

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

CRISTIAN HIGASHI

**AVALIAÇÃO DA DUREZA E MÓDULO DE ELASTICIDADE DA INTERFACE DE
UNIÃO RESINA-DENTINA UTILIZANDO A TÉCNICA DE NANOINDENTAÇÃO**

**PONTA GROSSA
2008**

CRISTIAN HIGASHI

**AVALIAÇÃO DA DUREZA E MÓDULO DE ELASTICIDADE DA
INTERFACE DE UNIÃO RESINA-DENTINA UTILIZANDO A TÉCNICA DE
NANOINDENTAÇÃO**

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.

Orientador: Prof. Dr. João Carlos Gomes

Co-orientador: Dr. Milton Domingos Michél

PONTA GROSSA

2008

Ficha Catalográfica Elaborada pelo Setor de Processos Técnicos
BICEN/UEPG

H634a Higashi, Cristian
Avaliação da dureza e módulo de elasticidade da interface de união resina – dentina utilizando a técnica de nanoindentação./ Cristian Higashi. Ponta Grossa, 2008. 97f.

Dissertação (Mestrado em Odontologia - área de concentração em Dentística restauradora) - Universidade Estadual de Ponta Grossa.

Orientador: Prof. Dr. João Carlos Gomes

Co-orientador : Dr. Milton Domingos Michél

1. Adesivos dentinários. 2. Dentina. 3. Umidade. 4. Testes de dureza. I. Gomes, João Carlos. II. Michel, Milton Domingos. III. T.

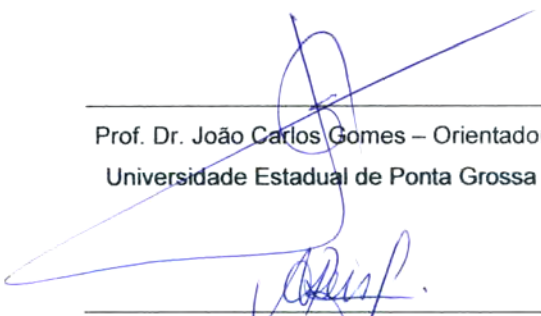
CDD: 617.67

CRISTIAN HIGASHI

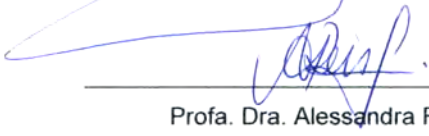
**AVALIAÇÃO DA DUREZA E MÓDULO DE ELASTICIDADE DA INTERFACE
DE UNIÃO RESINA-DENTINA UTILIZANDO A TÉCNICA DE
NANOINDENTAÇÃO.**

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

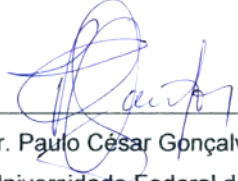
Ponta Grossa, 28 de Fevereiro de 2008.



Prof. Dr. João Carlos Gomes – Orientador
Universidade Estadual de Ponta Grossa



Profa. Dra. Alessandra Reis
Universidade Estadual de Ponta Grossa



Prof. Dr. Paulo César Gonçalves dos Santos
Universidade Federal do Paraná

Agradecimentos

A Deus, por estar sempre presente na minha vida, me iluminando, me orientando, me dando saúde, força, coragem e proteção para que eu possa alcançar meus objetivos, colher os frutos de meus esforços e continuar seguindo o meu caminho. Agradeço também por colocar na minha vida, pessoas maravilhosas que são fundamentais para o meu crescimento pessoal e profissional.

Aos meus pais, Kazuo Higashi e Neusa T. Sato Higashi, pela minha educação, por todo incentivo e apoio incondicional que têm me dado para eu seguir os meus objetivos. Não tenho palavras para agradecer tudo o que fazem por mim e tudo o que fazem para ver os seus filhos felizes. Tenho muito orgulho de fazer parte desta família. Agradeço todas as noites a Deus pelos meus irmãos Viviane e Fábio que igualmente aos meus pais, sempre me incentivaram, me entenderam e me deram todo amor e carinho que preciso para continuar o meu caminho. A vocês, meu eterno agradecimento, eu não seria nada sem vocês na minha vida!!

Agradeço a Deus por ter colocado na minha vida uma pessoa brilhante como a Ariane L. Dall'Agnol, que durante esses dois anos me amou, me agüentou, em muitas vezes me esperou, me entendeu, me ouviu, me incentivou. Ficou bravinha em alguns momentos, sentiu ciúmes dos meus dois “filhos” (meus computadores), mas no fundo ela sempre me admirou e sempre torceu muito por mim. (“Meu amor, Te Amo mais do que ontem e muito menos do que amanhã”). Espero algum dia poder retribuir todo o carinho que você, os seus pais Vanderlei e Ana Maria e seus irmãos Lais e Diogo me deram em todos os momentos que estivemos juntos. Os disputadíssimos jogos de tênis foram em muitas vezes responsáveis pelo meu cansaço físico, porém revitalizador do meu cansaço mental. Muito obrigado!

À Universidade Estadual de Ponta Grossa, na pessoa do Magnífico Reitor João Carlos Gomes por toda estrutura oferecida e pela oportunidade de realização do curso de Mestrado em suas dependências.

Ao Laboratório de Metalografia e Microscopia Eletrônica de Varredura, localizado no Centro Interdisciplinar de Pesquisa e Pós-Graduação (CIPP) da Universidade Estadual de Ponta Grossa, pela utilização dos equipamentos necessários para a realização deste trabalho.

Ao Laboratório de Propriedades Nanomecânicas da Universidade Federal do Paraná, pelo aparelho nanodurômetro utilizado nesta pesquisa.

À Coordenação do Curso de Mestrado em Odontologia da UEPG, na pessoa da Prof^a. Dr^a. Osnara Maria Mongruel Gomes, por toda sua preocupação, empenho e dedicação contínua ao curso, além de contribuir muito para realização deste trabalho.

À Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior - CAPES, pela concessão da bolsa de estudos.

Ao meu orientador Prof. Dr. João Carlos Gomes, pela amizade, apoio, disposição e atenção a qualquer hora do dia, mesmo tendo infinitos assuntos para resolver na sala da Reitoria. Obrigado por me dar os conselhos certos nas horas necessárias e por me dar oportunidades para iniciar minha carreira docente. Agradeço ainda por toda liberdade concedida no desenvolvimento deste trabalho e toda confiança em mim depositada.

*Ao meu Co-orientador **Dr. Milton Domingos Michél**, fundamental na realização deste trabalho. Uma pessoa fantástica, que com todo seu conhecimento, humildade e força de vontade conseguiu vencer junto comigo todos os obstáculos encontrados durante esta pesquisa e olha que não foram poucos. Obrigado de coração!*

*Aos Profs. **Dr. Alessandro Dourado Loguercio** e **Drª. Alessandra Reis**, duas pessoas brilhantes, iluminadas, fantásticas, que eu admiro muito. Obrigado pelas explicações, apoio e atenção nos momentos mais difíceis e pela oportunidade de aprender tantas coisas de forma tão agradável. Só vocês pra fazerem uma análise estatística e descrição de resultados serem tão prazerosas, claro que não menos do que os deliciosos cafés servidos no final da tarde. Além disso, o profundo conhecimento do tema, o entusiasmo e a determinação de vocês contribuíram muito para que todos os resultados pudessem ser explicados. Espero que nossa amizade possa ser mantida pra sempre.*

*À **Profª. Drª. Silvia Kenshima**, por compartilhar todo seu conhecimento sobre microscopia eletrônica de varredura. Obrigado por toda sua generosidade, simpatia e confiança em uma pessoa que não te conhece pessoalmente, mas que desde então te admira muito.*

*Ao **Prof. Dr. Ronaldo Hirata**, meu irmão por afinidade, uma pessoa formidável, sincera, simples e dono de uma habilidade odontológica inigualável. Agradeço muito pela sua amizade, pelos seus ensinamentos, pelos seus conselhos profissionais e de vida, por ter acreditado no meu potencial e por ter me dado oportunidades para alcançar meus objetivos.*

Aos Profs. MSc. Sidney Kina e Dr. Oswaldo Scopin de Andrade, pela amizade, pelos inúmeros conhecimentos transmitidos, por me apoiarem sempre e por me darem a credibilidade para ensinar dentro desse grupo seletivo de professores da Odontologia Estética Restauradora.

Ao Prof. MSc. Emigdio Orellana Jimenez, pelo exemplo de dedicação, vontade e capacidade, além dos inúmeros ensinamentos sobre cultura, política e educação. Obrigado pela sincera amizade e incentivo contínuo à minha carreira.

Ao Prof. Dr. Ulisses Coelho, pela amizade, admiração profissional mútua e companheirismo em todos os momentos.

À Secretária do Curso de Mestrado em Odontologia da Universidade Estadual de Ponta Grossa, Morgana, pela sua incansável ajuda aos seus “filhos adotivos”, por toda sua atenção, colaboração, competência, disposição e amizade. Muito Obrigado!

Aos demais Professores do Curso de Mestrado em Odontologia da Universidade Estadual de Ponta Grossa, Abraham Lincoln Calixto, Benjamin de Melo Carvalho, Carlos Roberto Berger, Denise Stadler Wambier, Elizabete Brasil dos Santos, Fábio André dos Santos, Gislaine Denise Czulski, Gibson Luiz Pilatti, Leide Mara Schmidt, Nara Hellen Campanha, Vitoldo Kozlowski Júnior.

Aos Professores do Curso de Graduação em Odontologia da Universidade Estadual de Ponta Grossa, Vânia, Estella, Fábio Goyrez e Nelson, pelos momentos alegres e conhecimentos compartilhados durante a disciplina de estágio docente.

*À bibliotecária **Maria Luzia**, pela atenciosa revisão das normas de formatação deste trabalho.*

*Aos **funcionários e técnicos** da Universidade Estadual de Ponta Grossa, por toda colaboração, apoio e amizade.*

*Ao pessoal do **Xérox**, por estarem sempre dispostas a colaborar.*

*Às **Tias da Cantina** do bloco M da Universidade Estadual de Ponta Grossa, por atenderem de forma sempre simpática e alegre todas as vezes que precisamos recarregar nossas energias com alguns salgados e muitos cafezinhos.*

*Às empresas **3M ESPE, BISCO e IVOCLAR VIVADENT**, pela doação dos materiais utilizados nesta pesquisa.*

*Aos meus amigos pessoais, **Nilson (Kakau), Rodrigo Gonzalez** e demais amigos de Foz do Iguaçu, **Alexandre, Dalton, Eduardo, Guilherme, Mathias, Rafael** e demais amigos de graduação, **Antonio, Cléber, Jimmy, Márcio** e demais amigos de cursos, **Simone, Léo, Ana Paula** e demais amigos de Ponta Grossa, muito obrigado por nossas amizades, por me apoiarem sempre, por entenderem minha ausência em vários eventos e por estarem sempre dispostos a ajudar, não importando o momento. Saibam que a recíproca é muito verdadeira.*

*Aos meus colegas de mestrado, **Alfonso, Ana Paula G., Ana Paula T., Chique, Eloísa, Gislaine, Manoela e Michele**, pela agradável e alegre convivência ao longo desses dois anos, além dos conhecimentos compartilhados.*

*À aluna do Programa de Iniciação Científica (PIBIC/CNPq/UEPG),
Bianca Stremel Komnicki, pela ajuda na realização deste trabalho.*

*Ao Prof. Dr. Paulo César Gonçalves dos Santos, por ter
aceito o convite para fazer parte da minha banca examinadora e por toda atenção e esmero
na leitura e correção deste trabalho.*

*Ao Prof. Dr. José Pereti Neto, por ter aceito o convite para
suplente da minha banca examinadora, por todas suas palavras de incentivo e por toda
atenção na leitura deste trabalho.*

*E enfim, à minha família do mestrado, um laço de amizade tão forte que
posso considerá-los como meus verdadeiros irmãos e irmãs. Eu sei que é impossível expressar
com palavras tudo o que vivemos e sentimos nesses dois anos, mas podem ter a certeza de que
em meu coração eu guardo cada momento, cada gesto, cada conversa, cada olhar e cada
detalhe de cada um de vocês. **Beatriz, Beto, Camila, Chris, Eugenio
(Chuchi), Sérgio, Shelon, Wilmer e Zukinho**, muito obrigado por toda a
força, alegria, companheirismo, conhecimento e profunda amizade que nos mantiveram
unidos até hoje e assim espero que permaneça.*

*A todos que, embora não citados nominalmente, colaboraram direta ou
indiretamente para a realização deste trabalho, o meu Muito Obrigado!*

DADOS CURRICULARES

Cristian Higashi

NASCIMENTO 08.05.1980	Foz de Iguaçu, Paraná – Brasil
FILIAÇÃO	Neusa Toshico Sato Higashi Kazuo Higashi
1999 – 2003	Curso de Graduação Universidade Federal do Paraná (UFPR) – Curitiba - Brasil
2004 – 2004	Curso de Aperfeiçoamento em Dentística Restauradora. Programa de Educação Continuada. Centro Universitário Positivo (UNICENP) – Curitiba – Brasil.
2004 – 2004	Curso de Aperfeiçoamento em Odontologia Estética. Escola de Aperfeiçoamento Profissional. Associação Brasileira de Odontologia do Paraná. Curitiba – Brasil.
2005 – 2005	Curso de Aperfeiçoamento em Odontologia Estética Avançada. Instituto Latino Americano de Pesquisa e Ensino Odontológico (ILAPEO). Curitiba – Brasil.
2006 – 2007	Membro ativo da Sociedade Brasileira de Pesquisa Odontológica (SBPqO). São Paulo – Brasil.
2006 – 2008	Curso de Pós-graduação em Odontologia. Área de Concentração em Dentística Restauradora. Nível Mestrado. Universidade Estadual de Ponta Grossa (UEPG). Ponta Grossa – Brasil.

RESUMO

Higashi C. **Avaliação da dureza e módulo de elasticidade da interface de união resina-dentina utilizando a técnica de nanoindentação.** [Dissertação Mestrado em Dentística Restauradora – Faculdade de Odontologia]. Ponta Grossa: Universidade Estadual de Ponta Grossa; 2008.

O objetivo deste trabalho foi avaliar a dureza e módulo de elasticidade da interface de união resina-dentina formado por adesivos convencionais de 2 passos à base de água/etanol (AdperTM Single Bond 2 [SB]) e à base de acetona (One Step Plus [OS]), variando a umidade dentinária e forma de aplicação dos mesmos. 24 terceiros molares humanos foram lixados para a obtenção de uma superfície dentinária plana. Duas gotas do adesivo SB ou OS foram aplicadas de forma ativa (AA) ou inativa (AI) sobre uma dentina seca (S) ou reumedecida (U). Após a fotopolimerização dos adesivos ($600 \text{ mW/cm}^2 / 20 \text{ s}$) os dentes foram restaurados incrementalmente e armazenados em água destilada por 24 h. Cortes perpendiculares à interface de união foram realizados para obtenção de fatias de aproximadamente 1,5 mm de espessura, que foram embutidas e polidas previamente ao teste. Nanoindentações foram realizadas nas regiões da resina composta, sistema adesivo, camada híbrida e dentina. Os valores de dureza e módulo de elasticidade (GPa) do sistema adesivo e camada híbrida foram submetidos a uma análise de variância de 3 fatores de medidas repetidas e ao teste de comparações múltiplas de Tukey ($\alpha=0,05$). A média e desvio padrão dos valores de dureza e módulo de elasticidade da resina composta (GPa) foram $(1,02 \pm 0,07)$ e $(14,94 \pm 0,67)$, respectivamente. Na dentina, a dureza foi $(0,69 \pm 0,10)$ e o módulo de elasticidade $(17,94 \pm 1,84)$. Na camada de adesivo, os maiores valores de dureza $(0,38 \pm 0,06)$ e módulo de elasticidade $(6,93 \pm 0,93)$ do SB foram obtidos no grupo U. Nesta mesma região, o módulo de elasticidade do OS $(5,91 \pm 1,12)$ foi menor para o grupo AA. Na região da camada híbrida, a dureza de ambos os sistemas adesivos foi maior no grupo AA, porém significativamente somente para o OS $(0,51 \pm 0,2)$. No grupo S os maiores valores de dureza $(0,47 \pm 0,24)$ e módulo de elasticidade $(10,98 \pm 4,65)$ da camada híbrida foram obtidos com AA. Concluiu-se que a aplicação ativa de ambos os sistemas adesivos em substrato dentinário seco resultou nos maiores valores de dureza e módulo de elasticidade na região da camada híbrida e a umidade dentinária influenciou positivamente nos valores de dureza e módulo de elasticidade do sistema adesivo AdperTM Single Bond 2 na região da camada de adesivo.

Palavras-chave: Adesivos dentinários. Dentina. Umidade. Testes de dureza. Elasticidade.

ABSTRACT

Higashi C. **Assessment of hardness and elastic modulus of resin-dentin bonding area using the nanoindentation technique.** [Dissertação Mestrado em Dentística Restauradora – Faculdade de Odontologia]. Ponta Grossa: Universidade Estadual de Ponta Grossa; 2008.

The aim of this study was to assess the hardness and elastic modulus of resin-dentin bonding area formed by an ethanol/water-based (AdperTM Single Bond 2 [SB]) and an acetone-based system (One Step Plus [OS]), under different moisture conditions and application methods. On 24 human molars, a flat superficial dentin surface was exposed by wet abrasion. Two coats of SB or OS adhesive were applied on either a dry (D) or rewetted surface (W), under active (AA) or inactive (IA) application. After polymerization of the adhesives (600 mW/cm²/20 s), composite build-ups were constructed incrementally and specimens were stored in water (24 h). They were cross-sectioned perpendicular to the resin-dentin interface to obtain slices of 1.5 mm thickness that were embedded and polished before the test. Nanoindentations were made on composite resin, adhesive system, hybrid layer and dentin regions. The results of hardness and elastic modulus (GPa) of adhesive system and hybrid layer were analyzed by a three-way ANOVA and Tukey's multiple comparison tests ($\alpha=0.05$). The mean and standard deviation of hardness and elastic modulus values of composite resin were (1.02 ± 0.07) and (14.94 ± 0.67) respectively. In dentin, the hardness was (0.69 ± 0.10) and the elastic modulus (17.94 ± 1.84). In the adhesive layer, the highest hardness (0.38 ± 0.06) and elastic modulus (6.93 ± 0.93) of SB were obtained in W group. In this same area, the elastic modulus of OS (5.91 ± 1.12) was lowest in AA group. In the hybrid layer, the hardness of both adhesive systems was highest in AA group, however statistically significant just for OS (0.51 ± 0.2). In D group the highest hardness (0.47 ± 0.24) and elastic modulus (10.98 ± 4.65) of hybrid layer were obtained with AA. It was concluded that the active application of both adhesives in dry dentin resulted in higher hardness and elastic modulus values in the hybrid layer and the moisture increased hardness and elastic modulus values of AdperTM Single Bond 2 in the adhesive layer.

Keywords: Dentin-bonding agents. Dentin. Humidity. Hardness tests. Elasticity.

