho MR, Geraldini S, Tay F, de Goes MF, Carvalho RM, Tjaderhane L, et al. In vivo preservation of the hybrid layer by chlorhexidine. *J Dent Res.* 2007 Jun;86(6):529-33.
14. Spencer P, Swafford JR. Unprotected protein at the dentin-adhesive interface. *Quintessence Int.* 1999 Jul;30(7):501-7.
15. Van Dijken JW. Clinical evaluation of three adhesive systems in class V non-carious lesions. *Dent Mater.* 2000 Jul;16(4):285-91.
16. Peumans, Kanumilli P, De Munck J, Van Landuyt K, Lambrechts P, Van Meerbeek B. Clinical effectiveness of contemporary adhesives: A systematic review of current clinical trials. *Dent Mater.* 2005 Sep;21(9):864-81.

17. Szep S, Baum C, Alamouti C, Schmidt D, Gerhardt T, Heidemann D. Removal of amalgam, glass-ionomer cement and compomer restorations: changes in cavity dimensions and duration of the procedure. *Oper Dent*. 2002 Nov-Dec;27(6):613-20.
18. Frankenberger R, Perdigão J, Rosa BT. "No-bottle" vs "multi-bottle" dentin adhesives: a microtensile bond strength and morphologic study. *Dent Mater* 2001;17:373-80.
19. Pashley EL, Agee KA, Pashley DH, Tay FR. Effects of one versus two applications of an unfilled, all-in-one adhesive on dentine bonding. *J Dent*. 2002 Feb-Mar;30(2-3):83-90.
20. Nakaoki Y, Sasakawa W, Horiuchi S, Nagano F, Ikeda T, Tanaka T, et al. Effect of double-application of all-in-one adhesives on dentin bonding. *J Dent*. 2005 Oct;33(9):765-72.
21. Albuquerque M, Pegoraro M, Mattei G, Reis A, Loguercio AD. Effect of double-application or the application of a hydrophobic layer for improved efficacy of one-step self-etch systems in enamel and dentin. *Oper Dent*. 2008 Sep-Oct;33(5):564-70.
22. King NM, Tay FR, Pashley DH, Hashimoto M, Ito S, Brackett WW, et al. Conversion of one-step to two-step self-etch adhesives for improved efficacy and extended application. *Am J Dent*. 2005 Apr;18(2):126-34.
23. Van Landuyt KL, Peumans M, De Munck J, Lambrechts P, Van Meerbeek B. Extension of a one-step self-etch adhesive into a multi-step adhesive. *Dent Mater*. 2006 Jun;22(6):533-44.
24. Reis A, Albuquerque M, Pegoraro M, Mattei G, Bauer JR, Grande RH, et al. Can the durability of one-step self-etch adhesives be improved by double application or by an extra layer of hydrophobic resin? *J Dent*. 2008 May;36(5):309-15.

25. Velasquez LM, Sergeant RS, Burgess JO, Mercante DE. Effect of placement agitation and placement time on the shear bond strength of 3 self-etching adhesives. *Oper Dent*. 2006 Jul-Aug;31(4):426-30.
26. Fawzy AS, Amer MA, El-Askary FS. Sodium hypochlorite as dentin pretreatment for etch-and-rinse single-bottle and two-step self-etching adhesives: atomic force microscope and tensile bond strength evaluation. *J Adhes Dent*. 2008 Feb;10(2):135-44.
27. Erhardt MC, Osorio E, Aguilera FS, Proença JP, Osorio R, Toledano M. Influence of dentin acid-etching and NaOCl-treatment on bond strengths of self-etch adhesives. *Am J Dent*. 2008 Feb;21(1):44-8.
28. Reis A, Pellizzaro A, Dal-Bianco K, Gones OM, Patzlaff R, Loguercio AD. Impact of adhesive application on wet and dry long-term resin-dentin bond strengths. *Oper Dent*. 2007 Jul-Aug;32(4):380-7.
29. Amaral RC, Stanislawczuk R, Zander-Grande C, Michel MD, Reis A, Loguercio AD. Active application improves the bonding performance of self-etch adhesives to dentin. *J Dent*. 2009 Jan;37(1):82-90.
30. Zander-Grande C. Efeito da aplicação vibratória e da umidade dentinária na longevidade de sistemas adesivos convencionais de dois passos [dissertação]. Ponta Grossa (PR): Universidade Estadual de Ponta Grossa; 2008.
31. Bagis B, Turkaslan S, Vallittu PK, Lassila LV. Effect of High Frequency Ultrasonic Agitation on the Bond Strength of Self-etching Adhesives. *J Adhes Dent*. 2009 Oct;11(5):369-74.
32. Pashley DH, Tay FR. Aggressiveness of contemporary self-etching adhesives Part II: etching effects on unground enamel. *Dent Mater*. 2001 Sep;17(5):430-44.