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 4.1	- Em (a) adesivo Adper TM Single Bond 2 e ácido fosfórico Scotchbond TM 35%; (b) adesivo One-Step Plus e ácido fosfórico Uni-etch 32% e (c) resina composta Filtek TM Z350 A3.....	61
Figura 4.2	- Molar hígido (a), remoção do esmalte oclusal (b) e aspecto da superfície preparada com lixa # 600 (c).....	61
Figura 4.3	- Procedimento adesivo: Condicionamento ácido (a); dentina condicionada, lavada e seca (b); dentina reumedecida (c); aplicação do sistema adesivo (d); evaporação do solvente do adesivo (e); fotoativação (f).....	63
Figura 4.4	- Procedimento restaurador: aplicação dos incrementos de resina composta (a); amostra restaurada (b).....	64
Figura 4.5	- Máquina para corte de seriado Isomet (a); amostra colada com godiva em bastão e cera pegajosa em um dispositivo previamente ao corte (b).....	64
Figura 4.6	- Imagem mostrando na parte superior dois anéis de PVC colocados sobre uma placa de vidro, utilizados para o embutimento das amostras. Na parte inferior duas fatias de dente contendo a interface de união dente-resina.....	65
Figura 4.7	- Amostra fixada ao dispositivo (a), Polimento da amostra com lixas de decrescentes abrasividades (b), Polimento da amostra com discos de feltro e pastas diamantadas (c), Limpeza ultrassônica da amostra (d), Cilindro de resina de poliéster com uma fatia do dente embutida e devidamente polida (e).....	67
Figura 4.8	- Vista do conjunto Nano Indenter [®] composto pela cabine isoladora e pelo conjunto de programação e controle formado pela estação de trabalho com seus periféricos: dois monitores de imagens e uma impressora.....	68
Figura 4.9	- Representação esquemática da curva típica da carga aplicada (mN) versus profundidade de penetração (nm) realizada para cada indentação na amostra.....	69
Figura 4.10	- Vista mais aproximada do dispositivo de ensaios onde se realizam as nano-indentações (a). Ponta de diamante piramidal de base triangular Berkovich (b).....	70

Figura 4.11	- Desenho esquemático mostrando as quatro regiões distintas contendo dois grupos de nove indentações para cada região: (R1) corresponde à resina composta, (R2) corresponde ao centro de massa relativa da espessura da camada de adesivo dentinário, (R3) na região superior da massa relativa da espessura da camada híbrida e (R4) corresponde à dentina.....	71
Figura 4.12	- Microscópio óptico BX 51 (OLYMPUS).....	74
Figura 4.13	- Espécime recoberto por ouro (a); Microscópio eletrônico de varredura (MEV) (b).....	75
Figura 5.1	- Fotomicrografia por MEV com magnificação de 700x ilustrando 09 nanoindentações (circuladas) na região da resina composta (RC).....	81
Figura 5.2	- Fotomicrografia por MEV com magnificação de 200x ilustrando as nanoindentações na camada do sistema adesivo (a). Maiores detalhes das nanoindentações (circuladas) na camada de adesivo (b). Resina composta (RC), Sistema adesivo (AD) e Dentina (DE).....	81
Figura 5.3	- Fotomicrografia por MEV com magnificação de 600x ilustrando as nanoindentações (circuladas) na região da dentina (DE).....	82
Quadro 4.1	- Material (fabricante), lote, composição e modo de aplicação dos materiais usados.....	62

LISTA DE TABELAS

Tabela 5.1	- Médias e desvios padrões (GPa) dos valores de dureza da camada de adesivo para todas as condições experimentais do estudo.....	77
Tabela 5.2	- Médias e desvios padrões (GPa) dos valores de dureza da camada de adesivo para a interação Sistema adesivo vs. Umidade dentinária.....	77
Tabela 5.3	- Médias e desvios padrões (GPa) dos valores de módulo de elasticidade da camada de adesivo para todas as condições experimentais do estudo.....	78
Tabela 5.4	- Médias e desvios padrões (GPa) dos valores de módulo de elasticidade da camada de adesivo para a interação Sistema adesivo vs. Forma de aplicação.	78
Tabela 5.5	- Médias e desvios padrões (GPa) dos valores de módulo de elasticidade da camada de adesivo para a interação Sistema adesivo vs. Umidade dentinária.....	78
Tabela 5.6	- Médias e desvios padrões (GPa) dos valores de dureza da camada híbrida para todas as condições experimentais do estudo.....	79
Tabela 5.7	- Médias e desvios padrões (GPa) dos valores de módulo de elasticidade da camada híbrida para todas as condições experimentais do estudo.....	79
Tabela 5.8	- Médias e desvios padrões (GPa) dos valores de dureza da camada híbrida para a interação Sistema adesivo vs. Forma de aplicação....	80
Tabela 5.9	- Médias e desvios padrões (GPa) dos valores de dureza da camada híbrida para a interação Umidade dentinária vs. Forma de aplicação.....	80
Tabela 5.10	- Médias e desvios padrões (GPa) dos valores de módulo de elasticidade da camada híbrida para a interação Umidade dentinária vs. Forma de aplicação.....	81

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

Bis-GMA	Bis-Fenol A-Glicidil Metacrilato (Bisphenol A-Glycidyl Methacrylate)
cm	Centímetro
cm ²	Centímetro quadrado
EDX	Energia dispersiva de raio-X
EUA	Estados Unidos da América
gf	Gramma-força
GPa	Gigapascal
h	Hora
HCl	Ácido clorídrico
HEMA	2-Hidroxietilmetacrilato
HMDS	Hexametildisilazano
JAD	Junção amelodentinária
kgf	Quilograma-força
L	Litro
M	Mol
m ³	Metro cúbico
MET	Microscópio eletrônico de transmissão
MEV	Microscópio eletrônico de varredura
MFA	Microscópio de força atômica
mgf	Miligramma-força
min	Minuto
mL	Mililitro
mm	Milímetro
mm ²	Milímetro quadrado
mm.s ⁻¹	Milímetros por segundo
mN	Milnewton
MPa	Megapascal
ms	Mili-segundo
mW	Miliwatts
nm	Nanômetro
NaOCl	Hipoclorito de sódio

<i>P</i>	Significância
pH	Potencial de hidrogeniônico
rpm	Rotação por minuto
s	Segundo
SL	<i>Smear layer</i>
UEPG	Universidade Estadual de Ponta Grossa
UFPR	Universidade Federal do Paraná
vs.	versus
μL	Microlitro
μm	Micrometro
μN	Micronewton

LISTA DE SÍMBOLOS

X	Aumento da lente óptica
#	Número
°C	Grau Celsius
%	Porcentagem
>	Maior
<	Menor
=	Igual
™	Marca registrada
®	Registrado

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO.....	20
2	REVISÃO DE LITERATURA.....	23
2.1	SUBSTRATO DENTINÁRIO.....	23
2.2	SISTEMAS ADESIVOS.....	33
2.3	NANOINDENTAÇÃO.....	44
3	PROPOSIÇÃO.....	59
3.1	PROPOSIÇÃO GERAL.....	59
3.2	PROPOSIÇÃO ESPECÍFICA.....	59
4	MATERIAL E MÉTODOS.....	60
4.1	DELINEAMENTO EXPERIMENTAL E MATERIAIS UTILIZADOS.....	60
4.2	PREPARO DAS AMOSTRAS.....	60
4.3	EMBUTIMENTO E POLIMENTO DAS AMOSTRAS.....	65
4.4	CARACTERIZAÇÃO DAS PROPRIEDADES MECÂNICAS NA INTERFACE DE UNIÃO RESINA-DENTINA POR MEIO DA TÉCNICA DE NANOINDENTAÇÃO.....	67
4.4.1	Técnica da Nanoindentação.....	69
4.4.2	Dureza.....	72
4.4.3	Módulo de Elasticidade.....	72
4.5	MICROSCOPIA ÓPTICA E ELETRÔNICA DE VARREDURA (MEV).....	73
4.6	ANÁLISE DOS DADOS.....	75
5	RESULTADOS.....	76
5.1	RESINA COMPOSTA.....	76
5.2	SISTEMA ADESIVO.....	76
5.3	CAMADA HÍBRIDA.....	79
5.4	DENTINA.....	81

6	DISCUSSÃO	83
6.1	NANOINDENTAÇÃO.....	83
6.2	SISTEMA ADESIVO E CAMADA HÍBRIDA.....	84
6.3	RESINA COMPOSTA E SUBSTRATO DENTINÁRIO.....	86
7	CONCLUSÕES	88
	REFERÊNCIAS	89
	APÊNDICE A - Médias e desvios padrões (GPa) dos estudos piloto realizados com variações das condições de umidade das amostras, previamente ao teste de nanoindentação.....	94
	ANEXO A - Aprovação do Comitê de Ética em Pesquisa da Universidade Estadual de Ponta Grossa. COEP - UEPG.....	96

1 INTRODUÇÃO

O desenvolvimento e a evolução dos sistemas adesivos modificaram a prática odontológica. A odontologia adesiva atual, minimamente invasiva, permite uma maior preservação de tecido dental sadio, na qual praticamente apenas a estrutura dental perdida ou cariada é substituída por um material restaurador que é unido diretamente ao tecido sadio remanescente. O mecanismo básico de união ao esmalte e dentina é essencialmente um processo de substituição, no qual materiais inorgânicos do dente são substituídos por monômeros resinosos sintéticos. Este processo é envolvido por duas fases: a primeira consiste na remoção de fosfato de cálcio e criação de micro-porosidades no esmalte e dentina; a segunda fase, também denominada de fase de hibridização, envolve a infiltração e subsequente polimerização da resina dentro das micro-porosidades, um processo de inter-relação micro-mecânica (Van Meerbeek et al.¹ 2003).

A união ao tecido dentinário é um procedimento complexo devido à composição heterogênea da dentina, da sua característica hidrofílica, além da presença da camada de esfregaço, sendo necessário monômeros de caráter mais hidrofílicos para poderem infiltrar nesse substrato inerentemente úmido (Carvalho et al.² 2004, Loguercio, Reis³ 2006) e formar um substrato de natureza composta, o qual foi denominado de camada híbrida por Nakabayashi et al.⁴ (1982).

Os sistemas adesivos podem ser classificados como convencionais ou autocondicionantes (Carvalho et al.² 2004). Os adesivos convencionais empregam o passo operatório de condicionamento ácido da superfície de esmalte ou dentina separadamente dos outros passos. Desta forma, o dente é primeiramente condicionado com ácido, geralmente ácido fosfórico de 30-40% e lavado. Este passo é seguido pela aplicação do primer e posteriormente do adesivo, resultando em um procedimento convencional de três passos clínicos. Os adesivos autocondicionantes não requerem aplicação isolada de um ácido para produzir porosidade no substrato. Esses adesivos são compostos por monômeros resinosos ácidos que simultaneamente desmineralizam e infiltram os tecidos dentais (Carvalho et al.² 2004).

Atendendo à demanda por sistemas mais simplificados, os adesivos convencionais também podem ser encontrados na forma de aplicação de 2 passos, em que a aplicação do condicionamento ácido de forma isolada foi mantida, seguida

pela aplicação de uma única solução denominada primer/adesivo (Carvalho et al.² 2004). Ainda que estes sistemas sejam denominados “simplificados” e propiciem maior economia de tempo para o paciente e o clínico, suas formulações são quimicamente mais complexas, devido à necessidade de incorporação de maiores quantidades de solventes e diluentes na porção do adesivo, de maneira a torná-lo compatível com a técnica de hibridização da dentina (Carvalho et al.² 2004). Esta tendência de procedimentos adesivos com aplicações de forma simplificadas não garante igual ou maior efetividade de união quando comparados aos adesivos de três passos, que ainda respondem melhor às pesquisas clínicas e laboratoriais (Manhart et al.⁵ 2001, Van Meerbeek et al.¹ 2003, Peumans et al.⁶ 2005).

Os adesivos convencionais requerem a manutenção de certa quantidade de água na superfície da dentina, previamente à aplicação do adesivo (Kanca⁷ 1992, Gwinnett⁸ 1992). A função da água nesse instante é evitar o colapso da matriz orgânica, mantendo os espaços interfibrilares em condição de expansão para favorecer a infiltração da resina adesiva (Carvalho et al.⁹ 1996). A quantidade ideal de água a ser deixada na superfície dentinária previamente à aplicação do sistema adesivo é uma das possíveis causas de falha adesiva (Tay et al.¹⁰ 1996), visto que esta quantidade varia de acordo com o tipo de solvente (acetona, etanol ou água) presente no sistema adesivo utilizado (Reis et al.¹¹ 2003).

O excesso de água na superfície dentinária atua como uma barreira física, a qual impede a correta infiltração do sistema adesivo (Carvalho et al.² 2004, Loguercio, Reis³ 2006) e pode ser responsável pela diluição do material, gerando uma maior dificuldade na polimerização e conversão de monômeros em polímeros (Tay et al.¹⁰ 1996, Paul et al.¹² 1999) e resultando também em severa nanoinfiltração (Hashimoto et al.¹³ 2006). Por outro lado, quando uma secagem excessiva do substrato dentinário é realizada, há um colapamento das fibras colágenas, reduzindo a permeabilidade dos monômeros hidrofílicos (Hashimoto et al.¹³ 2006); o adesivo aplicado na seqüência penetra apenas superficialmente ao redor dos túbulos dentinários, com taxa de impregnação na camada híbrida em torno de 50% menor do que na técnica úmida (Hashimoto et al.¹⁴ 2002) e menores valores de resistência de união são obtidos quando comparados a um substrato mais úmido (Reis et al.¹¹ 2003).

De forma geral, os adesivos convencionais são considerados sensíveis tecnicamente, principalmente, devido à dificuldade de interpretação da adequada

umidade de superfície dentinária, da correta evaporação do solvente e modo de aplicação desses sistemas (Carvalho et al.² 2004). Outra desvantagem com relação aos adesivos convencionais é a possível discrepância entre a profundidade de desmineralização promovida pelos ácidos e a extensão de penetração dos adesivos na camada de dentina desmineralizada (Tay et al.¹⁰ 1996, Hashimoto et al.¹⁴ 2002).

Entretanto, existem algumas alternativas clínicas que podem ser empregadas para melhorar o desempenho dos adesivos convencionais. Uma delas é a aplicação ativa do adesivo na superfície dentinária (Miyazaki et al.¹⁵ 1996, Jacobsen, Soderhölml¹⁶ 1998, Dal-Bianco et al.¹⁷ 2006), que pode acelerar a evaporação dos solventes presentes nos sistemas adesivos e da água residual presente na superfície dentinária, além de permitir uma maior infiltração dos monômeros na dentina desmineralizada, o que indiretamente pode contribuir para a formação de um polímero mais resistente e estável hidroliticamente.

Para as mensurações das propriedades elásticas e plásticas dos materiais em regiões muito pequenas como na interface de união resina-dentina, um teste denominado nanoindentação pode ser utilizado (Van Meerbeek et al.¹⁸ 1993). Com um aparelho nanoindentador, controlado por computador, indentações com poucos micrômetros de diâmetro e com cargas em mili-Newtons podem ser realizadas. Diferentemente dos testes convencionais de micro-dureza, nos quais a área remanescente da indentação após o descarregamento é opticamente determinada, a profundidade da indentação é monitorada *in situ* durante o carregamento e descarregamento, então a dureza e o módulo de elasticidade pode ser calculada da curva de deslocamento de carga gerada automaticamente pelo computador do aparelho nanoindentador, e não é influenciado por informação visual (Van Meerbeek et al.¹⁸ 1993).

Desta maneira, o presente estudo visa avaliar as propriedades mecânicas de dureza e módulo de elasticidade na interface de união dentina-resina formada por adesivos convencionais de 2 passos à base de acetona e à base de água/etanol, em função de diferentes formas de aplicação e em diferentes condições de umidade dentinária, utilizando a técnica de nanoindentação.

2 REVISÃO DE LITERATURA

2.1 SUBSTRATO DENTINÁRIO

A adesão de materiais restauradores ao substrato dentinário é diretamente influenciado pelas diferentes características físicas e estruturais da dentina, como sua permeabilidade, grau de umidade e área de dentina intertubular e peritubular que participam da interface de união.

Garberoglio e Brännstrom¹⁹ (1976) realizaram um estudo por microscopia eletrônica de varredura (MEV) para avaliar a composição e morfologia da dentina coronária em função da idade e distância da polpa. Dentes humanos permanentes (24 pré-molares, 5 molares e 1 incisivo) foram utilizados no estudo. Dezesesseis dentes foram obtidos de pacientes com 8 a 25 anos de idade e os outros quatorze dentes de pacientes com 40 a 60 anos de idade. Todos os dentes foram fixados em 10% de formalina imediatamente após a extração. Sete dos dentes foram fraturados com fórceps após congelamento em nitrogênio líquido ou propano por 2 minutos e então desidratados. Em 23 dentes, a cúspide vestibular ou a parte oclusal da coroa foi demarcada nos dois lados por uma ranhura feita com roda de diamante. Treze dos vinte e três dentes também foram fraturados longitudinalmente através do centro da superfície oclusal. Na extremidade entre as duas superfícies fraturadas, os túbulos foram fotografados em várias distâncias da polpa. A distância da polpa para a área estudada foi mensurada no MEV e com microscopia ótica de luz refletida. Nos outros dentes, a distância da área estudada por meio do MEV até a polpa foi mensurada em várias sessões descalcificadas através da polpa, ao longo de uma linha estudada por MEV na superfície fraturada. Perto da polpa o número de túbulos por milímetro quadrado foi 45.000 e com diâmetro de 2,5 µm; no meio da dentina havia 29.500 túbulos por mm², com diâmetro de 1,2 µm; na periferia os valores correspondentes foram 20.000 túbulos por mm² com diâmetro de 0,9 µm. O volume dos túbulos na dentina coronal foi calculado como 10% do volume total de dentina coronal. Não foram encontradas grandes diferenças entre dentes velhos e jovens. O diâmetro dos túbulos aumentou consideravelmente nas superfícies fraturadas descalcificadas, devido à total remoção da dentina peritubular. Valores prévios

baseados em cada sessão não são válidos e processos odontoblásticos foram vistos apenas nos túbulos próximos da polpa.

Kanca⁷ (1992) realizou um estudo para examinar o efeito da variável secagem dentinária na resistência de união ao micro-cisalhamento da versão de condicionamento total do sistema adesivo dentinário All Bond (Bisco, EUA). Sessenta molares humanos extraídos foram selecionados para este estudo. 50 destes dentes foram lixados para expor a superfície dentinária e divididos aleatoriamente em 5 grupos para os procedimentos experimentais. Um sexto grupo de 10 dentes molares foi lixado para expor a superfície oclusal do esmalte para adesão. No grupo 1, a superfície dentinária foi seca com ar comprimido, livre de óleo por 5 s. O ácido fosfórico 10% em gel (All-Etch / Bisco, EUA) foi aplicado na dentina por 20 s, removido e lavado com jato de água por 10 s. A superfície dentinária foi seca por 10 s com a máxima pressão de uma seringa de ar, numa distância de aproximadamente 2 cm. Uma gota do primer A e uma gota do primer B foram misturadas e aplicadas na dentina. Quatro gotas foram aplicadas consequentemente sem secagem entre as aplicações. A dentina com primer (misturado) foi deixada parada por 10 s e completamente seca com ar (comprimido) por 5 s para remover qualquer remanescente volátil. Uma uniforme camada de adesivo sem carga foi aplicada e fotopolimerizada por 20 s. Esta não foi afinada por ar. Com um molde de teflon de 2,5 mm de espessura e com uma matriz cilíndrica de 4 mm de diâmetro, um único incremento de resina composta Bisfil (cor universal / Bisco, EUA) foi colocado sobre a dentina tratada e fotopolimerizado por 40 s. No grupo 2, os dentes foram tratados similarmente aos dentes do grupo 1, exceto que, após lavagem do ácido, a dentina foi seca por apenas 3 s. No grupo 3, após o condicionamento ácido e lavagem da dentina, apenas o excesso de água foi removido da superfície dentinária. Esforços foram feitos para não movimentar os fluídos presentes nos túbulos. A superfície da dentina foi intencionalmente deixada úmida, brilhante com a umidade. A mistura do primer A e B foi imediatamente aplicada em 4 consecutivas gotas. A superfície não foi seca entre as aplicações. No grupo 4, o condicionamento ácido foi realizado com um ácido gel de 37% por 15 s na dentina e o tempo de secagem foi de 10 s. No grupo 5, os dentes foram tratados conforme o grupo 4, exceto que após o condicionamento ácido a dentina foi mantida úmida. No grupo 6 a superfície foi acabada com lixa de carbeto de silício #320. O esmalte foi tratado com

um gel de ácido fosfórico 37% por 15 s, lavado e secado. Uma gota de cada primer A e B foram misturadas e aplicadas na superfície do esmalte em 4 consecutivas gotas, permaneceram por 15 s e depois foram gentilmente secas para remover os remanescentes voláteis. Então, uma camada uniforme de adesivo foi aplicada e fotopolimerizado por 20 s e a resina composta foi unida ao dente conforme o grupo 1. Este jogo de espécimes de esmalte foi incluído para comparar com a resistência dos espécimes de dentina. As matrizes foram removidas de cada dente, e o dente foi armazenado por 24 h em água a 37°C. Testes de micro-cisalhamento foram realizados com uma máquina universal Instron com velocidade de 5 mm/min. A superfície dentinária úmida exibiu resistência de união significativamente maior do que as dentinas secas. Isso sugere que, devido ao único comportamento da mistura primer-resina, a superfície dentinária é adaptada muito mais minuciosamente e intimamente quando a superfície estiver úmida.

Pashley et al.²⁰ (1993) fizeram um estudo para comparar a subestrutura da dentina fraturada, coberta por uma camada de esfregaço (*smear layer*) antes e após o condicionamento ácido utilizando microscopia eletrônica de varredura (MEV) e identificar a porosidade na dentina que permite a infiltração da resina durante a adesão dentinária. Os espécimes foram preparados de terceiros molares humanos. As superfícies cobertas por *smear layer* foram preparadas na metade do mesmo espécime fraturado. Dois fragmentos retangulares, um da região fraturada e um da área com *smear layer*, foram removidos da superfície com uma serra diamantada (Isomet / Buehler, EUA). Estes pares de fragmentos foram etiquetados para permitir a comparação dos efeitos dos diferentes tratamentos no mesmo espécime dentinário. Três fragmentos preparados foram nomeados para os seguintes grupos de tratamento: grupo 1, 2, 3 e 4. O grupo 1 consistia de dentina, metade da porção condicionada por ácido e deixada úmida antes da fixação. O grupo 2 consistia de dentina, metade da porção condicionada por ácido, entretanto era secada por ar antes da fixação. No grupo 3, a dentina estava coberta por *smear layer*, metade da porção condicionada por ácido e deixada úmida antes da fixação. No grupo 4 a dentina estava coberta por *smear layer*, metade da porção condicionada por ácido e secada com ar antes da fixação. Todos os fragmentos foram fraturados transversalmente antes de serem secos até o ponto crítico em um

dispositivo Balzers CPD e metalizados com ouro. Eles foram finalmente examinados em microscópio eletrônico de varredura. Os espécimes de dentina do grupo 1 exibiram orifícios tubulares abertos, rodeados por matriz de dentina peritubular de aproximadamente 1 μm de espessura. O condicionamento ácido da dentina fraturada produziu significantes mudanças na dentina, alargando o orifício dos túbulos para um diâmetro de aproximadamente 3 μm , devido à perda de massa da dentina peritubular. Quando os espécimes fraturados condicionados por ácido foram novamente fraturados (pós-tratamento) para revelar detalhes da subsuperfície, a matriz dentinária abaixo da superfície pareceu ser mais porosa. A profundidade de desmineralização da matriz dentinária foi de aproximadamente 5 μm quando todos os espécimes condicionados por ácido foram comparados. Os espécimes condicionados por ácido e secos (grupo 2) pareceram ter uma crosta mais grossa de colágeno condensado e colapsado do que os espécimes que não foram secados. Quando os espécimes do grupo 3 (cobertas por *smear layer*) foram observados em MEV, a superfícies pareceu consistir de uma crosta grossa de sujeiras do corte que ocultaram a matriz dentinária subjacente. Quando as metades do grupo 3 condicionadas por ácido foram examinadas, os orifícios dos túbulos se tornaram aparente por causa da remoção da *smear layer* e muitos dos *smear plugs*. O tratamento ácido removeu a *smear layer*, os *smear plugs* e toda dentina peritubular numa profundidade de aproximadamente 5 a 7 μm na dentina intertubular, revelando as fibras colágenas desmineralizadas na matriz dentinária. Os espécimes do grupo 4 (*smear layer*, condicionada por ácido e seca com ar) revelaram perda de massa da *smear layer* e muitos dos *smear plugs* com algumas rachaduras de superfície. Quando estes espécimes do grupo 4 foram submetidos ao pós-teste de fratura, eles exibiram uma camada relativamente sem poros, amorfa no topo da matriz dentinária. A desmineralização se estendeu 5 a 10 μm para dentro da superfície. Desta forma, a permeabilidade da dentina aos agentes adesivos é de crucial importância na obtenção de boa adesão com a dentina. A infiltração de resina no interior da dentina intertubular pode ocorrer se a fase mineral de dentina for removida por condicionamento ácido ou por queladores. Isso é mais facilmente realizado em dentina fraturada do que em dentina coberta por *smear layer* devido aos remanescentes de colágeno que permanece na superfície depois do condicionamento ácido da *smear layer*. Os canais para infiltração de resina são

espaços criados ao redor das fibras colágenas da dentina sem apatita, removidas por ácido.

Hashimoto et al.¹⁴ (2002) realizaram um estudo por meio de metodologias combinadas de fractografia e análise espectroscópica por laser-Raman para avaliar a união resina-dentina feita com a técnica de adesão seca e úmida. Vinte dentes pré-molares humanos não cariados foram utilizados no estudo. A superfície dentinária plana foi preparada da porção coronal média dos dentes, que foram desgastadas com lixa de carbetto de silício #600 em condições úmidas por 30 s. Dois adesivos à base de acetona: One Step (Bisco, EUA) e Prime & Bond NT (Dentsply, EUA) foram avaliados no estudo. Para a técnica úmida de adesão, as superfícies de dentina foram preparadas com condicionamento ácido por 15 s (Uni-Etch, ácido fosfórico 32%, Bisco para o grupo do One Step ou Conditioner 36, ácido fosfórico 36%, Dentsply para o grupo Primer & Bond NT). O ácido foi lavado com jato de água. O excesso de água da superfície dentinária foi removido com uma bolinha de algodão, deixando a superfície visivelmente úmida. Pelo menos 2 gotas consecutivas de adesivo foram aplicadas e fotopolimerizadas por 10 s com um fotopolimerizador (Curing Light XL 3000 / 3M, EUA). Na seqüência, 6 incrementos de 1 mm de resina composta foram construídos e fotopolimerizados por 60 s cada incremento. Para a técnica seca de adesão, as superfícies dentinárias condicionadas por ácido foram secas por 5 s com ar comprimido livre de óleo de uma seringa tríplice, com a ponta a 10 cm da superfície dentinária. Os seguintes procedimentos de união foram conduzidos como descrito previamente. Testes de micro-tração foram realizados, e as superfícies fraturadas de todos os espécimes foram examinadas por MEV e um analisador de imagens. A quantidade de infiltração de resina dentro da camada híbrida foi quantificada por meio de espectroscopia de laser-Raman. Nesta análise, a quantidade de impregnação de resina dentro da camada híbrida com a técnica seca de adesão foi significativamente menor (aproximadamente 50%) do que com a técnica úmida de união. Houve significativa diferença na resistência de união do One Step com a técnica úmida ($55,1 \pm 12,3$ MPa) em comparação à técnica seca ($11,9 \pm 5,6$ MPa). Entretanto, não houve diferenças significantes entre a técnica úmida ($39,1 \pm 21,1$ MPa) e a técnica seca ($32,7 \pm 17,9$ MPa) para o adesivo Prime & Bond NT. Sob análise fractográfica, uma correlação foi encontrada entre a resistência de união e o modo de falha. Baseado

nestes resultados, os autores sugerem que a integridade entre o adesivo e o topo da camada híbrida representa um maior papel na resistência de união.

Pioch et al.²¹ (2002) avaliaram o grau de nanoinfiltração na interface compósito-dentina de cavidades Classe V restauradas com três agentes de união usando a técnica seca e úmida. Cavidades padronizadas Classe V (3 x 3 e 2 mm de profundidade) foram preparadas em 66 molares humanos com as margens cervicais localizadas em dentina. Os dentes foram aleatoriamente selecionados usando 3 diferentes agentes de união (Scotchbond 1 [Single Bond] / 3M Dental, Gluma CPS / Heraeus kulzer e Prime & Bond NT / Dentsply) e 2 diferentes procedimentos de secagem (n=11 por grupo). Todas as superfícies dentinárias foram condicionadas com ácido fosfórico em gel por 15 s. Exceto para os procedimentos de secagem da dentina, as instruções do fabricante foram seguidas na aplicação dos agentes de união e dos seus correspondentes materiais compósitos. No caso da técnica úmida de união, o excesso de água foi removido por 1 a 2 s de leve jato de ar, mantendo assim uma uniforme aparência lustrosa da superfície da dentina. Para a técnica seca, a dentina foi secada com um suave jato de ar por 30 s até a superfície assumir uma aparência de calcário. Os dentes restaurados foram armazenados em solução de 1% Rodamina-B por 24 h a 20°C, lavados com água, embebidos em metacrilato e seccionados paralelamente ao longo eixo dos dentes, separando as restaurações em duas partes. Um microscópio laser confocal foi usado para visualizar a camada de 10 µm abaixo da superfície preparada de cada sessão. O comprimento de penetração da tinta foi mensurado, representando a quantidade de nanoinfiltração. Diferenças na nanoinfiltração entre os materiais testados foram demonstrados ser estatisticamente significante. O efeito da secagem teve influência significante em ambos os materiais a base de acetona ou a base de álcool, mas não em relação aos materiais a base de água. O sistema a base de acetona resultou nos menores graus de penetração ($69 \pm 24 \mu\text{m}$). Os maiores valores foram encontrados nos materiais a base de água ($293 \pm 96 \mu\text{m}$). Para o Scotchbond 1 e Prime & Bond NT, a secagem da dentina levou a um aumento estatisticamente significante na nanoinfiltração. Para o Gluma CPS, não foram encontradas diferenças significantes entre os procedimentos úmidos ou secos. Assim, os autores concluem que a secagem da dentina pode ter influência na nanoinfiltração, dependendo do tipo de agente de união.

Hashimoto et al.¹³ (2006) realizaram um estudo para avaliar a resistência de união a microtração, permeabilidade de água e nanoinfiltração da união resina-dentina feita com dois adesivos que preconizam o condicionamento ácido total (*total-etch*) usando a técnica úmida de união, comparando dois erros muito comuns da técnica úmida (secagem excessiva da dentina ou remoção incompleta do solvente do adesivo). Terceiros molares humanos livres de cáries foram utilizados no estudo. Cada dente foi seccionado perpendicularmente ao seu longo eixo usando discos diamantados (Isomet, Buehler, EUA) com água, para expor uma superfície de união plana na dentina média coronal. Cada superfície de dentina foi desgastada com lixa d'água #600 com água corrente por 30 s apenas antes da adesão. Dois adesivos convencionais (Excite [EX] / Ivoclar Vivadent, Liechtenstein e OptiBond Solo Plus [OP] / Kerr, EUA) foram utilizados no estudo. As superfícies de dentina foram condicionadas com ácido fosfórico (37% para o EX e 37.5% para o OP) por 15 s e lavados com jato água corrente por 10 s. Para o grupo controle, foi usada a técnica úmida de adesão, na qual o excesso de água foi removido com um algodão absorvente, deixando a superfície dentinária visivelmente úmida. Cada adesivo foi aplicado em toda a dentina e o solvente foi removido por um leve jato de ar por 10 s à distância de 1 cm da superfície de união, a fim de criar uma camada de adesivo levemente brilhante. Duas gotas consecutivas de cada adesivo foram usadas com evaporação do solvente feita após a aplicação de cada gota de adesivo. Para o subgrupo de adesão Seca, a dentina condicionada por ácido foi seca por 10 s com ar comprimido livre de óleo e com a ponta da seringa à distância de 1 cm da superfície dentinária. Os passos seguintes da adesão foram feitos conforme o grupo controle, inclusive a evaporação do solvente. Para o subgrupo de Não Evaporação, a técnica úmida de adesão foi realizada como descrita previamente no grupo controle. Duas gotas do adesivo foram também aplicadas, mas intencionalmente, sem a evaporação do solvente entre as aplicações de cada gota de adesivo. Para cada aplicação, o excesso de adesivo foi removido da dentina com algodão absorvente. Após a aplicação final, a camada de adesivo foi fotopolimerizada por 10 s para todos os grupos. Cinco incrementos de resina composta (AP-X / Kuraray, Japão) de 1 mm de espessura foram construídos em cada espécime e individualmente fotopolimerizados por 60 s. Foram realizados testes de micro-tração, avaliação da permeabilidade dos adesivos dentinários e

avaliação da nanoinfiltração por microscopia eletrônica de transmissão (MET). Para ambos adesivos, a resistência de união do grupo controle (técnica úmida) foi significativamente maior do que os outros grupos ($P < 0,05$). Para todos os grupos, a alta permeabilidade inicial da interface resina-adesivo diminuiu significativamente ($p < 0,05$) após 24 h. As permeabilidades ao movimento de fluido foram similares no grupo Controle e no subgrupo Seco de adesão usando ambos adesivos, enquanto que foram significativamente maiores ($p < 0,05$) para o subgrupo de Não Evaporação, imediatamente e após 24 h. Extensiva impregnação de prata dentro da camada híbrida foi observada por MET nos espécimes Não Evaporado e Seco, após 24 h. Adesão pela técnica Seca causou colapso da matriz de colágeno e interferiu na infiltração de resina. Em contraste, inadequada evaporação de solvente e/ou água residual durante a adesão à dentina, resultou em diluição ou incompleta polimerização do adesivo, resultando em severa nanoinfiltração.

Kenshima et al.²² (2006) realizaram um estudo para avaliar qualitativamente o efeito condicionante, os prolongamentos resinosos e a camada híbrida de sistemas adesivos auto-condicionantes de diferentes acidez e um adesivo convencional de 3 passos aplicados em uma camada fina e grossa de esfregaço (*smear layer*). Vinte e sete terceiros molares humanos não cariados e previamente desinfetados em solução 0.5% de cloramina foram utilizados no estudo. O terço oclusal foi removido e os dentes foram longitudinalmente seccionados com uma máquina de corte Labcut 1010 (Extex Corp., EUA) na direção vestibulo-lingual em duas metades (54 unidades experimentais, $n=3$). Uma metade foi asperizada com lixa de carvão de silício umedecida de granulação 60 por 60 s para formar a camada de esfregaço grossa, e a outra metade com lixa umedecida de granulação 600 para formar a camada de esfregaço fina. Imediatamente após, para a mensuração da espessura da camada de esfregaço, os espécimes foram fixadas em solução de 2.5% de glutaraldeído numa solução tampão de cacodilato de sódio 0,1 M ($pH=7,4$) por 12 h a 4°C, lavados com solução de cacodilato de sódio 0,2 M por 1 h com três trocas da solução, seguidos por lavagem em água destilada por 1 min. Foram então desidratados em graus ascendentes de etanol: 25% (20 min); 50% (20 min); 75% (20 min); 95% (30 min); 100% (60 min) e transferidos para secagem em solução de HMDS por 10 min. Posteriormente, os espécimes foram clivados e recobertos com ouro para serem observados em microscópio eletrônico de

varredura, em 10 pontos igualmente espaçados com o auxílio de um *software* UTHSCSA Image Tool, Version 3.0 (University of Texas Health Science Center, San Antonio, Texas). Os procedimentos restauradores para a avaliação dos prolongamentos resinosos e da camada híbrida foram realizados com 3 adesivos auto-condicionantes: Clearfil SE Bond (SE) – acidez fraca (Kuraray Medical, Japão), Optibond Solo primer autocondicionante + Optibond Solo Plus (SO) – acidez intermediária (Kerr, EUA) e Tyrian SPE + One-Step Plus (TY) – acidez forte (Bisco, EUA). Além destes, um sistema adesivo convencional de três passos também foi incluído como grupo controle: ScotchBond Multi-Use Plus (MP) (3M ESPE, EUA). Todos adesivos foram aplicados de acordo com as recomendações do fabricante por um mesmo operador e fotoativados com aparelho VIP (Bisco, EUA) com intensidade de 600 mW/cm². A porção coronária foi feita com resina composta Z250 (3M ESPE, EUA) por meio de 3 porções de cerca de 1 mm de altura, fotoativados individualmente por 30 s. Os espécimes dos prolongamentos resinosos foram imersos em HCl (6 N) e em NaClO (1%) até a completa remoção da dentina. Foram lavados e secos por 24 h antes da metalização com ouro e observação em MEV. Os espécimes da camada híbrida foram embebidos em resina epóxica e polidos com lixas de carbetto de silício e discos de feltro com pastas diamantadas de decrescente abrasividade. Após lavagem ultra-sônica em água destilada por 5 min, os espécimes foram desmineralizados em HCl 6 N por 30 s e desproteinizados em NaOCl 1% por 10 min para revelar a camada híbrida e serem observados em MEV. Para a avaliação do efeito condicionante, após a aplicação do primer auto-condicionante, os espécimes foram enxaguados com uma sequência de banho de acetona (5 min), água destilada (5 min), banho em álcool 96% (5 min) e água destilada (5 min). Após isto, foram processados e analisados em MEV. A espessa camada de esfregaço não foi removida totalmente pelo primer auto-condicionante de fraca acidez. Os prolongamentos resinosos variaram em densidade e formato entre os adesivos auto-condicionantes. Camadas híbridas mais espessas foram observadas para o adesivo auto-condicionante de forte acidez e para o adesivo convencional de 3 passos. Desta forma, os autores concluem que o adesivo convencional de 3 passos apresentou a camada híbrida mais espessa e foi o único adesivo a produzir prolongamentos odontoblásticos em alta densidade e com distribuição uniforme ao longo da superfície dentinária, independentemente da espessura da camada de esfregaço.

Reis et al.²³ (2007) fizeram um estudo para determinar o efeito da umidade dentinária na resistência de união resina-dentina e nanoinfiltração por nitrato de prata de um adesivo a base de água/etanol (Single Bond [SB]), um a base de acetona (One Step [OS]) e um adesivo a base de água (Syntac Single Component [SC]) logo após a adesão e após 2 anos de armazenagem em água. Quarenta e cinco terceiros molares humanos livres de cárie foram utilizados no estudo. Os dentes foram desinfetados em cloramina 0.5% e armazenados em água destilada. Uma superfície plana de dentina foi exposta após abrasão do esmalte oclusal do dente com lixa de carbeto de silício #180. A superfície exposta foi polida com lixa de carbeto de silício #600 por 60 s com água para padronizar a *smear layer*. Após o condicionamento ácido com os respectivos ácido de cada sistema adesivo, as superfícies foram lavadas com água destilada por 20 s e posteriormente secadas por 30 s com ar comprimido livre de óleo. Os adesivos foram aplicados sobre a superfície que foi deixada ou seca (0 µl de água) ou reumedecida por 10 s com diferentes quantidades de água destilada (2,5 ou 4,0 µl) pipetadas na superfície. Os adesivos foram fotopolimerizados pelo respectivo tempo recomendado pelo fabricante. Incrementos de 1 mm de resina composta (Z250 / 3M ESPE, EUA) foram construídos na superfície de união e individualmente fotopolimerizados por 30 s. Cinco dentes foram utilizados para cada combinação de sistema adesivo e umidade de superfície. Após o armazenamento dos dentes restaurados em água destilada a 37°C por 24 h, eles foram cortados longitudinalmente através da interface de união com uma serra diamantada para obtenção de 30 palitos por dente, com área de aproximadamente 0,8 mm². O número de palitos perdidos durante a preparação dos espécimes foi anotado. Os palitos originados do mesmo dente foram aleatoriamente divididos e anotados para serem testados imediatamente ou após 24 meses de armazenagem em água destilada contendo 0,4% de azida sódica a 37°C. Em cada período de tempo, metade dos espécimes foi dividida para serem testados por micro-tração e a outra metade foi examinada morfológicamente por MEV. Nenhum palito do adesivo SC sobreviveu após 24 meses de armazenagem por isso, não foram incluídos na análise estatística. Enquanto o SB obteve maiores valores de resistência de união em 0 e 2,5 µl de água, a resistência de união para o adesivo OS foi maior em 2,5 e 4,0 µl de água no tempo imediato. Após 2 anos de armazenagem em água, redução

significante na resistência de união foi observada para os adesivos SB e OS quando as condições de umidade eram secas (0 µl) ou muito úmidas (4 µl). Reduções não significantes foram observadas em condições úmidas (2,5 µl) em consideração aos sistemas adesivos empregados. O menor percentual de penetração de nitrato de prata ocorreu em condições úmidas para o SB e OS. A penetração de nitrato de prata no período imediato foi similar para todas as condições de umidade, em consideração aos adesivos utilizados. Após 2 anos, o grau de infiltração aumentou, entretanto esse acréscimo foi menor quando o grau de umidade era 2,5 µl de água. Dessa forma, os autores concluíram que altos valores de resistência de união e baixos valores de penetração de nitrato de prata foram observados para os espécimes imediatos, de todos adesivos testados. Com a superfície úmida, a redução da resistência de união e aumento da infiltração de nitrato de prata foi menos pronunciada do que em superfícies secas ou muito úmidas, entretanto isso não evitou o processo de degradação que as interfaces dos adesivos estão propensas.

2.2 SISTEMAS ADESIVOS

Buonocore²⁴ (1955) descreveu um método para melhorar a adesão das resinas acrílicas à estrutura dental. O estudo consistiu em tratar a superfície do esmalte como uma diluição de ácido fosfomolibdato oxálico 50%, contendo tungstênio de sódio, juntamente com uma solução de ácido oxálico 10%, aplicando uma gota e friccionando-a no esmalte, por 30 s, logo após lavagem e secagem com ar. A segunda substância testada foi ácido fosfórico 85% aplicado da mesma forma descrita. Dentes humanos extraídos foram tratados com as duas soluções, ocorrendo um aumento da adesão nas superfícies de esmalte tratadas. Realizaram testes *in vivo* onde as superfícies em esmalte da face vestibular de incisivos e pré-molares superiores e inferiores de pacientes voluntários foram submetidas ao tratamento com ácido e restauradas com cimento de silicato. Os resultados mostraram que a adesão dos cimentos de silicato à estrutura dental foi maior, quando utilizado o ácido fosfórico 85%. O condicionamento ácido promoveu uma alteração física e química da superfície, aumentando a capacidade de adesão, favorecendo um contacto mais íntimo entre a resina e o esmalte.

Bowen²⁵ (1963) estudou as propriedades de um polímero reforçado com sílica para as restaurações dentais, relatando que a incorporação de pó de sílica tratado com vinilsilano ao polímero orgânico melhora as propriedades do material, destacando que as resinas com reforço possuem características mais parecidas com os tecidos dentários do que as resinas sem reforço. No estudo, foi possível reunir uma resina epóxica com uma resina acrílica, obtendo o Bisfenol A glicidilmetacrilato (Bis-GMA) que forma a parte orgânica da resina composta. Para reforçar o polímero orgânico utilizou-se partícula de vidro de sílica de tamanho aproximadamente de 150 μm , de forma irregular, tratadas superficialmente com silano vinílico. Concluiu-se que a incorporação da carga inorgânica tratada com silano vinílico reforça o polímero, resultando em propriedades semelhantes à estrutura dental, diminuindo a contração de polimerização e o coeficiente de expansão térmica, aumentando a resistência à compressão, assim como o módulo de elasticidade. Esse novo material apresentava baixa solubilidade em meio úmido. A mesma resina reforçada com sílica sem o tratamento com silano obteve propriedades inferiores depois de imersão em água.