33. Kenshima S, Reis A, Uceda-Gomez N, Tancredo LL, Filho LE, Nogueira FN, et al. Effect of smear layer thickness and pH of self-etching adhesive systems on the bond strength and gap formation to dentin. *J Adhes Dent*. 2005 Summer;7(2):117-26.
34. De Munck J, Van Meerbeek B, Satoshi I, Vargas M, Yoshida Y, Armstrong S, et al. Microtensile bond strengths of one- and two-step self-etch adhesives to bur-cut enamel and dentin. *Am J Dent*. 2003 Dec;16(6):414-20.
35. Nakabayashi N, Saimi Y. Bonding to intact dentin. *J Dent Res*. 1996 Sep;75(9):1706-15.
36. Inoue S, Van Meerbeek, Vargas M, Yoshida Y, Lambrechts P, Vanherle G. Adhesion mechanism of a self-etching adhesives. In: Tagami J, Toledano M, Prati C, editores. *Proceedings of the third international Kuraray Symposium on Advanced Adhesive Dentistry* Dec. 3-4, Granada, Spain. Cirimido, Italy: Grafiche Erredue; 1999. pp. 131-148.
37. Kaaden C, Powers JM, Friedl KH, Schmalz. Bond strength of self-etching adhesives to a dental hard tissues. *Clin Oral Invest* 2002; 6:155-60.
38. Bittencourt DD, Ezecelevski IG, Reis A, Van Dijken JW, Loguercio AD. An 18-months' evaluation of self-etch and etch & rinse adhesive in non-carious cervical lesions. *Acta Odontol Scand*. 2005 Jun;63(3):173-8.
39. Reis AF, Giannini M, Pereira PN. Long-term TEM analysis of the nanoleakage patterns in resin-dentin interfaces produced by different bonding strategies. *Dent Mater*. 2007 Sep;23(9):1164-72.
40. Osorio R, Pisani-Proenca J, Erhardt MC, Osorio E, Aguilera FS, Tay FR, et al. Resistance of ten contemporary adhesives to resin-dentine bond degradation. *J Dent*. 2008 Feb;36(2):163-9.

41. Van Dijken JW, Pallesen U. Long-term dentin retention of etch-and-rinse and self-etch adhesives and a resin-modified glass ionomer cement in non-carious cervical lesions. *Dent Mater.* 2008 Jul;24(7):915-22.
42. Van Landuyt KL, Peumans M, Fieuws S, De Munck J, Cardoso MV, Ermis RB, et al. A randomized controlled clinical trial of a HEMA-free all-in-one adhesive in non-carious cervical lesions at 1 year. *J Dent.* 2008 Oct;36(10):847-55.
43. Hashimoto M, Fujita S, Endo K, Ohno H. In vitro degradation of resin-dentin bonds with one-bottle self-etching adhesives. *Eur J Oral Sci.* 2009 Oct;117(5):611-7.
44. Inoue S, Vargas MA, Abe Y, Yoshida Y, Lambrechts P, Vanherle G, et al.. Microtensile bond strength of eleven contemporary adhesives to enamel. *Am J Dent.* 2003 Oct;16(5):329-34.
45. Van Meerbeek B, Yoshida Y, Lambrechts P, Vanherle G, Duke ES, Eick JD, et al. A TEM study of two water-based adhesive systems bonded to dry and wet dentin. *J Dent Res.* 1998 Jan;77(1):50-9.
46. Reis A, Loguercio AD, Azevedo CL, Carvalho RM, Singer JM, Grande RH. Moisture spectrum of demineralized dentin for adhesive systems with different solvent bases. *J Adhes Dent.* 2003 Fall;5(3):183-92.
47. Kanca J 3rd. Wet bonding: effect of drying time and distance. *Am J Dent.* 1996 Dec;9(6):273-6.
48. Hashimoto M, Tay FR, Svizero NR, Gee AJ, Feilzer AJ, Sano H, et al. The effects of common errors on sealing ability of total-etch adhesives. *Dent Mater.* 2006 Jun;22(6):560-8.