Nakabayashi et al.⁴ (1982) realizaram uma pesquisa com o objetivo de avaliar a importância da penetração de monômeros no substrato dentinário. Foram utilizados dentes bovinos e espécimes de esmalte e dentina de dentes humanos, todos recém extraídos, os quais foram desgastados com papéis abrasivos de granulação até 800. Os corpos-de-prova foram condicionados com uma mistura aquosa de 1% de ácido cítrico – 1 % de cloreto férrico (1:1) ou 10% de ácido cítrico – 3% de cloreto férrico (10:3) por 30s e lavados com água. Monômeros MMA sozinho (I), ou 5% de 4-META em MMA (II), e parcialmente oxidado com TBB (TBB-0, 0,005 g) foram agitados e então misturados com 0,1 g de Poli(metil metacrilato) (PMMA) em pó para preparar o cimento. Uma barra cilíndrica de acrílico de 5,0 mm de diâmetro foi fixada perpendicularmente às superfícies condicionadas da dentina ou do esmalte com a pasta de cimento. Os corpos de prova foram armazenados em água a 37°C por 24 h e então posicionados na máquina de tração, que mensurou a resistência de união numa velocidade de 2,0 mm/min. Os espécimes foram imersos alternativamente em dois banhos de água a 4°C $\pm$ 1°C e 60°C $\pm$ 2°C para o teste de percolação (permeabilidade). Espécimes de dentina humana foram condicionados com solução aquosa de 1:1 ou 10:3 para serem analisados por meio de Microscopia

Eletrônica de Varredura. Os autores observaram que a solução de 1:1 não condicionou o esmalte de maneira tão efetiva quanto à 10:3. A análise microscópica demonstrou que a superfície dentinária condicionada com a solução aquosa de 1:1 ficou com alguns detritos nos túbulos dentinários, fato que não foi observado quando a solução aquosa 10:3 foi utilizada. Para os espécimes tratados com 4-META e TTB-0, a resistência adesiva foi de 18 MPa. Nos espécimes tratados com MMA e Benzoil Peróxido Amina foi de 5 MPa. Os autores concluíram que a preparação dos monômeros, tendo ambos grupos hidrofílicos e hidrofóbicos que promovem adesão com o substrato dentário por penetração e infiltração, é um novo conceito em materiais biocompatíveis para o uso dentário. A penetração dos monômeros dentro dos tecidos, seguidos de polimerização representa um mecanismo pelo qual a concentração de tensão assim como o modo de falha podem ser evitados. Isto é especialmente verdadeiro para as interfaces dos tecidos duros com os materiais.

Miyazaki et al.¹⁵ (1996) determinaram a influência do método de aplicação e do tempo de evaporação do primer de sistemas adesivos convencionais de 3 passos na resistência de união com a dentina humana. Dois sistemas adesivos convencionais de 3 passos: Imperva Bond (Shofu, Japão) e Scotchbond Multi-Purpose (3M, EUA) foram utilizados no estudo. Molares humanos extraídos foram armazenados em formalina 10%, que foi removida por várias lavagens em água corrente previamente ao experimento. As raízes dos dentes foram seccionadas utilizando uma broca carbide em uma peça de alta rotação. As superfícies vestibulares foram desgastadas com lixas de carbetto de silício, de granulação 240 na presença de água, para se obter uma superfície plana. Cada dente foi embebido em resina acrílica com polimerização fria. O acabamento final da superfície foi realizado com lixa úmida de granulação 600. Após limpeza ultra-sônica com água destilada por 3 min para remover as sujeiras, as superfícies foram lavadas e secadas com ar comprimido livre de óleo. A superfície dentinária foi condicionada com ácido fosfórico por 10 s para o Imperva Bond e 15 s com ácido maleico para o Scotchbond Multi-Purpose. Estas superfícies foram lavadas e secadas com ar comprimido. Dois experimentos foram designados para o estudo da influência do método de aplicação do primer na resistência de união com a dentina: (1) Efeito do procedimento de aplicação: O primer dentinário foi apenas aplicado (Aplicação Inativa) ou foi aplicado e agitado por um aplicador (Aplicação Ativa), por 30 s para o

Imperva Bond e 10 s para o Scotchbond Multi-Purpose; e (2) Efeito do tempo de evaporação por ar: O primer foi aplicado na superfície dentinária de acordo com o fabricante e na seqüência, a dentina foi seca com ar comprimido livre de óleo de uma seringa tríplice (40 psi) por 0, 5, 10, 20 e 30 s a 10 cm de distância da superfície. Um molde cilíndrico de teflon com 2 mm de altura e 4 mm de diâmetro foi utilizado para formar e segurar a resina composta na superfície dentinária. Após inserir a resina no molde, a mesma foi fotopolimerizada por 40 s. Os espécimes restaurados foram armazenados em água deionizada a 37°C por 24 h. Dez espécimes por grupo foram testados no modo de cisalhamento. Para ambos os sistemas restauradores, os valores de resistência de união para aplicação ativa foram maiores do que os valores para a aplicação inativa, mas não houve diferenças estatisticamente significantes para as duas médias de valores. Com relação ao tempo de evaporação por ar, a máxima resistência de união ao cisalhamento foi obtida com 20 s para o Imperva Bond e com 5 s para o Scotchbond Multi-Purpose. Para o sistema adesivo Imperva Bond a variação de 10-30 s de evaporação do solvente pareceu ser o ideal e para o Scotchbond Multi-Purpose o ideal pareceu ser de 1-5 s. Observando os espécimes fraturados, os autores concluem que a aplicação ativa assegura a penetração do primer no interior da dentina condicionada. A reação de polimerização dos agentes de união pode ser inibida pela presença de primer inadequadamente evaporado, da mesma forma que dessecar a dentina após aplicação do primer pode alterar a natureza da camada híbrida. E tudo isso tende a diminuir a resistência de união. Os dados sugerem que a resistência de união dos sistemas adesivos empregados foi grandemente influenciada pelo método de aplicação do primer dentinário.

Jacobsen e Söderholm¹⁶ (1998) fizeram um estudo para avaliar a resistência de união ao teste de cisalhamento de primers a base de acetona ou a base de água, aplicados com ou sem agitação em dentina seca ou dentina úmida. Quarenta e oito pré-molares humanos extraídos, livres de cárie, armazenados em solução de cloramina 1% a 4°C foram utilizados no estudo. Previamente aos testes de adesão, os dentes foram embebidos em gesso e após 24 h uma área de dentina foi exposta na superfície oclusal por desgaste em uma máquina de polimento metalúrgico, utilizando lixas de carbetto de silício de granulação 120, 320 e 600. Os dentes foram aleatoriamente divididos em oito grupos contendo 6 espécimes em

cada. A dentina foi condicionada com ácido Orto-fosfórico por 30 s e lavada com água de torneira por outros 30 s. Finalmente seca com a utilização de filtros de papel (técnica úmida) ou com ar (técnica seca) por 3 s usando ar comprimido a 3 cm de distância e em ângulo de 45° da superfície dentinária. As soluções de primer foram misturas de HEMA com água ou acetona em concentração de 35% do volume de HEMA para 65% do volume de solvente. O primer foi aplicado na dentina e deixado por 30 s ou foi aplicado e agitado manualmente pelo mesmo período de tempo. Um jato de ar comprimido foi aplicado por 6 s na superfície contendo o primer. O adesivo foi aplicado na superfície, esta camada foi afilada com ar por 1-2 s e então fotopolimerizada por 40 s a uma distância de 5 mm da superfície. Um molde cilíndrico de teflon com diâmetro e altura de 3 mm foi segurado sobre a superfície de dentina e preenchido com dois incrementos de resina composta, individualmente fotopolimerizado por 40 s cada incremento. Os espécimes foram transferidos para água de torneira e armazenados em 37°C por 30 dias. A resistência de união foi determinada por uma máquina de teste universal (Instron Universal Testing Instrument), em velocidade de 0,5 mm/min. O primer a base de acetona obteve alta resistência de união em dentina úmida sem agitação. Quando o primer a base de acetona foi aplicado em dentina seca, ocorreu uma significativa diminuição na resistência de união ($p < 0,05$). Diferença não significativa ($p > 0,05$) foi encontrada para o primer a base de água, aplicado em dentina seca ou úmida. Os autores concluíram que alta resistência de união com a dentina pode ser obtida com primers a base de acetona, contanto que a técnica úmida seja utilizada. Concluíram também que os primers a base de água são menos sensíveis às variações de umidade da superfície, e se forem utilizados, devem ser aplicados ativamente na superfície dentinária para otimizar a resistência de união. Em contraste, primers a base de acetona não devem ser esfregados na superfície dentinária seca ou úmida.

Cho e Dickens²⁶ (2004) realizaram um estudo para investigar a hipótese de que a variação do conteúdo de acetona de uma solução simples de agente adesivo dentinário pode afetar a espessura da camada de adesivo e a resistência de união ao teste de microtração do complexo adesivo, e explorar se a espessura da camada de adesivo é correlacionada com o teste de micro-resistência de união. Adesivos experimentais foram preparados com 27, 37, 47, 57 ou 67% da fração de massa composta por acetona e foram utilizados para a adesão

da resina composta sobre a superfície oclusal dentinária de molares humanos extraídos. A espessura da camada de adesivo foi determinada por análise digital de imagem obtidas de um microscópio (Olympus BX50F; Olympus Optical Co. Ltd, Tokyo, Japão) em magnificação de 200 x. Micro-resistência de união foi mensurada após 48 h. As superfícies fraturadas foram observadas em microscópio eletrônico de varredura. Com o aumento do conteúdo de acetona, os valores de micro-resistência de união variaram de 38 MPa (67% de acetona) para o maior valor de 64 MPa (37% de acetona), enquanto que a espessura da camada de adesivo diminuiu linearmente com o aumento da concentração de acetona. Ambas as variáveis dependentes demonstraram moderada correlação inversa com o conteúdo de acetona ($p < 0,0001$), mas não correlacionaram uma com a outra ($p > 0,05$). Noventa e cinco por cento dos espécimes mostraram fraturas na camada de adesivo estendendo para as interfaces com a camada híbrida ou com a resina composta. No grupo contendo 57 e 67% de acetona, fraturas foram observadas nessas interfaces. Concluiu-se que o conteúdo de acetona afetou a espessura da camada de adesivo e os valores de micro-resistência do complexo de união. No âmbito deste estudo, concentrações baixas de acetona, devido a evaporação do solvente durante o uso clínico do agente de união, não parece diminuir a micro-resistência de união, mas principalmente aumentar a integridade da união dentina/adesivo.

Cadenaro et al.²⁷ (2005) realizaram um estudo para correlacionar a extensão e cinética de polimerização de adesivos com a permeabilidade pelo uso combinado de uma técnica direta (*Differential Scanning Calorimetry - DSC*) e uma técnica indireta (Microdureza) de avaliação. A permeabilidade dos adesivos foi investigada em dentes terceiros molares humanos extraídos conectados a um serviço de permeabilidade (Microcaps, Fisher Scientific, Atlanta, GA, EUA). Os adesivos testados no estudo foram: um adesivo convencional de três passos Optibond FL (Sybron-Kerr, Orange, CA, EUA), um adesivo convencional de dois passos One-Step (Bisco, Schaumburg, IL, EUA), um adesivo auto-condicionante de dois passos Clearfil Protect Bond (Kuraray Medical, Tokyo, Japão), um adesivo auto-condicionante de um passo Xeno III (Dentsply DeTrey, Konstanz, Alemanha). As películas de adesivo foram preparadas e fotopolimerizadas com um aparelho fotopolimerizador XL-2500 (XL; 3M ESPE, St Paul, MN, EUA) em 600 mW/cm^2 , por 20, 40 ou 60 s. Para os adesivos não simplificados apenas o adesivo (hidrófobo) foi

utilizado para a análise DSC e avaliação da microdureza. A análise DSC foi realizada com um *scanner* de calorimetria diferencial (Q10 TA Instruments, New Castle, DE, EUA), os testes de microdureza foram realizados com um aparelho microdurômetro Leica VMHT (Leica Microsystems, Milano, Itália), equipada com uma ponta *Vickers*. Os resultados mostraram que a extensão de polimerização obtida com a análise DSC foi diretamente correlacionada com a microdureza. O tempo total para cada adesivo alcançar a máxima extensão de polimerização diferiu estatisticamente ($P < 0,05$) entre os adesivos testados, na seguinte seqüência: Optibond FL < Clearfil Protect Bond < One Step < Xeno III. A extensão de polimerização aumentou para todos os adesivos testados ($P < 0,05$) quando o tempo de polimerização foi prolongado (para 40 e 60 s). Apenas o adesivo Optibond FL não revelou diferença na extensão de polimerização entre 40 e 60 s. Os valores de dureza *Vickers* mostraram aumento estatisticamente significativo entre 20 e 40 s para todos os adesivos ($P < 0,05$). Quando esse aumento foi de 40 para 60 s, apenas o Xeno III demonstrou um adicional aumento significativo na dureza ($P < 0,05$). O teste de correlação de Pearson mostrou forte e significativa ($P < 0,05$) correlação entre a extensão de polimerização e a dureza *Vickers* para todos os adesivos em cada tempo de cura. Nos resultados do teste de permeabilidade todos os adesivos exibiram uma redução na porcentagem de permeabilidade dentinária com o aumento do tempo de polimerização ($P < 0,05$). As diferenças entre os adesivos foram: Optibond FL < Clearfil Protect Bond < One-Step < Xeno III. Uma inversa correlação ($P < 0,05$) foi encontrada entre a permeabilidade dentinária e o grau de polimerização e os valores de microdureza. Este estudo suporta a hipótese de que a permeabilidade de adesivos simplificados é correlacionada com a incompleta polimerização dos monômeros resinosos e com a extensão de exposição de luz. Estes adesivos podem se tornar menos permeáveis com o uso de maiores tempos de polimerização, diferente daqueles recomendados pelos respectivos fabricantes.

Bae et al.²⁸ (2005) realizaram um estudo com o objetivo de avaliar a hipótese de que as propriedades do adesivo resinoso podem afetar a micro-resistência de união de sistemas adesivos dentinários. Para alterar as propriedades, os adesivos resinosos experimentais contendo Bis-GMA e TEGDMA em várias quantidades foram preparados. O grau de conversão imediatamente após a

polimerização, grau de conversão 48 h após a polimerização de uma fina gota do adesivo experimental, resistência flexural do corpo do espécime feito dos adesivos experimentais, pH, viscosidade, e os valores de micro-resistência de união do adesivo com a dentina foram investigados. Os maiores valores de micro-resistência de união e da resistência flexural dos adesivos resinosos foram observados quando a proporção de Bis-GMA/TEGDMA foi de 60/40. Contudo, o pH e os valores de viscosidade aumentaram com o aumento do conteúdo de Bis-GMA no adesivo. Quando o conteúdo de Bis-GMA foi maior do que 60% em peso, a viscosidade aumentou exponencialmente e restringiu o grau de conversão e a resistência flexural, e conformemente diminuiu a resistência de união. Quanto mais fortes foram os adesivos resinosos, maiores foram os valores de resistência de união com a dentina.

Dal-Bianco et al.¹⁷ (2006) realizaram um estudo para comparar o efeito do grau de umidade e forma de aplicação na resistência de união de adesivos convencionais de 2 passos a base de etanol/água ou a base de acetona com a dentina. Sessenta terceiros molares humanos extraídos, livres de cáries desinfetados em solução de 5% de cloramina e armazenados em água destilada foram utilizados no estudo. Uma superfície dentinária plana e superficial foi exposta em cada dente após desgaste do esmalte oclusal com lixa de carbeto de silício de granulação 180 na presença de água. A superfície dentinária exposta, livre de esmalte, foi polida com lixa de carbeto de silício úmida de granulação 600 para padronizar a camada de esfregaço (*smear layer*). Uma fita adesiva com um orifício central de 8,2 mm de diâmetro foi colada na superfície dentinária antes da aplicação do adesivo. Dois adesivos convencionais de 2 passos com diferentes solventes foram testados: Single Bond (SB – 3M ESPE, EUA) a base de etanol/água e One Step (OS – Bisco. EUA) a base de acetona. O condicionamento ácido foi realizado com o respectivo ácido fosfórico de cada sistema adesivo. Então, contrariamente as instruções do fabricante, as superfícies foram lavadas com água destilada por 15 s e secadas por 30 s com ar comprimido livre de óleo a fim de colapsar as fibras colágenas. Os adesivos foram aplicados na superfície que foi mantida seca ou reumedecida com diferentes quantidades de água destilada (1,5 ou 3,5 µl para o SB e OS, respectivamente), medidas com uma micropipeta (Pipetman, Gilson, EUA). Estas diferentes quantidades de água utilizadas para reumedecer a dentina

desmineralizada colapsada são devido às diferenças na pressão de vapor e parâmetros de solubilidade de Hansen dos solventes aplicados em cada sistema adesivo. Os adesivos foram aplicados na superfície dentinária da seguinte forma: (1) Aplicação sem agitação (NRA). Nesta aplicação o adesivo foi apenas distribuído sobre a superfície inteira da dentina por aproximadamente 3 s e mantidos na superfície por 7 s. Logo após, um jato de ar foi aplicado por 10 s a uma distância de 20 cm; (2) Aplicação com suave agitação (SRA). Neste caso o adesivo foi levemente distribuído pela superfície dentinária por aproximadamente 10 s, entretanto, não foi aplicada pressão manual intencional no aplicador de adesivo. Antes de aplicar o adesivo, o operador treinou sobre a superfície de uma balança analítica para determinar a equivalente pressão manual a ser exercida na superfície dentinária (Mettler, tipo H6, Columbus, EUA). Para este grupo a pressão foi equivalente a aproximadamente $4,0 \pm 1,0$ g. Um jato de ar foi aplicado por 10 s a uma distância de 20 cm; (3) Aplicação com vigorosa agitação (VRA). Nesta aplicação o adesivo foi vigorosamente agitado na superfície dentinária por aproximadamente 10 s. O aplicador de adesivo foi esfregado com pressão manual (equivalente a aproximadamente $34,5 \pm 6,9$ g) e um jato de ar foi aplicado por 10 s a uma distância de 20 cm. Em todos estes três grupos, uma segunda camada de adesivo foi aplicada da mesma maneira que a primeira e fotopolimerizados por 10 s. Incrementos de 1 mm de resina composta Z250 (3M ESPE, EUA) foram colocados sobre a superfície dentinária e individualmente fotoativados por 30 s cada. Cinco dentes foram utilizados para cada combinação de sistema adesivo e umidade de superfície. Os espécimes foram armazenados em água destilada a 37°C por 24 h e seccionados longitudinalmente através da interface de união com uma serra de diamante e presença de água, para obtenção de palitos com área de aproximadamente 0,8 mm². Os palitos foram individualmente submetidos ao teste de micro-tração numa velocidade de 0,5 mm/min. As interações umidade/agitação e adesivo/agitação foram estatisticamente significantes ($p < 0,05$). No grupo de dentina seca, a maior resistência de união foi obtida sob aplicação com vigorosa agitação. No grupo de dentina úmida, a resistência de união para aplicação com suave agitação e leve agitação foi similar. Para o sistema SB, a aplicação com suave agitação e aplicação com vigorosa agitação obtiveram resultados similares na resistência de união enquanto que para OS a aplicação com vigorosa agitação foi essencial para se obter altos valores de resistência de união. Desta forma, os autores concluem que alta

resistência de união com a dentina pode ser obtida sob condições secas, quando sistemas adesivos, a base de etanol/água e a base de acetona forem aplicados com vigorosa agitação na superfície dentinária desmineralizada. Em dentina úmida, uma aplicação com suave agitação parece ser suficiente para prover alta resistência de união com a dentina.

Can Say et al.²⁹ (2006) fizeram um estudo para avaliar o efeito de um adesivo com carga (One Step Plus – Bisco, EUA) versus um adesivo sem carga (One Step – Bisco) na resistência de união com a dentina usando o condicionamento ácido total (Uni-etch, Bisco) e autocondicionante (Tyrian SPE, Bisco). Vinte dentes terceiros molares extraídos não cariados armazenados em solução salina isotônica com cristais de Tymol a 4°C foram utilizados no estudo. Os dentes foram desgastados com lixa de carbeto de silício de granulação 180 em água corrente para expor a superfície oclusal da dentina. Em seguida, as superfícies dentinárias foram polidas com lixas de granulação 600 para padronizar a camada de esfregaço (*smear layer*). Os dentes foram aleatoriamente divididos em 4 grupos de acordo com o tipo de adesivo (One Step Plus; One Step) e técnica (condicionamento ácido total; autocondicionante) a serem utilizados. Os procedimentos adesivos foram realizados conforme recomendações do fabricante. Três incrementos de resina composta (Clearfil AP-X – Kuraray Medical Co, Japão) foram construídos sobre a superfície dentinária e fotopolimerizados individualmente por 20 s cada. Após armazenamento em água destilada a 37°C por 24 h, os espécimes foram seccionados em fatias de 0,7 mm de espessura usando uma serra diamantada em baixa velocidade (Isomet – Buehler Ltda, EUA) e então desgastados com uma ponta diamantada de baixa granulação para obtenção de formato de ampulheta com área de aproximadamente 1 mm² (n=20). A resistência de união foi determinada através do teste de micro-tração com uso do aparelho EZ-test (Shimadzu, Japão) em velocidade de 1 mm/min. Nos resultados obtidos, não houve diferenças significantes na resistência de união entre os adesivos One-Step Plus e One-Step quando eles foram utilizados com a técnica de condicionamento ácido total e auto-condicionante ($p>0,05$). Entretanto, com a técnica de condicionamento ácido total, ambos adesivos obtiveram significativamente maiores valores de resistência de união quando comparados à técnica autocondicionante ($p<0,001$). Os autores concluíram que o adesivo com carga One Step Plus não mostrou nenhum efeito benéfico na

resistência de união com a dentina quando comparado ao adesivo sem carga One-Step utilizando a técnica de condicionamento ácido total e autocondicionante. Independente do tipo de adesivo, a técnica autocondicionante revelou baixos valores de resistência de união quando comparada à técnica de condicionamento ácido total.

Ye et al.³⁰ (2007) avaliaram o efeito da fonte de luz e densidade de potência na fotopolimerização de três adesivos dentais por monitoramento da conversão de ligações duplas em função do tempo, durante e após a irradiação da luz. Os três sistemas adesivos utilizados no estudo foram: Single Bond (3M ESPE, EUA), One-Up Bond F (Tokuyama, Japão) e Adper Prompt (3M ESPE). Os adesivos foram fotopolimerizados com aparelho de luz halógena (Spectrum® 800 – Dentsply, EUA) ou LED (Ultra-Lume® LED5 – Ultradent, EUA). Usando um radiômetro (CureRite – Dentsply, EUA), a densidade de potência (mW/cm^2) desses dois aparelhos foi mensurada em função da distância entre a ponta de luz e o sensor do radiômetro, que foi gradualmente aumentada de 0 até 20 mm. A fotopolimerização dos adesivos, durante a irradiação, foi monitorada *in situ*. Cinco amostras de cada condição experimental foram avaliadas. O grau de conversão do adesivo Single Bond com a fonte de luz halógena ($550 \text{ mW}/\text{cm}^2$) em função do tempo de exposição (10s, 20s e 40s) foi respectivamente: 69,9 (0,5); 73,6 (0,7) e 77,5 (1,3) e os valores para luz halógena ($800 \text{ mW}/\text{cm}^2$) foram: 70,7 (1,2) para 10 s; 77,1 (0,8) para 20 s e 79,9 (1,0) para 40 s, indicando um aumento do grau de conversão do adesivo quando estes foram expostos por tempos mais prolongados à irradiação da luz.

Reis et al.³¹ (2007) realizaram um estudo para comparar os efeitos da umidade dentinária e aplicação vigorosa de um sistema adesivo a base de álcool/água (Single Bond) e um a base de acetona (One Step) na micro-resistência de união com a dentina, em testes realizados imediatamente e após um ano da restauração. Uma superfície dentinária superficial plana foi exposta em 60 molares humanos por abrasão. Duas gotas dos adesivos foram aplicados sem agitação, com leve agitação ou vigorosa agitação em superfície dentinária seca ou idealmente úmida. Após a fotopolimerização dos adesivos por 10 s, os espécimes foram restaurados incrementalmente com resina composta e armazenado em água a 37°C por 24 h. Eles foram seccionados longitudinalmente nas direções “x” e “y” para

obtenção de palitos de 0,8 mm², que foram testados a uma velocidade de 0,5 mm/minuto. Os palitos de cada dente foram divididos, armazenados em água destilada a 37°C e testados imediatamente e após 12 meses de armazenamento. A média dos valores de resistência de união dos palitos do mesmo hemi-dente foi calculada para a análise estatística proposta. Os espécimes descolados prematuramente (“perdidos”) foram incluídos na media do hemi-dente. O valor de cada adesivo foi analisado por ANOVA de três fatores e pós-teste de Tukey ($\alpha=0,05$). No grupo seco, altos valores de resistência de união foram obtidos com aplicação vigorosa do adesivo. Quando a dentina foi mantida úmida, a aplicação com suave e com vigorosa agitação promoveram altos valores de resistência de união. Reduções nos valores de resistência de união após um ano de armazenamento em água não foram observados para o adesivo Single Bond e foram menos pronunciado para o adesivo One Step quando o mesmo foi aplicado com vigorosa agitação na superfície dentinária.

2.3 NANOINDENTAÇÃO

Dewald e Ferracane³² (1987) realizaram um estudo para comparar quatro diferentes técnicas *in vitro* utilizadas para determinar a profundidade de polimerização de três diferentes resinas compostas fotopolimerizáveis. Este estudo foi composto de duas partes. Na primeira parte, um molde de alumínio cilíndrico de 5 mm de diâmetro foi preenchido com resina composta. Os moldes foram feitos de 1 mm, 2 mm, 3 mm, 4 mm, e 5 mm de profundidade para produzir espécimes de diferentes alturas. Cada amostra destes moldes foi colocada sobre uma tira de matriz plástica e um lado do vidro contendo uma fina película de adesivo entre eles para produzir espécimes para a análise do grau de polimerização. Uma outra matriz cobriu o topo do molde. Os espécimes (n=5) foram então colocados em um fundo escuro e fotopolimerizados por 40 s à 1 mm de distância. O grau de conversão das ligações duplas de carbono para ligações simples nas películas de resina foi examinado por meio de Espectroscopia Infra-vermelha. O grau de conversão da película de resina abaixo do molde é assumido ser proporcional ao grau de conversão na resina composta daquela profundidade. Na segunda parte do estudo, um teste de dureza foi realizado em várias profundidades no espécime polimerizado no molde de alumínio (5 mm de diâmetro x 5 mm de altura). Os moldes foram

preenchidos com cada uma das resinas compostas, recoberta com uma tira de matriz, e então fotopolimerizada por 40 s. Os espécimes (n=5 por resina composta) foram removidos dos moldes e deixados para polimerização no escuro por 24 h a 37°C. Cada espécime foi cortado longitudinalmente, produzindo duas metades iguais. As metades foram cuidadosamente polidas. As metades foram examinadas em um stereo-microscópio para determinação da profundidade no qual uma linha translúcida pode ser detectada, significando a demarcação entre o material polimerizado e não polimerizado. O material macio e não polimerizado foi subsequentemente removido e a profundidade da amostra mensurada. A dureza destes espécimes foi então testada em profundidades de 1, 2, 3, 4, e 5 mm ao longo da superfície seccionada. O teste de dureza Knoop (carga de 500 g) foi repetido em dois diferentes lugares para cada profundidade (total n=16-20 por resina composta). Os valores da espectroscopia infra-vermelha e os valores de dureza foram calculados e comparados entre si por análise de regressão de uma via ($p=0,05$). Desta forma, a correlação entre os quatro modos comuns de teste para determinar a profundidade de cura foi avaliada. A dureza Knoop obteve a melhor correlação com o grau de conversão. O mesmo foi drasticamente reduzido com o aumento da profundidade e o grau de conversão parece ser o método mais sensível para avaliar a profundidade de polimerização em resinas compostas fotopolimerizadas.

Rueggeberg e Craig³³ (1988) realizaram um estudo para comparar a sensibilidade de 4 métodos: Espectroscopia infra-vermelha (FTIR), dureza Knoop, sorção de água, e perda de resina com relação a habilidade de distinguir diferenças entre amostras de resina polimerizadas em diferentes espessuras de resina. O método desenvolvido permitiu a confecção de amostras de resina fotopolimerizadas com controle da conversão de polimerização, e eliminou efeitos de perda de resina durante o polimento ou um acréscimo na conversão como resultado do aumento de temperatura durante o acabamento. A sensibilidade foi maior e igual para espectroscopia FTIR e dureza Knoop, enquanto a perda de resina obteve moderada sensibilidade, e sorção de água nenhuma. A habilidade destes parâmetros em prever a conversão de monômeros como mensurado por espectroscopia FTIR também foi determinado. A dureza Knoop provou ser o melhor, seguido da perda de resina e por último a sorção de água. Os valores da sorção de água não variaram com as mudanças na conversão do espécime.

Van Meerbeek et al.¹⁸ (1993) avaliaram através de nanoindentação, a dureza e o módulo de elasticidade de sucessivas camadas da interface de união resina-dentina para confirmar o conceito de parede cavitária elástica. Para o estudo, foram utilizados quatro sistemas adesivos diferentes. Terceiros molares humanos extraídos foram seccionados em discos de dentina de 1 a 1,5 mm de espessura; a camada de *smear layer* foi padronizada com fricção da superfície dentinária em lixa de carbeto de silício de granulação 600 por um minuto. Todos os sistemas adesivos foram aplicados conforme as instruções do fabricante, exceto dois sistemas, que foram condicionados por ácido fosfórico 40% em gel por 60 s para aumentar ao máximo a zona de interdifusão dentina-resina. Os sistemas adesivos foram fotopolimerizados e cobertos por uma resina composta de baixa viscosidade, que também foi fotopolimerizada. Para completar a preparação da amostra para a nanoindentação, as amostras foram individualmente embebidas em uma resina epóxica quimicamente polimerizável. Após 14 h foram metalograficamente polidas por meio de lixas de carbeto de silício de decrescente abrasividade (600, 1200 e 4000) e discos de feltros com suspensões diamantadas de 3 e 1 micras. As sujeiras do polimento e pastas foram ultrassonicamente removidas por 5 min cada. Pelo menos 2 espécimes originados de diferentes dentes foram preparados para cada produto. Uma série de posições de indentação foi individualmente selecionada por um controle de vídeo remoto conectado com a luz do microscópio. Na dentina, indentações foram posicionadas na dentina intertubular, na zona de interdifusão resina-dentina as posições foram selecionadas o mais próximo possível da camada de adesivo e indentações foram posicionadas no centro da massa de espessura relativa do adesivo e camada de resina de baixa viscosidade. Em estudo piloto, procedimentos de indentações nos materiais específicos foram programados para gerar indentações de dimensões adequadas. Cada procedimento de indentação consiste de seis segmentos. No primeiro segmento, chamado de Segmento de Aproximação, a taxa de aproximação foi de fixada em 5 nm/s. No seguinte Segmento de Carregamento, uma taxa de carregamento de 50 nm/s e uma carga limite de 5 mN foram impostas. Na segunda sessão de medidas, esta carga limite foi diminuída para 1 mN para reduzir o tamanho da indentação, para que estas pudessem ser posicionadas completamente dentro da área da camada híbrida. Tal carga reduzida foi aplicada somente para a zona de inter-difusão dos sistemas

adesivos condicionados com ácido fosfórico 40% gel por 60 s. Valor de 496 MPa foi determinada para a nanodureza da dentina intertubular, a qual diferiu significativamente das zonas de interdifusão resina-dentina, que variou de 148 para 196 MPa, dependendo do sistema adesivo utilizado. Nanodureza de 197 MPa foi determinada para a resina microparticulada de baixa viscosidade, enquanto que a nano-dureza dos diferentes adesivos dentinários variaram de 102 para 113 MPa. O módulo de elasticidade da dentina inalterada (19.259 MPa) foi significativamente diferente dos valores da zona de interdifusão, que variaram de 8.157 para 9.687 MPa quando a carga de 5 mN foi aplicada. Uma diferença significante no módulo de elasticidade foi encontrada para os sistemas adesivos aplicados de forma modificada, quando uma carga de 1 ou 5 mN foi aplicada e finalmente, um módulo de elasticidade de 5.872 MPa foi medido para a resina microparticulada de baixa viscosidade, enquanto os adesivos dentinários sem carga com um baixo módulo de elasticidade de 4.171 MPa comportaram-se mais elasticamente. Eles concluíram que a zona de interdifusão resina-dentina juntamente com a camada de adesivo fornece não somente uma adequada união da restauração com a dentina, mas também parece ter uma inerente elasticidade e flexibilidade que contribui para conservar esta união. Este estudo revelou um gradiente do módulo de elasticidade através da área de união resina-dentina, validando assim o conceito de cavidades com paredes elásticas.

Kinney et al.³⁴ (1996) mensuraram a dureza e módulo de elasticidade da dentina peritubular e intertubular em função de suas localizações dentro de terceiros molares humanos hígidos. Duas fatias de dentina, de aproximadamente 1 mm de espessura foram removidas paralelamente à superfície oclusal de cada dente. A primeira fatia foi removida aproximadamente 0,5 – 1,0 mm da junção amelo-dentinária e a segunda aproximadamente 0,5 – 1,0 mm da polpa. As superfícies foram polidas com pó de alumina de 0,05 µm e ultrassonicamente limpas para remoção de qualquer *smear layer* visível. Um microscópio de força atômica Nanoscope III (Instrumentos digitais, Santa Bárbara, CA, EUA) foi utilizado para mensurar a dureza e com um líquido celular especialmente desenvolvido foi possível deixar a dentina totalmente hidratada durante todas as indentações, as quais foram feitas em três lugares dentro da dentina peritubular e intertubular de cada espécime. Um nanoindentador (Instrumentos Nano, Knoxville, TN) foi utilizado para mensurar o

módulo de elasticidade dos espécimes de dentina. Tentativas foram realizadas para manter a dentina hidratada, mas devido à lentidão dos testes (tempo maior que 10 h) e a necessidade longo tempo para obter a estabilidade térmica impediram as indentações em água. Uma fileira de 6 x 7 de indentações foram realizadas em cada dente usando uma ponta de diamante piramidal de base triangular chamada de ponta Berkovich. A distância deixada entre cada indentação foi de 10 μm . A dureza da dentina peritubular totalmente hidratada não foi dependente da localização e variou de 2,23 a 2,54 GPa. A dureza dentina intertubular totalmente hidratada foi dependente da localização, e foi significativamente maior perto da junção amelo-dentinária (0,49 a 0,52 GPa) do que perto da polpa (0,12 a 0,18 GPa). A média dos valores de módulo de elasticidade da dentina peritubular foi de 29,8 GPa e na dentina intertubular os valores variaram de 17,7 a 21,1 GPa, com os menores valores obtidos próximos da polpa.

Paul et al.¹² (1999) avaliaram a influência do aumento da quantidade de água nas propriedades físicas de um polímero feito de um modelo de primer dentinário (HEMA) e um modelo de adesivo dentinário (uma mistura de HEMA e Bis-GMA). Ambos primer e adesivo foram diluídos com 0,05; 0,1; 0,2 e 0,4 ml de água deionizada por ml de solução, resultando em 0, 5, 9, 17 ou 29% de volume de água na solução antes da polimerização. Isto foi feito para simular o potencial de diluição dos primers ou adesivos simplificados pela água da superfície dentinária. Uma hora após a polimerização, a metade da quantidade de espécimes foi submetida aos testes físicos em condições secas. A outra metade foi imersa em água por 24 h e então testada enquanto úmida. A resistência à tração, módulo de elasticidade, porcentagem de alongamento na falha e dureza foram calculados. As propriedades do primer e adesivo, testadas a seco não foram alteradas pela incorporação de água até 9% do volume. Altas quantidades de água diminuíram as propriedades físicas. A imersão do polímero do primer em água por 24 h diminuiu significativamente suas propriedades. A imersão dos polímeros de adesivo em água não foi afetada somente para os espécimes contendo 0 ou 5% do volume de água. Os autores concluíram que o efeito da água extrínseca é mais importante do que o efeito intrínseco da água no polímero poli-HEMA e deve-se esperar que as camadas híbridas compostas primariamente de poli-HEMA sejam mais elásticas do que aquelas compostas por cadeias poliméricas bifuncionais de ligações cruzadas.

Urabe et al.³⁵ (2000) determinaram as propriedades físicas entre o esmalte e a dentina na região da junção amelo-dentinária (JAD) de dentes naturais. A JAD é a única interface biológica entre um tecido muito duro, o esmalte e um tecido muito macio, a dentina. Se os materiais resinosos pudessem se aderir à dentina tão bem quanto o esmalte se adere à dentina na JAD, a performance destes materiais seria suficiente no que se relaciona a resistência de união. Desta forma para desenvolver um melhor entendimento das propriedades mecânicas da JAD, os testes de resistência à tração, nanodureza e módulo de elasticidade foram realizados em dentes bovinos e humanos. Para os testes de nanodureza e módulo de elasticidade, terceiros molares hígidos foram utilizados. Discos de 2 mm de espessura foram cortados da porção coronal média e então embebidos em resina epóxica. Após 24 h, as superfícies foram polidas com lixas d' água de granulações 600, 800, 1000 e com pastas diamantadas de tamanho de partículas 6, 3, 1 e 0,25 µm. Todas as mensurações foram realizadas em espécimes úmidos, com uma ponta de diamante de três lados. O intervalo de cada indentação deve ser cinco vezes o tamanho da indentação para evitar a corrupção do limite. Foram programadas 10 indentações com 5 µm de intervalo através da JAD, do esmalte profundo passando pela dentina, no terço médio da superfície vestibular. Na dentina, as indentações foram realizadas na dentina intertubular e a carga do indentador foi de 400 mgf. Após os testes de indentação, a geometria das marcas da indentação foi confirmada usando um microscópio de escaneamento a laser. Os valores de resistência coesiva à tração da região JAD de dentes bovinos e humanos foram 47,7 MPa e 51,5 MPa, respectivamente. A nanodureza, dureza dinâmica e módulo de elasticidade da região JAD (2,37; 1,58 e 53,18 GPa respectivamente) mostrou valores intermediários entre os valores do esmalte (4,48, 2,90 e 87,68 GPa) e dentina (0,70, 0,55 e 24,04 GPa) e mostrou ser maior do que aqueles valores encontrados na dentina subjacente ou na dentina impregnada por resina.

Marshall et al.³⁶ (2001) realizaram um estudo para mensurar a nanodureza e o módulo de elasticidade da junção dentino-esmalte usando o método de microscopia de força atômica modificada. Três terceiros molares foram seccionados sagitalmente para obtenção de fatias de 1 mm de espessura contendo as regiões de dentina, junção amelo-dentinária e esmalte. As fatias foram polidas

com lixas de carbetto de silício e pastas diamantadas e limpas ultrassonicamente em água destilada. Procedimentos similares foram realizados para preparar cinco amostras de fatias cortadas paralelamente a superfície oclusal. O microscópio de força atômica Nanoscope III (Digital Instruments, Santa Bárbara, CA, EUA), com uma ponta indentadora canto de cubo de aproximadamente 20 nm de raio de curvatura foi utilizado no estudo. A dureza e o módulo de elasticidade foi mensurada em intervalos de 1 ou 2 μm ao longo de linha de 50 μm de comprimento abrangendo o esmalte, a junção amelo-dentinária e a dentina. Três localizações dentro do dente foram utilizadas: (1) ao longo de uma linha central da porção da incisal do dente até a câmara pulpar; (2) da ponta da cúspide até o corno pulpar; e (3) ao longo de uma linha central na direção mesio-distal. Os valores de módulo de elasticidade (E) e dureza (H) na dentina e esmalte a distância de aproximadamente 10 μm da região amelo-dentinária foram: E= 20 GPa e H= 0,7 GPa para dentina e E= 65 GPa e H= 3,5 GPa para o esmalte. Dentro região amelo-dentinária ambos os valores de dureza e módulo de elasticidade aumentaram. Diferenças não significantes foram determinadas entre as três localizações. Esses resultados sugerem que a junção amelo-dentinária indica um gradiente na estrutura e que métodos de nanoindentação mostram ser promissores para futuros entendimentos da estrutura e função dessa região.

Akimoto et al.³⁷ (2001) avaliaram a remineralização *in vivo* da possível camada hibridóide de resina não-infiltrada entre a camada híbrida e o substrato de dentina subjacente utilizando nanoindentação, micro-análise espectroscópica de energia dispersiva de raio-X (EDX), e microscopia eletrônica de varredura (MEV). Vinte cavidades classe V foram feitas em dentes de macacos adultos saudáveis. Cada cavidade foi preparada com broca carbide 330 em esmalte e dentina, com profundidade de 1,5 a 2 mm. Na seqüência foram totalmente condicionadas com ácido fosfórico 37% por 60 s, lavadas, e secas com leve jato de ar por 5 s, seguidos por aplicação de primer (SA-Primer, Kuraray) por 10 s na camada de colágeno e evaporação suave por 5 s. As cavidades foram divididas em dois grupos: no grupo 1, uma resina de baixa viscosidade (Protect Liner, Kuraray) e uma resina composta (Clearfil AP-X, Kuraray) foram colocadas na cavidade conforme as recomendações do fabricante e nenhum agente de união foi colocado na interface condicionada. No grupo 2, o agente de união (Clearfil Photobond, Kuraray) foi aplicado, seguido da

inserção das resinas Protect Liner e Clearfil AP-X como no grupo 1. Os dentes restaurados foram observados em 7 dias (controle) e após 6 meses. Para a preparação das amostras para o teste de nanodureza, cada um dos 20 dentes foi seccionado perpendicularmente a interface de união resina-dentina, no centro da cavidade restaurada. Vinte metades dos dentes do grupo 1 e 2 foram embebidas em uma bandeja de impressão para estabilizar cada espécime paralelo à plataforma do nanoindentador. Cada superfície foi manualmente polida com lixas de carbetto de silício de granulação decrescente (800, 1000, 1200 e 1500), seguidos de pasta diamantada de 6, 3, 1 e 0,25 μm . Após o polimento, cada amostra foi ultrassonicamente limpa por 30 s para remover todas as sujeiras. Quatro fileiras de nanoindentações foram feitas através da interface de união resina-dentina, com espaço de 5 μm entre cada nanoindentação e 2 μm entre cada fileira. Impressões piramidais de nanoindentações foram feitas com aplicação de carga uniforme de 100 mgf e após os testes foram observadas em microscópio eletrônico de varredura. Os valores após 6 meses mostraram um aumento da nanodureza nas áreas 5 μm adjacentes à dentina totalmente ou parcialmente desmineralizada. No tratamento com o sistema adesivo convencional na interface condicionada por ácido (grupo 2), houve aumento da nanodureza e da quantidade de Cálcio no substrato abaixo da camada de dentina impregnada por resina. Desta forma, os autores concluíram que a zona não infiltrada por resina se remineraliza após 6 meses do tratamento com adesivo dentinário.