49. Giachetti L, Scaminaci Russo D, Bertini F, Pierleoni F, Nieri M. Effect of operator skill in relation to microleakage of total-etch and self-etch bonding systems. *J Dent*. 2007 Apr;35(4):289-93.
50. Pashley EL, Zhang Y, Lockwood PE, Rueggeberg FA, Pashley DH. Effects of HEMA on water evaporation from water-HEMA mixtures. *Dent Mater*. 1998 Jan;14(1):6-10.
51. Yiu CK, Pashley EL, Hiraishi N, King NM, Goracci C, Ferrari M, et al. Solvent and water retention in dental adhesive blends after evaporation. *Biomaterials*. 2005 Dec;26(34):6863-72.
52. Malacarne J, Carvalho RM, de Goes MF, Svizero N, Pashley DH, Tay FR, et al. Water sorption/solubility of dental adhesive resins. *Dent Mater*. 2006 Oct;22(10):973-80.
53. Gamborgi GP, Loguercio AD, Reis A. Influence of enamel border and regional variability on durability of resin-dentin bonds. *J Dent*. 2007 May;35(5):371-6.
54. Ito S, Hashimoto M, Wadgaonkar B, Svizero N, Carvalho RM, Yiu C, et al. Effects of resin hydrophilicity on water sorption and changes in modulus of elasticity. *Biomaterials*. 2005 Nov;26(33):6449-59.
55. Sano H, Takatsu T, Ciucchi B, Horner JA, Matthews WG, Pashley DH. Nanoleakage: leakage within the hybrid layer. *Oper Dent*. 1995 Jan-Feb;20(1):18-25.
56. Pashley DH, Tay FR, Yiu C, Hashimoto M, Breschi L, Carvalho RM, et al. Collagen degradation by host-derived enzymes during aging. *J Dent Res*. 2004 Mar;83(3):216

57. Prati C, Chersoni S, Pashley DH. Effect of removal of surface collagen fibrils on resin-dentin bonding. *Dent Mater.* 1999 Sep;15(5):323-31.
58. Sauro S, Mannocci F, Toledano M, Osorio R, Pashley DH, Watson TF. EDTA or H₃PO₄/NaOCl dentine treatments may increase hybrid layers' resistance to degradation: a microtensile bond strength and confocal-micropermeability study. *J Dent.* 2009 Apr;37(4):279-88.
59. Castro AK, Hara AT, Pimenta LA. Influence of collagen removal on shear bond strength of one-bottle adhesive systems in dentin. *J Adhes Dent.* 2000 Winter;2(4):271-7.
60. Stanislawczuk R, Amaral RC, Zander-Grande C, Gagler D, Reis A, Loguercio AD. Chlorhexidine-containing acid conditioner preserves the longevity of resin-dentin bonds. *Oper Dent.* 2009 Jul-Aug;34(4):481-90.
61. Hebling J, Pashley DH, Tjäderhane L, Tay FR. Chlorhexidine arrests subclinical degradation of dentin hybrid layers in vivo. *J Dent Res.* 2005 Aug;84(8):741-6.
62. Carrilho MR, Carvalho RM, Goes MF, Hipólito V, Geraldeli S, Tay FR, et al. Chlorhexidine preserves dentin bond in vitro. *J Dent Res.* 2007 Jan;86(1):90-4.
63. Loguercio AD, Stanislawczuk R, Polli LG, Costa JA, Michel MD, Reis A. Influence of chlorhexidine digluconate concentration and application time on resin-dentin bond strength durability. *Eur J Oral Sci.* 2009 Oct;117(5):587-96.
64. De Munck J, Van den Steen PE, Mine A, Van Landuyt KL, Poitevin A, Opdenakker G, et al. Inhibition of enzymatic degradation of adhesive-dentin interfaces. *J Dent Res.* 2009 Dec;88(12):1101-6.