Poolthong et al.³⁸ (2001) utilizaram um teste de nanoindentação para determinar o módulo de elasticidade (E) e a dureza (H) da dentina. Três pontas indentadoras esféricas de raio 20, 5 e 1 μm foram testadas e uma ponta piramidal de base triangular Berkovich foi incluída para a comparação. Para as pontas esféricas, ciclos parciais de carga/descarga foram repetidos com aumento das forças de indentação até uma força máxima pré-determinada ser alcançada. Esta carga foi de 500, 300 e 10 mN para os indentadores de 20, 5 e 1 μm , respectivamente. Pelo menos 5 indentações foram feitas para cada indentador. Os valores de módulo de elasticidade da dentina obtidos com as três pontas esféricas não foram estatisticamente diferentes, porém significativamente menores do que os valores com a ponta Berkovich. A média dos valores de dureza aumentou com a diminuição do tamanho da ponta indentadora esférica. A média dos valores de

dureza da ponta Berkovich foi semelhante a média dos valores obtidos com a ponta esférica de 5 μm e significativamente diferente dos indentadores de 20 e 1 μm .

Neves et al.³⁹ (2002) realizaram um estudo para avaliar a correlação entre o grau de conversão e microdureza em resinas compostas, e o efeito do conteúdo de partículas e do tipo de unidade fotoativadora sobre esses parâmetros. Três resinas compostas (Artglass[®], Solidex[®] e Zeta LC[®]) foram polimerizadas em três diferentes unidades laboratoriais (UniXS[®], Solidilite[®] e uma unidade Experimental). Para cada material, quinze corpos-de-prova foram confeccionados em uma matriz metálica, e submetidos às análises do grau de conversão, através de espectroscopia de infravermelho, e da microdureza. O conteúdo de partículas inorgânicas foi determinado por análise termogravimétrica (TGA). O comportamento conjunto das variáveis – grau de conversão e microdureza foi medido através do coeficiente de correlação de Pearson (r). Para a resina Artglass[®], o grau de conversão variou de 37,5% a 79,2%, com valores de microdureza de 32,4 a 50,3 ($r = 0,904$). Para a resina Solidex[®], o grau de conversão variou de 41,2% a 60,4%, com valores de microdureza de 33,3 a 44,1 ($r = 0,707$). Para a resina Zeta LC[®], os valores de conversão e microdureza foram, respectivamente, de 62,0% a 78,0% e de 22,6 a 33,6 ($r = 0,710$). Concluiu-se que o uso das diferentes unidades resultou em variações dos valores de conversão em função das características específicas de cada unidade. Para cada material, uma forte correlação entre conversão e microdureza foi observada. Além disso, quando materiais diferentes foram comparados, observou-se que o conteúdo de partículas inorgânicas afetou diretamente os valores de microdureza, não interferindo no grau de conversão.

Schulze et al.⁴⁰ (2005) avaliaram o efeito da variabilidade de hidratação dentinária nas propriedades da camada híbrida formada por um adesivo autocondicionante (Clearfil SE Bond [CSE] / Kuraray) versus um adesivo convencional de 2 passos (Single Bond [SB] / 3M ESPE). Foram realizadas nanoindentações e mensurações da espessura da camada híbrida formada pelos dois adesivos em três condições de umidade dentinária (muito úmida [w], seca [d] e visivelmente úmida [n]). Fatias de dentina foram obtidas de 18 terceiros molares humanos não cariados. Cada dente foi seccionado horizontalmente para preparar uma fatia de 2 mm de espessura da porção média dentinária coroa. Foi realizado

acabamento com lixa de carbetto de silício #320 na superfície superior de cada espécime, seguidos pela aplicação de umidade na dentina, aplicação do adesivo dentinário e restauração com resina composta. A condição muito úmida foi preparada por deposição de 10 µl de água deionizada em um espaço de 3,2 mm de diâmetro da dentina. Para a condição seca, a superfície dentinária de 3,2 mm de diâmetro definida para adesão foi seca com jato de ar de média pressão por 30 s, a uma distância de 5 cm, com um volume total de ar de aproximadamente 5 m³. Os espécimes com a dentina visivelmente úmida (normal) foram criados por remoção do excesso de água com uso de papel absorvente, conforme recomendações do fabricante, servindo como grupo controle. Os espécimes de dentina do grupo Single Bond foram condicionados por ácido antes de receber os diferentes tratamentos de umidade de superfície e o adesivo autocondicionante Clearfil SE Bond foi aplicado diretamente nas diferentes umidades dentinárias. Três espécimes de cada grupo foram utilizados para restauração da superfície oclusal com resina composta e cortados perpendicularmente à interface de união para obtenção de fatias, que foram polidas com lixas de carbetto de silício de abrasividade decrescente até #2000, seguidos pelo polimento com pasta diamantada de 0,25 µm em pano de feltro. Todos os espécimes foram ultrassonicamente limpos em água deionizada ao final de cada passo do polimento por 1 min para remoção dos agentes de polimento e *smear layer* remanescente. Posteriormente foram testados em até 48 h do final do polimento. As nanoindentações foram feitas com um microscópio de força atômica (MFA) (Nanoscope III Digital Instruments) e um sistema indentador Triboscópico (Hysitron Inc.) com ponta de diamante em forma do canto de um cubo, de raio em torno de 20 nm. Todas as imagens e indentações através da interface dentina-adesivo foram feitas com o espécime submerso em água. Indentações com intervalo de 1-2 µm foram feitas em uma estreita linha, começando do adesivo até a dentina, com carga de aproximadamente 300 µN. Uma indentação larga (1000-3000 µN) no adesivo serviu como uma marcação de referência. Para determinar quais indentações foram feitas dentro da camada híbrida, a localização e a largura da camada híbrida tiveram que ser determinadas por MEV. Para revelar a camada híbrida, os espécimes foram tratados com 0,1 mol HCl por 1 min, 2 min de lavagem, NaOCl 10% por 1 min, 2 min de lavagem, seguidos por desidratação com uma série de graus de etanol e com secagem final em HMDS. Após metalização com ouro, as imagens por MEV, obtidas de elétrons retro-espalhados e secundários, foram

utilizadas para identificar quais indentações estavam presentes no interior da camada híbrida, baseado no número de indentações a partir da marcação de referência. Além disso, estas localizações foram verificadas por mensurações da espessura da camada híbrida no MEV. Para todas as indentações é importante ter um espaço de segurança entre cada indentação para que não afete os valores das indentações adjacentes. Este espaço foi calculado como 1,5 vezes o diâmetro da ponta do indentador na profundidade da deformação plástica. Um jogo adicional de 18 dentes terceiros molares humanos hígidos foi preparado como descrito anteriormente, mas uma importante diferença na preparação destes espécimes foi a armazenagem das amostras em uma solução fixadora antes de eles serem cortados. Para estabilizar a estrutura morfológica do dente inteiro, eles foram armazenados em glutaraldeído 3% do volume com 0,2 mol/l de solução tampão de cacodilato de sódio por 24 h em 4°C no escuro. Os espécimes foram então cortados, tratados com HCl e NaOCl e desidratados como descrito anteriormente. A espessura da camada híbrida foi mensurada em três locais aleatoriamente selecionados por espécime. Seis espécimes por grupo foram analisados. Dezoito mensurações por grupo resultaram em um total de 108 mensurações de espessura da camada híbrida. Nas imagens por MFA dos espécimes de Single Bond e Clearfil SE Bond em dentina com umidade normal, as indentações quase desapareceram, enquanto que as indentações na camada de adesivo e dentina permaneceram visíveis, refletindo diferenças nas propriedades mecânicas. As nanoindentações revelaram diferenças significantes no módulo de elasticidade (E_i) e dureza (H) para a camada híbrida comparando SBn, $E_i = 2,7(\pm 1,6)$; $H = 0,24 (\pm 0,1)$ GPa com SBd, $E_i = 0,9(\pm 0,7)$; $H = 0,07(\pm 0,05)$ GPa, respectivamente, enquanto que CSE não mostrou diferenças entre os grupos. Um significativo aumento da zona desmineralizada abaixo da camada híbrida foi encontrada para SBd. A camada híbrida foi mais larga para o CSEd e SBn. Em conclusão, a hipótese do trabalho foi verificada; CSE não exibiu mudanças significantes das propriedades da camada híbrida (E_i , H) em diferentes condições de hidratação, enquanto SB tiveram diferenças significantes, especialmente após secagem com ar.

Inoue et al.⁴¹ (2006) examinaram a ultra-estrutura da interface dentina-adesivo em dentes hígidos e afetados por cárie, após formação artificial de cárie secundária, usando os testes de nanoindentação e microscopia eletrônica de

varredura (MEV). Um adesivo auto-condicionante de 2 passos (Clearfil SE Bond / Kuraray, Japão) e uma resina flow (Metafil Flo A2 / Moriyama, Japão) foram utilizados no estudo, ambos livres de flúor, além de seis dentes terceiros molares livres de cárie e seis terceiros molares com lesão cariosa envolvendo o meio da dentina, na superfície oclusal, armazenados congelados após extração. Molares hígidos foram seccionados na porção média da coroa, horizontalmente ao longo eixo do dente, usando uma serra diamantada em baixa velocidade (ISOMET / Buehler, EUA) para obter discos de dentina de 1 mm de espessura. A superfície da dentina foi lixada com lixa de carbetto de silício #600 com água corrente. O SE Primer foi aplicado em uma superfície de cada disco por 20 s e SE Bond foi então aplicado e fotopolimerizado por 10 s. Na seqüência, uma resina composta foi colocada entre dois discos de dentina preparados e fotopolimerizados por 40 s para as superfícies de topo e de base, para fazer um sanduíche de discos de dentina. Para os molares com lesão de cárie na dentina, o esmalte coronal foi completamente removido com ponta diamantada, então a dentina cariada externa foi cuidadosamente removida com uma broca carbide em baixa velocidade e solução evidenciadora de cárie (Caries Detector / Kuraray, Japão). Restauração da superfície dentinária removida de cárie foi realizada usando Clearfil SE Bond e uma resina composta. Cada espécime de dentina intacta e afetada por cárie foi seccionada perpendicularmente a interface dentina-adesivo e fixada com resina epóxica. Metade dos espécimes fixados (3 para cada grupo) foram sujeitos ao seguinte desafio ácido-base, enquanto os espécimes remanescentes foram utilizados para o teste de nanoindentação. As indentações foram feitas na dentina profunda (4 pontos com 5 µm de intervalo entre cada indentação), na dentina 2 µm abaixo da base da camada híbrida (4 pontos foram feitos em linha obliquamente a camada híbrida. Como o intervalo entre cada indentação deve ser 5 vezes o tamanho da indentação, cada mensuração foi feita com 5 µm de intervalo. Um ponto no meio da camada híbrida e três pontos igualmente espaçados (5 µm) na camada de adesivo e na camada de resina composta foram selecionados. A carga foi 5 gf. A média de nanodureza para a dentina normal foi 57 MPa, significativamente maior do que na dentina afetada por cárie foi 36 Mpa. Na camada híbrida, não houve diferenças entre a dentina intacta e a dentina afetada. A nanodureza da resina composta Metafile Flo na dentina intacta e na dentina afetada por cárie foi respectivamente 35 MPa e 37 MPa, sem diferenças significantes entre eles. O adesivo demonstrou 29 MPa na dentina intacta

e 25 MPa (afetada por cárie), os quais também não foram significativamente diferentes. Uma zona ácido-base resistente foi observada beneficiando a camada híbrida. Essa camada foi maior na dentina afeta por cárie. Isso sugere que o monômero do Clearfil SE Bond penetra mais profundamente do que previamente reportado, criando a chamada camada híbrida. Entretanto, suas propriedades físicas dependem das condições da dentina.

Drummond⁴² (2006) realizou um estudo para avaliar o módulo de elasticidade e a dureza de quatro compósitos com diferentes partículas, uma micropartícula, um híbrida, um cimento resinoso, e uma fibra com partículas, utilizando a nanoindentação. 100 indentações foram realizadas por espécime com carga de 0,001 N. O módulo de elasticidade para o compósito Choice foi 30,2-30,3 GPa, 15,9-16,0 GPa para Micronew, 24,6-27,1 GPa para Renew, e 36,4-47,1 GPa para Restolux. A análise estatística indicou diferença significativa no módulo de elasticidade para todos quatro compósitos. Micronew teve a menor dureza (1,2-1,3 GPa) seguido por Renew (1,6-1,8 GPa), Choice (2,6-2,8 GPa), e Restolux (2,7-4,0 GPa). A análise estatística indicou diferença significativa entre Choice e Restolux com relação ao Micronew e Renew, com Renew e Micronew não sendo significativamente diferente uma da outra. Nanoindentação de resinas compostas, usando uma matriz de 10 x 10 indentações, resultou em uma larga variação nos valores mensurados para a dureza e módulo de elasticidade devido ao tamanho das partículas de carga, a localização da indentação dentro das partículas de carga, a composição das partículas de carga, e a localização do indentador dentro da matriz partícula/resina.

Sadr et al.⁴³ (2007) avaliaram a resistência de união a dentina por teste de micro-cisalhamento, e as propriedades mecânicas de adesivos autocondicionantes de um passo e dois passos, após diferentes tempos de evaporação com jato de ar, previamente a fotopolimerização. Pré-molares superiores humanos hígidos foram utilizados neste estudo. Os dentes foram lavados e armazenados em 0,02% de solução Timol imediatamente após a extração até o momento do experimento. Fatias de dentina superficial, de aproximadamente 2 mm de espessura cada, foram preparadas por remoção do esmalte oclusal e corte perpendicular às superfícies proximais usando serra Isomet (Buehler / EUA) em

baixa velocidade. A superfície de cada fatia de dentina foi polida com lixa de carbeto de silício #600 com água para criar uma *smear layer* na dentina. Trinta fatias foram aleatoriamente distribuídas em 6 grupos e tratadas com um dos sistemas adesivos. Para o grupo do adesivo Clearfil SE Bond [SE] (Kuraray, Japão), o SE primer foi aplicado com o aplicador do próprio fabricante, esfregando na superfície dentinária por 20 s. A dentina com primer foi seca com ar comprimido livre de óleo em uma pressão de 4 kgf/cm² a uma distância de 5 cm, com seringa tríplice por 2, 5 ou 10 s para os grupos SE2, SE5 ou SE10, respectivamente. Após o passo do primer, o SE bond foi aplicado na superfície dentinária e com um jato de ar de aproximadamente 2 kgf/cm² foi esparramado para deixar uma camada homogênea. Para o grupo do adesivo autocondicionante de um passo Clearfil Tri-S bond [TS] (Kuraray, Japão) o primer e o adesivo foram aplicados na superfície dentinária esfregando por 20 s. A superfície dentinária tratada foi seca como descrito para o SE primer para formar os grupos TS2, TS5 e TS10. Para o teste de nanoindentação, seis fatias de dentina (três de cada material) foram preparadas como descrito acima, o adesivo foi fotopolimerizado por 10 s e em seguida restaurados com uma camada de compósito (aproximadamente 1 mm de espessura) e fotopolimerizados por 40 s. Após armazenagem em água deionizada por 24 h a 37°C os espécimes foram seccionados perpendicularmente a superfície de união em duas metades. As amostras resultantes foram embebidas em resina epóxica com a interface resina-dentina para fora, polidas em água corrente com lixas de carbeto de silício de abrasividade decrescente (#600 a #1500) e finalmente polidas com pastas diamantadas de tamanho de partículas decrescente até 0,25 µm. Após o polimento, as nanoindentações foram feitas em temperatura constante de 27,5°C com uma ponta Berkovich. As posições de indentação foram programadas aproximadamente na metade da largura da camada do adesivo. Os valores foram obtidos de 20 indentações com sucesso em cada amostra, feitas com taxa constante de carregamento de 10 mgf/s, com carga crescente de até 250 mgf (aproximadamente 2,5 mN). A taxa foi mantida constante por adição de um incremento de carga de 0,1 mgf para a carga atual por um intervalo de 10 ms. Após o passo de carregamento, a máxima carga foi segurada por 60 s, seguido por um descarregamento no qual a carga foi gradualmente removida. Os menores valores de resistência de união ao micro-cisalhamento, nanodureza e fluência foram obtidos com 2 s de jato de ar de cada material. Após 10 s de jato de ar, SE mostrou propriedades superiores quando

comparado ao grupo TS. Desta forma, concluíram que quando devidamente manipulados, os adesivos autocondicionantes de dois passos funcionam melhor do que adesivos de passo único. O jato de ar é um passo crucial na aplicação de adesivos com solvente e pode afetar a performance clínica deles, através de mudanças na resistência de união e alteração das propriedades mecânicas em nano escala.

3 PROPOSIÇÃO

3.1 PROPOSIÇÃO GERAL

O propósito deste estudo foi avaliar a dureza e o módulo de elasticidade da interface de união dentina-resina formada por adesivos convencionais de dois passos em função de diferentes formas de aplicação do sistema adesivo em diferentes umidades dentinárias.

3.2 PROPOSIÇÃO ESPECÍFICA

1. Avaliar a influência do tipo de adesivo (à base de água/etanol ou acetona) nos valores de dureza e módulo de elasticidade da interface de união dentina-resina.

2. Avaliar a influência da forma de aplicação do sistema adesivo (ativa x inativa) nos valores de dureza e módulo de elasticidade da interface de união dentina-resina.

3. Avaliar a influência da umidade dentinária (seca ou idealmente úmida) nos valores de dureza e módulo de elasticidade da interface de união dentina-resina.

4. MATERIAL E MÉTODOS

4.1. DELINEAMENTO EXPERIMENTAL E MATERIAIS UTILIZADOS

Este trabalho foi desenvolvido no Programa de Pós-graduação em Odontologia – Mestrado do Departamento de Odontologia com o apoio dos laboratórios de Metalografia e Microscopia Eletrônica de Varredura, localizados no CIPP - Centro Interdisciplinar de Pesquisa e Pós-Graduação da Universidade Estadual de Ponta Grossa (UEPG) e do Laboratório de Propriedades Nanomecânicas da Universidade Federal do Paraná (UFPR).

O presente estudo foi aprovado pelo Comitê de Ética em Pesquisa da Universidade Estadual de Ponta Grossa sob parecer nº 44/2006 e Protocolo: 06257/06 (Anexo). Foram utilizados 24 terceiros molares extraídos e livres de cáries, divididos em 8 condições experimentais de acordo com a combinação dos fatores: Adesivos (AdperTM Single Bond 2 [SB] - 3M ESPE, St. Paul, MN, EUA e One Step Plus [OS] - Bisco, Schaumburg, IL, EUA), Umidade Dentinária (seca e úmida) e Forma de Aplicação do Adesivo (Aplicação Ativa e Aplicação Inativa). Foram utilizados 3 dentes por condição experimental.

Neste estudo foram utilizados dois adesivos convencionais de 2 passos (Figura 4.1 a e b), que preconizam a técnica do condicionamento ácido total e uma resina composta nanoparticulada (Figura 4.1 c). A diferença entre os sistemas adesivos que mais se relaciona com a proposta do trabalho é o solvente presente em cada sistema: 1) AdperTM Single Bond 2 (SB) à base de água/etanol e 2) One Step Plus (OS) à base de acetona. Suas composições e modos de aplicações estão descritos na tabela 4.1.

4.2 PREPARO DAS AMOSTRAS

Foram utilizados no estudo 24 terceiros molares humanos hígidos (Figura 4.2 a), extraídos por indicação odontológica, desinfetados em solução de cloramina a 0,5% e armazenados em água destilada até o momento dos testes. O

esmalte da superfície oclusal dos molares foi desgastado com lixa de carbeto de silício (granulação 180) sob irrigação de água até ser obtida uma superfície dentinária plana (Figura 4.2 b). Para se obter uma camada de esfregaço (*smear layer*) padronizada, as superfícies foram tratadas com lixas de carbeto de silício sob irrigação (granulação 600) por 60 s (Figura 4.2 c).

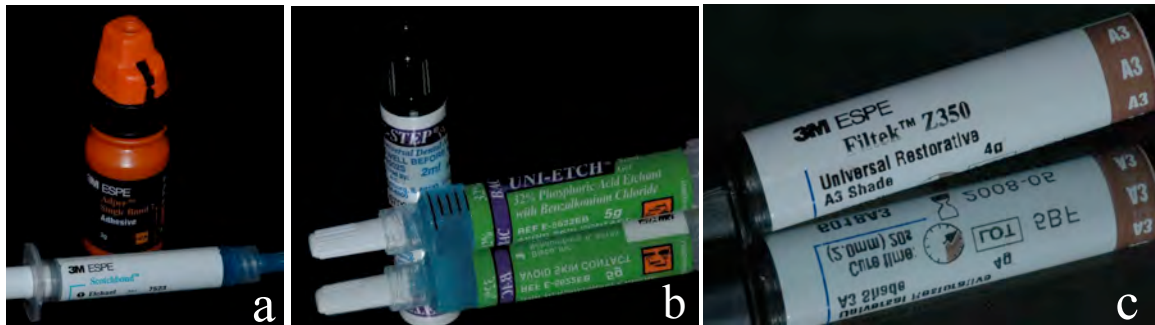


Figura 4.1- Em (a) adesivo AdperTM Single Bond 2 e ácido fosfórico ScotchbondTM 35%; (b) adesivo One-Step Plus e ácido fosfórico Uni-etch 32% e (c) resina composta FiltekTM Z350 A3.



Figura 4.2- Molar hígido (a), remoção do esmalte oclusal (b) e aspecto da superfície preparada com lixa # 600 (c).

Material	Composição	Modo de aplicação
Adper TM Single Bond 2 (3M ESPE) Lote: 7KH	1- Scotchbond TM - Ácido fosfórico 35% (3M ESPE). Lote: 6GK 2- Adesivo: Partículas de carga, Bis-GMA, HEMA, dimetacrilatos, copolímero de ácido polialquenoico, iniciadores, água e etanol.	a) Condicionamento ácido (15 s), lavagem (15 s), secagem deixando a dentina com a umidade correspondente a cada grupo (seca com jato de ar por 30 s ou reumedecida com 1,5 µl). b) Aplicação de duas camadas do adesivo (10 s), com evaporação do solvente com jato de ar (10 s a 20 cm de distância) entre cada aplicação. c) Fotoativação (20 s - 600 mW/cm ²).
One Step Plus (Bisco) Lote: 0700004208	1- Uni-etch - Ácido fosfórico 32% (Bisco). Lote: 0700004189 2- Adesivo: Bis-GMA, HEMA, BPDM, partículas de carga, fotoiniciadores e acetona.	a) Condicionamento ácido (15 s), lavagem (15 s), secagem deixando a dentina com a umidade correspondente a cada grupo (seca com jato de ar por 30 s ou reumedecida com 3,5 µl). b) Aplicação de duas camadas do adesivo (10 s), com evaporação do solvente com jato de ar (10 s a 20 cm de distância) entre cada aplicação. c) Fotoativação (20 s - 600 mW/cm ²).
Filtek TM Z350 (3M ESPE) Lote: 7HW	1- Bis-GMA, UDMA, Bis-EMA e TEGDMA, partículas de sílica e zircônia. 2- Conteúdos adicionais: estabilizadores, catalisador e pigmentos. 3- Tamanho das partículas (partículas nanométricas com tamanho de 5 a 20 nm e aglomerados dessas partículas com tamanho de 0,6 a 1,4 µm) e aproximadamente 78,5% de partículas.	a) Cada incremento (1,0 mm). b) Fotoativação de cada incremento (30 s com 600 mW/cm ²).

Quadro 4.1 - Material (fabricante), lote, composição e modo de aplicação dos materiais usados.

O condicionamento ácido da superfície oclusal foi realizado com o respectivo ácido dos diferentes sistemas adesivos (Quadro 4.1) (Figura 4.3 a). Contrário às instruções dos fabricantes, a superfície foi lavada com água destilada por 15 s e secada com um jato de ar por 30 s para haver o colapso das fibras colágenas (Figura 4.3 b). Os adesivos foram aplicados na superfície dentinária seca ou reumedecida com diferentes quantidades de água (1,5 µl para SB e 3,5 µl para OS) (Reis et al.¹¹ 2003) (Figura 4.3 c) medidas com uma micropipeta (Pipetman, Gilson, NY, EUA).

Os adesivos foram aplicados na dentina da seguinte forma: aplicação inativa e ativa. Na aplicação inativa os adesivos foram apenas espalhados sobre a dentina por um período de aproximadamente 3 s e mantidos na superfície por 7 s (Figura 4.3 d). Posteriormente, um jato de ar foi aplicado por 10 s, a uma distância de 20 cm (Figura 4.3 e). Na aplicação ativa o adesivo foi vigorosamente esfregado na superfície dentinária por aproximadamente 10 s (Figura 4.3 d). Um jato de ar foi aplicado por 10 s a uma distância de 20 cm (Figura 4.3 e) (Dal-Bianco et al.¹⁷ 2006).

Para todos os adesivos destes dois grupos, uma segunda camada de adesivo foi aplicada da mesma forma como a primeira camada. Os adesivos foram fotoativados pelo tempo de 20 s (Figura 4.3 f) com um aparelho de luz de lâmpada halógena (Optilux Demetron 401, Kerr, CA, EUA) na densidade de potência de aproximadamente 600 mW/cm², aferidos com o radiômetro (Curing Radiometer Model 100 - Demetron Research Corporation, CA, EUA).

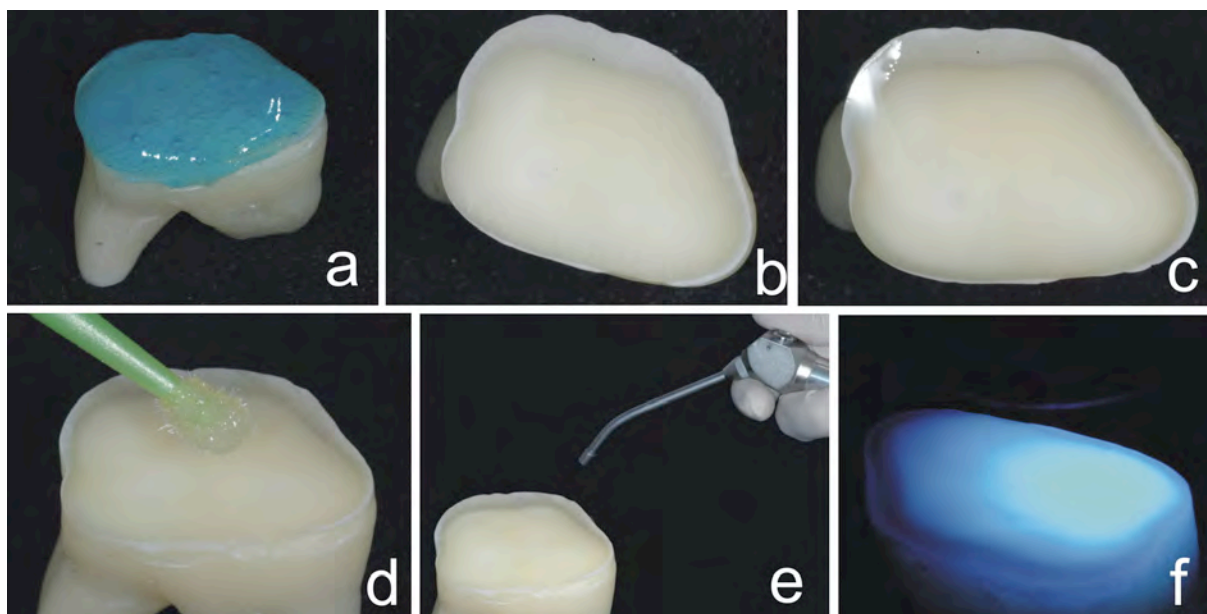


Figura 4.3-Procedimento adesivo: condicionamento ácido (a); dentina condicionada, lavada e seca (b); dentina reumedecida (c); aplicação do sistema adesivo (d); evaporação do solvente do adesivo (e); fotoativação (f).

Após os procedimentos adesivos, 03 incrementos de 1,0 mm de espessura de resina composta FiltekTM Z350 (3M ESPE, St. Paul, MN, EUA) foram confeccionados e fotoativados individualmente por 30 s (Figura 4.4). Ao término, as unidades experimentais foram armazenadas em água destilada por 24 h.

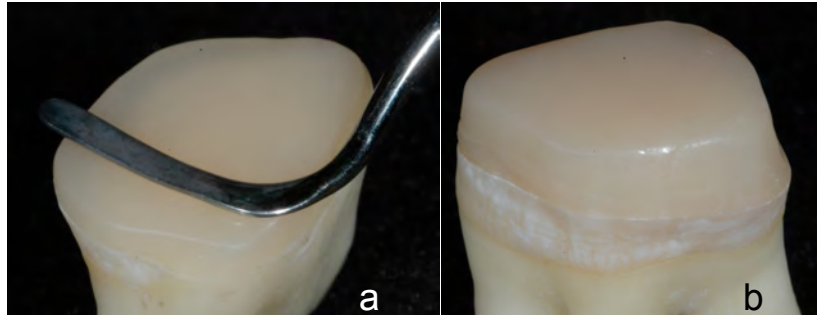


Figura 4.4- Procedimento restaurador: aplicação dos incrementos de resina composta (a); amostra restaurada (b).

Em seguida, cada unidade experimental foi colada com godiva em bastão (Kerr, CA, EUA) e cera pegajosa a um dispositivo da máquina para corte seriado (Isomet 1000, Buehler Ltda, Lake Bluff, IL, EUA) (Figura 4.5). Foram realizadas seqüências de cortes perpendiculares à interface de união dente-resina para obtenção de fatias de aproximadamente 1,5 mm de espessura, sem qualquer remanescente de esmalte. O remanescente de dentina foi mensurado nos corpos-de-prova provenientes do teto da câmara pulpar para verificar a profundidade da dentina.

Foram utilizados três dentes por condição experimental e uma fatia (amostra) foi selecionada da região central de cada dente para o teste de nanoindentação.

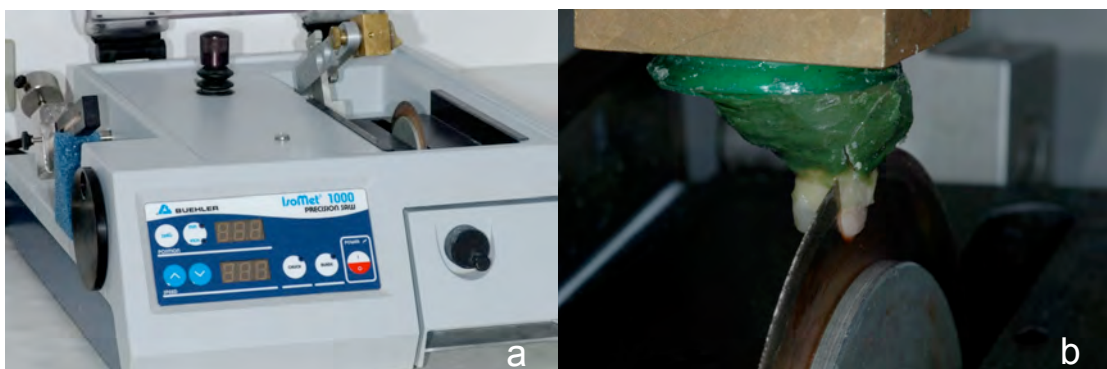


Figura 4.5- Máquina para corte seriado Isomet (a); amostra colada com godiva em bastão e cera pegajosa em um dispositivo previamente ao corte (b).

4.3 EMBUTIMENTO E POLIMENTO DAS AMOSTRAS

Para facilitar o manuseio das amostras utilizadas neste trabalho, foi usada a técnica de embutimento. Para tal foram utilizados anéis com 21 mm de diâmetro e 5 mm de altura, seccionados de um tubo de PVC cilíndrico como é observado na Figura 4.6.

Os anéis (matrizes de PVC) foram colocados em cima de uma lâmina de vidro. A superfície da lâmina de vidro que fica em contato com os anéis e a parte interna dos mesmos foi revestida com uma camada de vaselina sólida para reter a resina e também para facilitar a remoção dos cilindros de resina.

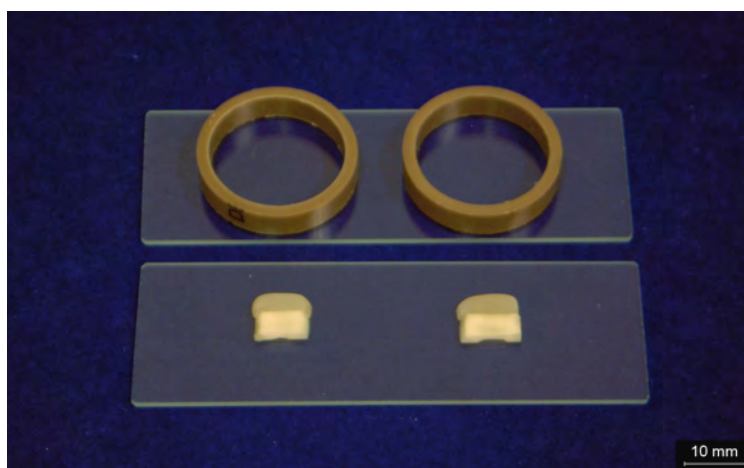


Figura 4.6- Imagem mostrando na parte superior dois anéis de PVC colocados sobre uma lâmina de vidro, utilizados para o embutimento das amostras. Na parte inferior duas fatias de dente contendo a interface de união dente-resina.

A resina empregada para o embutimento das amostras foi uma resina de poliéster indicada para moldes (Milflex, Milflex Indústrias Químicas Ltda, São Bernardo do Campo, SP, Brasil). Para o endurecimento foi utilizado um catalisador fornecido pela mesma empresa, anteriormente citada. A proporção utilizada foi indicada pelo fabricante, a qual é de 25 gotas de catalisador para cada 100 g de resina. Após 24 h, os cilindros de resina foram retirados dos anéis de PVC e imediatamente lavados com água para remoção completa da vaselina utilizada. A amostra foi fixada a um dispositivo para facilitar o manuseio (Figura 4.7 a) e

posteriormente foi feito o polimento metalográfico para produzir superfícies lisas necessárias para os experimentos de nanoindentação.

O polimento inicial foi realizado com lixas de carbeto de silício de abrasividade decrescente (600, 1000, 1200, 1500 e 2000) em movimentos manuais no sentido longitudinal, com água (Figura 4.7 b). Posteriormente, foram utilizados discos de feltro macios com duas sucessivas pastas diamantadas, com tamanhos de partículas de 1 e 0,25 μm , em uma máquina politriz Aropol S (Arotec, Cotia, SP, Brasil) em 300 rpm (Figura 4.7 c). Entre cada passo do polimento, todas as amostras foram ultrassonicamente lavadas em água destilada por 5 min para limpeza do material removido da matriz e, após o final do polimento todas as amostras foram limpas ultrassonicamente por 20 min (Figura 4.7 d). A Figura 4.7e ilustra uma fatia embutida em resina de poliéster e devidamente polida.

Durante a preparação das amostras e até o momento dos testes, todas foram deixadas em água destilada, em temperatura ambiente, e foram testadas dentro de 48 h do final do polimento.

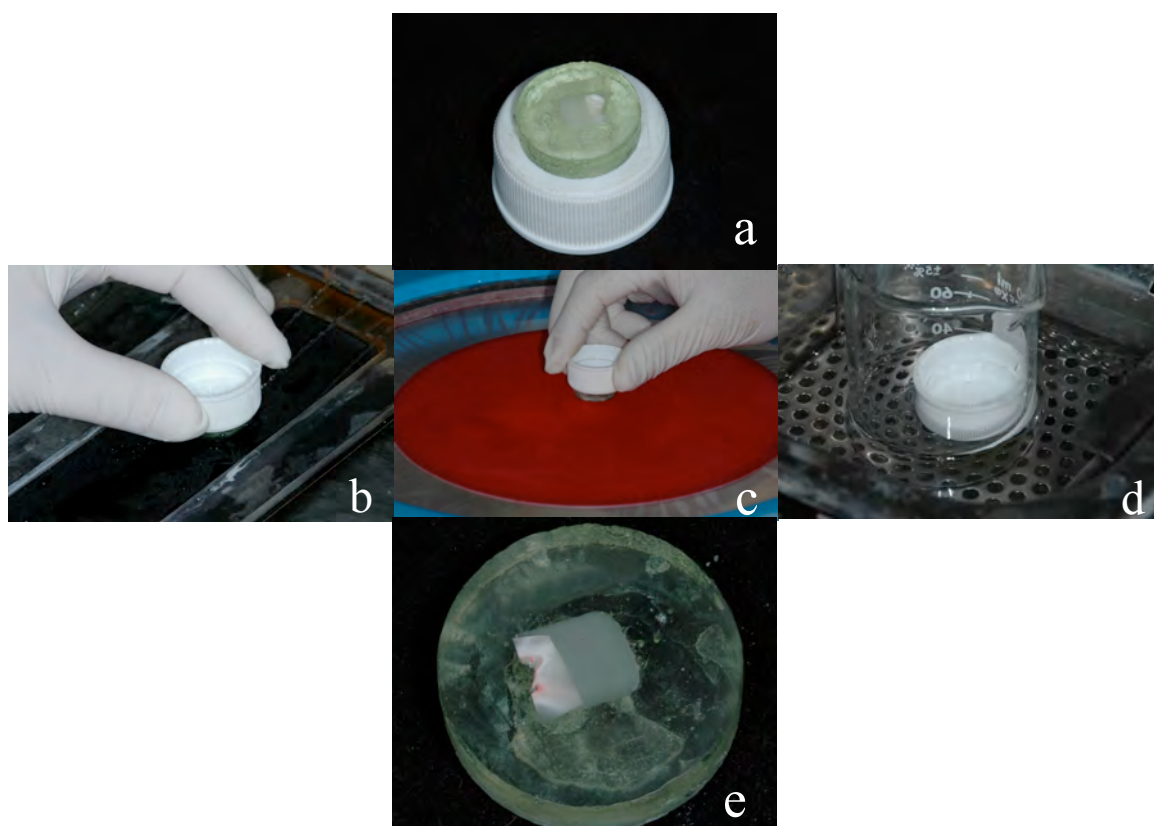


Figura 4.7- Amostra fixada ao dispositivo (a), Polimento da amostra com lixas de decrescentes abrasividades (b), Polimento da amostra com discos de feltro e pastas diamantadas (c), Limpeza ultrassônica da amostra (d), Cilindro de resina de poliéster com uma fatia do dente embutida e devidamente polida (e).

4.4 CARACTERIZAÇÃO DAS PROPRIEDADES MECÂNICAS NA INTERFACE DE UNIÃO RESINA-DENTINA POR MEIO DA TÉCNICA DE NANOINDENTAÇÃO.

Consiste em estimar as propriedades elásticas e plásticas da interface de união resina-dentina, formada por diferentes condições experimentais.

Todos os experimentos de nanoindentação para obtenção das grandezas dureza e módulo de elasticidade das amostras em estudo neste trabalho foram realizados usando um Nano Indenter® XP (MTS®, MN, EUA) mostrado na Figura 4.8, localizado no Laboratório de Propriedades Nanomecânicas da UFPR.



Figura 4.8- Vista do conjunto Nano Indenter® composto pela cabine isoladora e pelo conjunto de programação e controle formado pela estação de trabalho com seus periféricos: dois monitores de imagens e uma impressora.

4.4.1 Técnica da Nanoindentação

A técnica de nanoindentação consiste em fazer penetrar uma ponta de diamante no material, controlando e registrando a carga e a profundidade de penetração, a qual é feita em escala nanométrica. Os dados produzidos são colocados num diagrama força-deslocamento, o qual descreve uma curva denominada carga-descarga (Figura 4.9). Durante a indentação, a carga (P) e a profundidade de penetração (h) são registradas em função do tempo. A curva de carregamento refere-se à penetração do indentador na amostra até uma carga máxima pré-estabelecida e a curva de descarregamento se refere à remoção da carga e diminuição da profundidade de indentação em função do tempo. Estas curvas fornecem as informações sobre um determinado ensaio e servem para caracterizar as propriedades mecânicas das amostras.

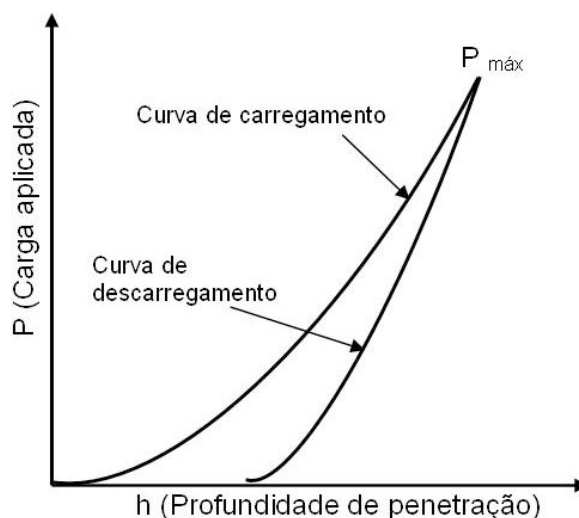


Figura 4.9- Representação esquemática da curva típica da carga aplicada (mN) versus profundidade de penetração (nm) realizada para cada indentação na amostra.

Em estudos piloto foram determinados os procedimentos adequados e necessários para realização dos ensaios de nanoindentação. As cargas utilizadas foram pré-selecionadas em 0,1 ou 5 gf dependendo da região indentada e aplicadas em um único ciclo de carregamento-descarregamento. Os testes foram realizados

em atmosfera e temperatura ambientes (24°C), utilizando uma ponta de diamante piramidal de base triangular denominada Berkovich (Figura 4.10), em amostras que foram mantidas secas no momento dos testes, pois de acordo com os estudos piloto sugere-se não haver diferenças quando comparadas com as amostras mantidas úmidas durante todos os testes (Apêndice A).

As regiões sobre a amostra foram examinadas e selecionadas para indentação utilizando um microscópio ótico e uma mesa móvel (sistema X-Y), instalada dentro do dispositivo mostrado na Figura 4.10.