65. Chersoni S, Suppa P, Grandini S, Goracci C, Monticelli F, Yiu C, et al. In vivo and in vitro permeability of one-step self-etch adhesives. *J Dent Res.* 2004 Jun;83(6):459-64.
66. Tay FR, Pashley DH. Have dentin adhesives become too hydrophilic? *J Can Dent Assoc.* 2003 Dec;69(11):726-31.
67. Andrade e Silva SM, Carrilho MR, Marquezini Jr L, Garcia FC, Manso AP, Alves MC, et al. Effect of an additional hydrophilic versus hydrophobic coat on the quality of dentinal sealing provided by two-step etch-and-rinse adhesives. *J Appl Oral Sci.* 2009 May-Jun;17(3):184-9.
68. Reis A, Leite TM, Matte K, Michels R, Amaral RC, Geraldeli S, et al. Improving clinical retention of one-step self-etching adhesive systems with an additional hydrophobic adhesive layer. *J Am Dent Assoc.* 2009 Jul;140(7):877-85.
69. Perdigão J, Dutra-Corrêa M, Castilhos N, Carmo AR, Anauate-Netto C, Cordeiro HJ, et al. One-year clinical performance of self-etch adhesives in posterior restorations. *Am J Dent.* 2007 Apr;20(2):125-33.
70. Koase K, Inoue S, Noda M, Tanaka T, Kawamoto C, Takahashi A, et al. Effect of bur-cut dentin on bond strength using two all-in-one and one two-step adhesive systems. *J Adhes Dent.* 2004 Summer;6(2):97-104.
71. Sattabanasuk V, Vachiramon V, Qian F, Armstrong SR. Resin-dentin bond strength as related to different surface preparation methods. *J Dent.* 2007 Jun;35(6):467-75.
72. Yiu CK, Hiraishi N, King NM, Tay FR. Effect of dentinal surface preparation on bond strength of self-etching adhesives. *J Adhes Dent.* 2008 Jun;10(3):173-82.

73. Ermis RB, De Munck J, Cardoso MV, Coutinho E, Van Landuyt KL, Poitevin A, et al. Bond strength of self-etch adhesives to dentin prepared with three different diamond burs. *Dent Mater.* 2008 Jul;24(7):978-85.
74. Dias WR, Pereira PN, Swift Jr EJ. Effect of bur type on microtensile bond strengths of self-etching systems to human dentin. *J Adhes Dent.* 2004 Autumn;6(3):195-203.
75. Pashley DH. Smear layer: physiological considerations. *Oper Dent Suppl.* 1984;3:13-29.
76. Soares CJ, Castro CG, Santos Filho PC, Mota AS. Effect of previous treatments on bond strength of two self-etching adhesive systems to dental substrate. *J Adhes Dent.* 2007 Jun;9(3):291-6.
77. Chan KM, Tay FR, King NM, Imazato S, Pashley DH. Bonding of mild self-etching primers/adhesives to dentin with thick smear layers. *Am J Dent.* 2003 Oct;16(5):340-6.
78. Finger WJ, Tani C. Effect of application mode on bonding performance of self-etching adhesives. *Am J Dent.* 2005 Feb;18(1):41-4.
79. Breschi L, Mazzoni A, Pashley DH, Pasquantonio G, Ruggeri A, Suppa P, et al. Electric-current-assisted application of self-etch adhesives to dentin. *J Dent Res.* 2006 Dec;85(12):1092-6.
80. Visintini E, Mazzoni A, Vita F, Pasquantonio G, Cadenaro M, Di Lenarda R, et al. Effects of thermocycling and use of ElectroBond on microtensile strength and nanoleakage using commercial one-step self-etch adhesives. *Eur J Oral Sci.* 2008 Dec;116(6):564-70.
81. Bagis B, Turkarslan S, Tezvergil-Mutluay A, Uctasli S, Vallittu PK, Lassila LV. Effect of ultrasonic agitation on bond strength of self-etching adhesives to dentin. *J Adhes Dent.* 2008 Dec;10(6):441-5.

82. Breschi L, Cadenaro M, Antonioli F, Sauro S, Biasotto M, Prati C, et al. Polymerization kinetics of dental adhesives cured with LED: correlation between extent of conversion and permeability. *Dent Mater*. 2007 Sep;23(9):1066-72.
83. Cadenaro M, Antonioli F, Sauro S, Tay FR, Di Lenarda R, Prati C, et al. Degree of conversion and permeability of dental adhesives. *J Oral Sci*. 2005 Dec;113(6):525-30.
84. Van Landuyt KL, Snauwaert J, De Munck J, Peumans M, Yoshida Y, Poitevin A, et al. Systematic review of the chemical composition of contemporary dental adhesives. *Biomaterials*. 2007 Sep;28(26):3757-85.
85. Tay FR, King NM, Chan KM, Pashley DH. How can nanoleakage occur in self-etching adhesive systems that demineralize and infiltrate simultaneously? *J Adhes Dent*. 2002 Winter;4(4):255-69.
86. Tay FR, Pashley DH, Yiu CK, Sanares AM, Wei SH. Factors contributing to the incompatibility between simplified-step adhesives and chemically-cured or dual-cured composites. Part I. Single-step self-etching adhesive. *J Adhes Dent*. 2003 Spring;5(1):27-40.
87. Miyazaki M, Platt JA, Onose H, Moore BK. Influence of dentin primer application methods on dentin bond strength. *Oper Dent*. 1996 Jul-Aug;21(4):167-72.
88. Dal-Bianco K, Pellizzaro A, Patzlaff R, de Oliveira Bauer JR, Loguercio AD, Reis A. Effects of moisture degree and rubbing action on the immediate resin-dentin bond strength. *Dent Mater*. 2006 Dec;22(12):1150-6.
89. Reis A, Pellizzaro A, Dal-Bianco K, Gones OM, Patzlaff R, Loguercio AD. Impact of adhesive application to wet and dry dentin on long-term resin-dentin bond strengths. *Oper Dent*. 2007 Jul-Aug;32(4):380-7.

90. Abdalla AI, Garcia-Godoy F. Clinical performance of a self-etch adhesive in Class V restorations made with and without acid etching. *J Dent.* 2007 Jul;35(7):558-63.
91. Tay FR, Pashley DH, Suh BI, Carvalho RM, Itthagarun A. Single-step adhesives are permeable membranes. *J Dent.* 2002 Sep-Nov;30(7-8):371-82.
92. Loguercio AD, Loeblein F, Cherobin T, Ogliari F, Piva E, Reis A. Effect of solvent removal on adhesive properties of simplified etch-and-rinse systems and on bond strengths to dry and wet dentin. *J Adhes Dent.* 2009 Jun;11(3):213-9.
93. Malacarne-Zanon J, Pashley DH, Agee KA, Foulger S, Alves MC, Breschi L, et al. Effects of ethanol addition on the water sorption/solubility and percent conversion of comonomers in model dental adhesives. *Dent Mater.* 2009 Oct;25(10):1275-84.

ANEXO

Parecer N° 01/2009 da COEP da UEPG



UNIVERSIDADE ESTADUAL DE PONTA GROSSA



Pró-Reitoria de Pesquisa e Pós-Graduação

**COEP**

COMISSÃO DE ÉTICA EM PESQUISA

PARECER Nº 01/2009
Protocolo: 09773/08

Em reunião ordinária, realizada dia 05 de março de 2009, a Comissão de Ética em Pesquisa, **APROVOU** o protocolo de pesquisa intitulado "**Efeito da aplicação vibratória no desempenho de adesivos simplificados autocondicionantes à dentina**" de responsabilidade da pesquisadora Alessandra Reis.

Ponta Grossa, 06 de março de 2009.

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

Prof. MSc. Marlene Harger Zimmermann
Coordenadora