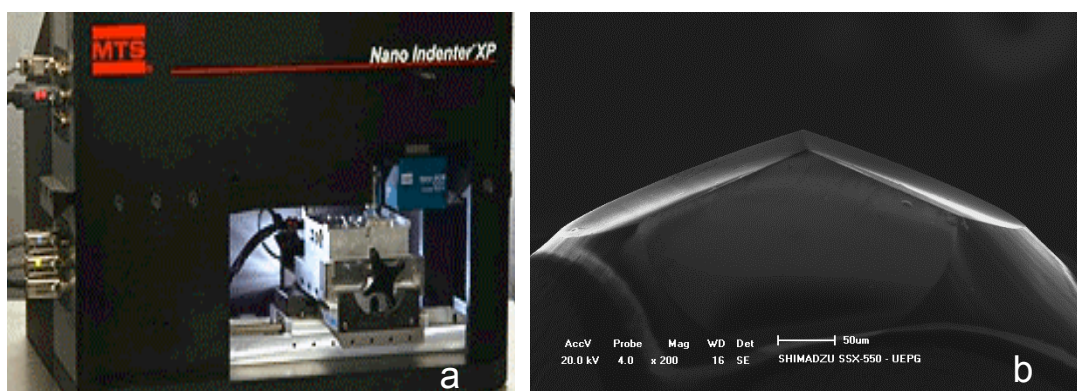


Figura 4.10- Vista mais aproximada do dispositivo de ensaios onde se realizam as nano-indentações (a). Ponta de diamante piramidal de base triangular Berkovich (b).

Antes de iniciar as mensurações, 2 grupos de 9 indentações para cada região foram programados por meio de um controle remoto de vídeo conectado à luz do microscópio óptico do nanoindentador.

Para a exata mensuração dos valores de dureza e módulo de elasticidade, a distância entre cada indentação deve ser de no mínimo cinco vezes o tamanho da deformação plástica formada por cada indentação (Urabe et al.³⁵ 2000). Desta forma, de acordo com os tamanhos das indentações calculados em testes pilotos, na região R1 (resina composta) a carga utilizada foi de 5 gf e o intervalo entre cada indentação foi maior que 20 µm. Na região R2 (camada de adesivo dentinário) a carga utilizada foi de 5 gf, com intervalo de no mínimo 10 µm entre cada indentação. Na região R3 (camada híbrida) a carga utilizada foi de 0,1-0,2 gf e o intervalo entre cada indentação foi maior do que 3 µm. Na região R4 (dentina) a

carga utilizada foi de 5 gf, com intervalo de no mínimo 20 μm entre cada indentação (Figura 4.11).

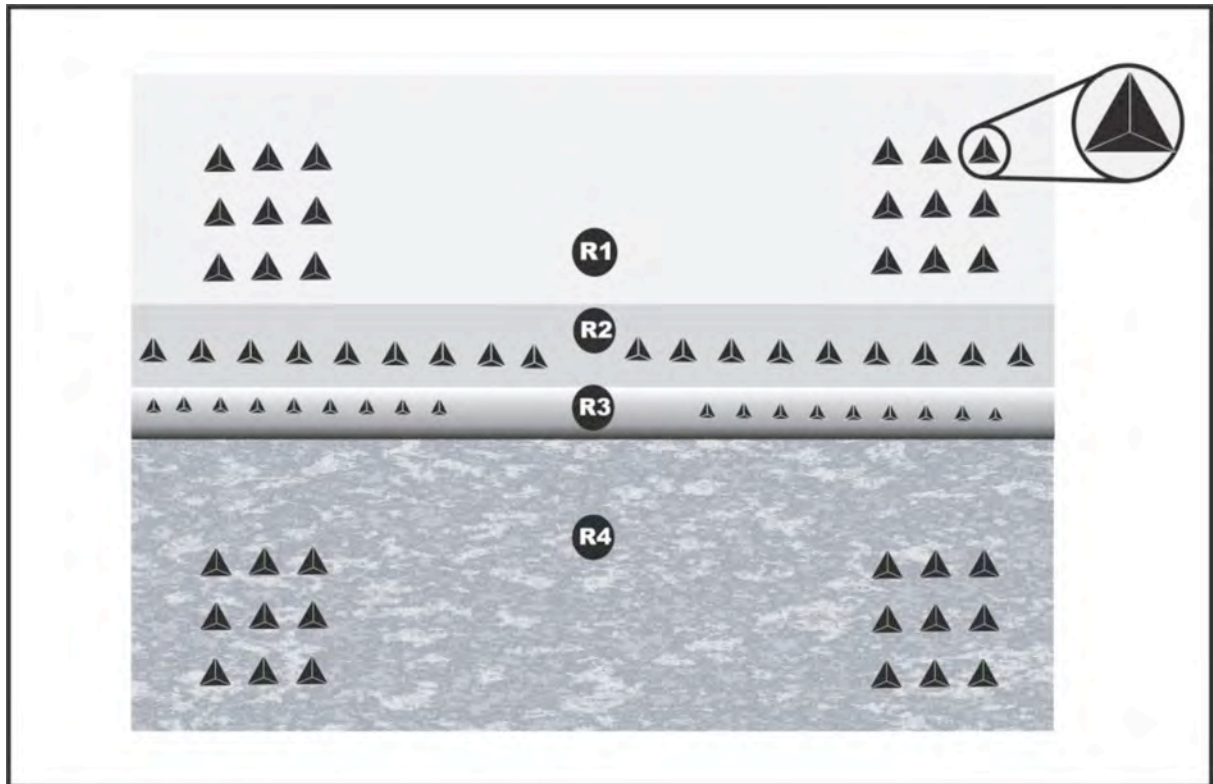


Figura 4.11- Desenho esquemático mostrando as quatro regiões distintas contendo dois grupos de nove indentações para cada região: (R1) corresponde à resina composta, (R2) corresponde ao centro de massa relativa da espessura da camada de adesivo dentinário, (R3) na região superior da massa relativa da espessura da camada híbrida e (R4) corresponde à dentina.

A velocidade de aproximação do indentador em direção à superfície da amostra foi de 10 nm/s. Após o contato, o tempo utilizado durante o ciclo de indentação tanto para o carregamento quanto para o descarregamento foi de 5 s. Entre o ciclo de carregamento e de descarregamento a carga foi mantida constante por um período de 10 s.

4.4.2 Dureza

É uma propriedade mecânica importante utilizada na especificação de materiais. Não possui uma definição absoluta, entretanto, é citada como sendo uma medida da resistência do material à deformação plástica (Brotzen⁴⁴ 1994).

Tradicionalmente, a dureza do material é obtida fazendo uma penetração a uma determinada carga. Quando da remoção da carga, após um curto período de tempo, a superfície da amostra é analisada através de microscópio óptico para determinar a área da impressão residual plástica. A dureza é então definida como a razão entre a carga máxima de penetração e a área medida.

Em nanoindentação, o penetrador mais usado na determinação das propriedades elásticas e plásticas é o Berkovich. A dureza (H) é definida como a pressão média que o material suporta sob carregamento, sendo calculada da seguinte expressão:

$$H = \frac{P_{máx}}{A} \quad (1)$$

onde, A é a área projetada do contato. Substituindo a equação 1, para um penetrador Berkovich ideal, em 2 leva a (Oliver e Pharr⁴⁵ 1992):

$$H = \frac{P_{máx}}{24,5h_c^2} \quad (2)$$

em que h_c é a profundidade de contato estabelecido entre a ponta Berkovich e a amostra. É observado que o valor da dureza, utilizando-se a definição acima, pode ser diferente do valor obtido mediante uma definição mais convencional na qual a área é determinada pela medida direta do tamanho da impressão residual (Brotzen⁴⁴ 1994, Oliver, Pharr⁴⁵ 1992).

4.4.3 Módulo de Elasticidade

Os valores dos módulos de elasticidade das amostras foram obtidos das curvas geradas num experimento de indentação usando um nanoindentador. A

idéia básica é que, mesmo para materiais que exibem deformação plástica durante o carregamento, o início do descarregamento é elástico. O módulo de elasticidade reduzido do espécime pode ser determinado a partir da inclinação da curva de descarregamento. Uma equação foi derivada para o módulo de elasticidade reduzido, E_r (Oliver, Pharr⁴⁵ 1992):

$$E_r = \frac{\sqrt{\pi}}{2\beta} \frac{S_{\max}}{\sqrt{A}} \quad (3)$$

onde β é uma constante que depende da geometria do penetrador. $S_{\max} = (dP/dh)$ é a rigidez obtida experimentalmente da parte superior da curva de descarregamento. (A) é a área de contato projetada, P é a carga e h é o deslocamento do penetrador. E_r é o módulo de elasticidade reduzido, o qual inclui os efeitos de penetradores não rígidos, isto é, está relacionado com o módulo de elasticidade do espécime e do penetrador através da seguinte equação:

$$\frac{1}{E_r} = \frac{1-\nu_i^2}{E_i} + \frac{1-\nu^2}{E} \quad (4)$$

onde E_i e ν_i são o módulo de elasticidade e a coeficiente de Poisson do material do indentador e E e ν são o módulo de elasticidade e a coeficiente de Poisson do material penetrado.

4.5 MICROSCOPIA ÓPTICA E ELETRÔNICA DE VARREDURA (MEV)

Neste estudo foi utilizado microscópio óptico e eletrônico de varredura (MEV), ambos instalados nos laboratórios de Metalografia e Microscopia Eletrônica de Varredura, localizados no CIPP - Centro Interdisciplinar de Pesquisa e Pós-Graduação da Universidade Estadual de Ponta Grossa.

A microscopia óptica foi realizada com o microscópio OLYMPUS – BX 51 (Olympus, Tokyo, Japão) (Figura 4.12) para análise da superfície das amostras durante o polimento metalográfico e para identificação das indentações realizadas nas regiões R1, R2 e R4 (Figura 4.11).

As indentações realizadas na região R3 (Figura 4.11) foram analisadas por microscopia eletrônica de varredura, devido à utilização de cargas muito

pequenas durante os ensaios mecânicos e por serem regiões de dimensões micrométricas. Para visualização das indentações no microscópio eletrônico de varredura foi realizado réplicas das amostras embutidas e indentadas. Primeiramente, foi realizada uma moldagem das amostras com um material à base polivinilsiloxano leve (Virtual Light Body, Ivoclar Vivadent AG, Schaan, Liechtenstein) e pesado (Virtual putty, Ivoclar Vivadent AG), que foram manipulados com proporções iguais das pastas base e catalisadora. Após o tempo de presa de 5 min, a moldagem foi removida e mantida em repouso por um tempo de 30 min. Logo após este período, a réplica da amostra foi confeccionada com uma resina epóxi (Resina GII, Polipox, São Paulo, Brasil), que foi manipulada por 2 min na proporção de 2:1 de base/endurecedor e mantida em repouso por 20 min. Passados esse tempo, a resina foi vazada na moldagem e após o tempo total de cura da resina (24 h) a réplica foi removida, recoberta com ouro e observada no microscópio eletrônico de varredura (Figura 4.13).



Figura 4.12- Microscópio óptico BX 51 (OLYMPUS).

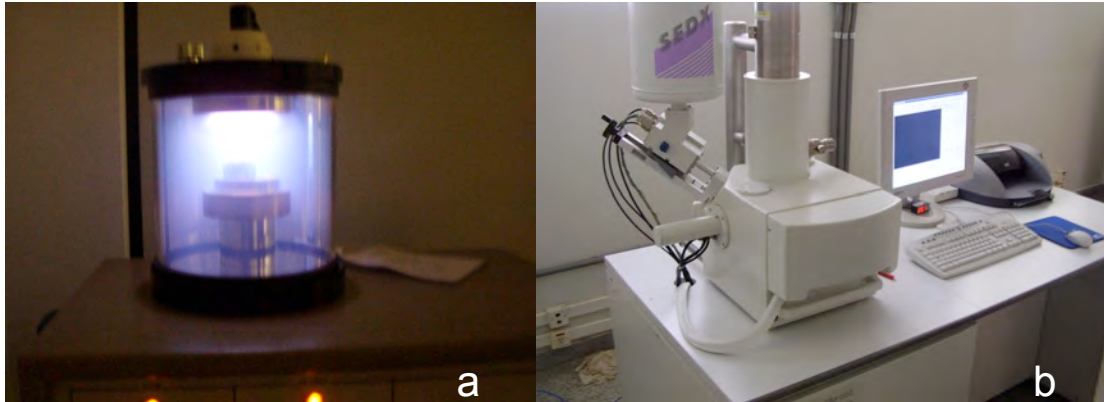


Figura 4.13- Espécime recoberto por ouro (a); Microscópio eletrônico de varredura (MEV) (b).

4.6 ANÁLISE DOS DADOS

Os valores de nanodureza e módulo de elasticidade das regiões correspondentes ao sistema adesivo e camada híbrida foram submetidos a uma análise de variância de 3 fatores de medidas repetidas (Sistema adesivo X Umidade dentinária X Forma de aplicação) e ao teste de comparações múltiplas de Tukey ($\alpha=0,05$). O programa estatístico utilizado foi o Statistica (Stat Soft[®], Inc. São Caetano do Sul-SP- BRASIL).

Como a resina composta empregada no estudo foi a mesma para todas as condições experimentais, uma única média e desvio padrão foi realizada, sendo o mesmo procedimento realizado para o substrato dentinário.

5 RESULTADOS

5.1 RESINA COMPOSTA

As médias e desvios padrões (GPa) da **dureza** e do **módulo de elasticidade** da resina composta foram respectivamente $1,02 \pm 0,07$ e $14,94 \pm 0,67$.

5.2 SISTEMA ADESIVO

As médias e os desvios padrões da **dureza** e do **módulo de elasticidade** do sistema adesivo de todos os grupos experimentais estão apresentados nas tabelas 5.1 e 5.3 respectivamente. A análise de variância de 3 fatores para a variável **dureza** demonstrou que a interação tripla ($p=0,0039$), a dupla Sistema adesivo vs. Umidade dentinária ($p=0,0039$), assim como os fatores principais Sistema adesivo ($p<0,0001$) e Umidade dentinária ($p=0,0008$) foram estatisticamente significantes. As interações duplas Sistema adesivo vs. Forma de Aplicação ($p=0,15$) e Umidade dentinária vs. Forma de aplicação ($p=0,16$) não foram estatisticamente significantes, bem como o fator principal Forma de aplicação ($p=0,53$).

Como pode ser observado na Tabela 5.1, os valores de dureza para o Adesivo One Step Plus foram semelhantes em todas as condições do estudo, enquanto para o adesivo AdperTM Single Bond 2 a menor média de dureza foi observada no grupo em que o adesivo foi aplicado ativamente sob dentina seca.

Tabela 5.1 - Médias e desvios padrões (GPa) dos valores de dureza da camada de adesivo para todas as condições experimentais do estudo.

Adesivo	Aplicação Ativa		Aplicação Inativa	
	Dentina úmida	Dentina seca	Dentina úmida	Dentina seca
Adper TM Single Bond 2	0,39 ± 0,04 a	0,32 ± 0,05 b	0,37 ± 0,08 a	0,37 ± 0,06 a
One Step Plus	0,29 ± 0,04 b,c	0,31 ± 0,06 b,c	0,30 ± 0,07 b,c	0,28 ± 0,04 c

Letras iguais significam médias estatisticamente semelhantes

As médias e os desvios padrões da interação dupla Sistema adesivo vs. Umidade dentinária podem ser visualizados na Tabela 5.2. Pode-se verificar que a umidade da dentina afetou significativamente apenas os valores de dureza do adesivo AdperTM Single Bond 2, que por sua vez foram, em ambas as condições de umidade, superiores aos valores aferidos com o adesivo One Step Plus.

Tabela 5.2 - Médias e desvios padrões (GPa) dos valores de dureza da camada de adesivo para a interação Sistema adesivo vs. Umidade dentinária.

Sistema adesivo	Dentina Úmida	Dentina Seca
Adper TM Single Bond 2	0,38 ± 0,06 a	0,35 ± 0,06 b
One Step Plus	0,29 ± 0,06 c	0,30 ± 0,05 c

Letras iguais significam médias estatisticamente semelhantes

A análise de variância de 3 fatores para a variável **módulo de elasticidade** mostrou que a interação tripla foi estatisticamente significativa ($p=0,0055$). As interações duplas Sistema adesivo vs. Forma de aplicação ($p=0,0068$) e Sistema adesivo vs. Umidade dentinária ($p=0,0002$) também foram estatisticamente significantes, assim como os fatores principais Sistema Adesivo ($p=0,0003$), Umidade dentinária ($p=0,0051$) e Forma de aplicação ($p=0,015$). A interação dupla Umidade dentinária vs. Forma de aplicação ($p=0,75$) não foi estatisticamente significativa. Pode-se observar na Tabela 5.3 que a maior média do módulo de elasticidade foi observada para o adesivo AdperTM Single Bond 2 aplicado em dentina úmida sob agitação.

Tabela 5.3 - Médias e desvios padrões (GPa) dos valores de módulo de elasticidade da camada de adesivo para todas as condições experimentais do estudo.

Adesivo	Aplicação Ativa		Aplicação Inativa	
	Dentina úmida	Dentina seca	Dentina úmida	Dentina seca
Adper TM Single Bond 2	7,13 ± 0,80 a	6,07 ± 1,00 c,d	6,76 ± 1,01 a,b	6,38 ± 1,01 b,c
One Step Plus	5,72 ± 0,82 d	6,09 ± 1,34 b,c,d	6,55 ± 1,58 a,b,c	6,38 ± 1,09 b,c

Letras iguais significam médias estatisticamente semelhantes

As médias e os desvios padrões da interação dupla Sistema adesivo vs. Forma de aplicação estão apresentados na Tabela 5.4. Pode-se observar nesta tabela que os valores do módulo de elasticidade foram maiores para o sistema adesivo AdperTM Single Bond 2, porém estatisticamente significante somente quando a aplicação ativa foi empregada. A forma de aplicação não influenciou nos valores de módulo de elasticidade do sistema adesivo AdperTM Single Bond 2, entretanto maiores valores foram encontrados quando o adesivo One Step Plus foi aplicado de forma inativa.

Tabela 5.4 - Médias e desvios padrões (GPa) dos valores de módulo de elasticidade da camada de adesivo para a interação Sistema adesivo vs. Forma de aplicação.

Sistema adesivo	Aplicação Ativa	Aplicação Inativa
Adper TM Single Bond 2	6,56 ± 1,05 a	6,54 ± 1,02 a
One Step Plus	5,91 ± 1,12 b	6,47 ± 1,35 a

Letras iguais significam médias estatisticamente semelhantes

As médias e os desvios padrões da interação dupla Sistema adesivo vs. Umidade dentinária também foram tabelados e estão apresentados na tabela 5.5. O módulo de elasticidade foi maior quando aplicou-se o adesivo AdperTM Single Bond 2 em substrato dentinário úmido, em outras palavras pode-se dizer que a umidade dentinária apenas afetou o módulo de elasticidade do adesivo supracitado.

Tabela 5.5 - Médias e desvios padrões (GPa) dos valores de módulo de elasticidade da camada de adesivo para a interação Sistema adesivo vs. Umidade dentinária.

Sistema adesivo	Dentina Úmida	Dentina Seca
Adper TM Single Bond 2	6,93 ± 0,93 a	6,24 ± 1,02 b
One Step Plus	6,14 ± 1,32 b	6,24 ± 1,22 b

Letras iguais significam médias estatisticamente semelhantes

5.3 CAMADA HÍBRIDA

As médias e os desvios padrões da dureza e do módulo de elasticidade da camada híbrida de todos os grupos experimentais estão apresentados nas tabelas 5.6 e 5.7, respectivamente.

Tabela 5.6 - Médias e desvios padrões (GPa) dos valores de dureza da camada híbrida para todas as condições experimentais do estudo.

Sistema adesivo	Aplicação Ativa		Aplicação Inativa	
	Dentina úmida	Dentina seca	Dentina úmida	Dentina seca
Adper TM Single Bond 2	0,27 ± 0,10 c	0,37 ± 0,14 b,c	0,29 ± 0,15 c	0,29 ± 0,22 c
One Step Plus	0,45 ± 0,12 b	0,64 ± 0,27 a	0,45 ± 0,16 b	0,39 ± 0,23b,c

Letras iguais significam médias estatisticamente semelhantes

Tabela 5.7 - Médias e desvios padrões (GPa) dos valores de módulo de elasticidade da camada híbrida para todas as condições experimentais do estudo.

Sistema adesivo	Aplicação Ativa		Aplicação Inativa	
	Dentina úmida	Dentina seca	Dentina úmida	Dentina seca
Adper TM Single Bond 2	6,87 ± 1,96	7,38 ± 3,11	5,69 ± 1,55	6,85 ± 0,22
One Step Plus	10,87 ± 3,49	14,21 ± 5,16	9,91 ± 2,74	8,97 ± 5,92

A análise de variância de 3 fatores para a variável **dureza** mostrou que a interação tripla foi estatisticamente significativa ($p= 0,0362$). As interações duplas Sistema Adesivo vs. Forma de aplicação ($p= 0,0238$) e Umidade dentinária vs. Forma de aplicação ($p<0,0001$) também foram estatisticamente significantes, assim como os fatores principais Sistema adesivo ($p<0,0001$), Umidade dentinária ($p=0,0041$) e Forma de aplicação ($p<0,0001$). Como pode ser observado na Tabela 5.6, a forma de aplicação do sistema adesivo não influenciou nos valores de dureza da camada híbrida quando aplicados em dentina úmida. Por outro lado, a aplicação ativa propiciou melhoria dos valores de dureza quando os adesivos foram aplicados em dentina seca, principalmente para o adesivo One Step Plus.

As médias e os desvios padrões para a interação Sistema adesivo vs Forma de aplicação estão apresentados na tabela 5.8. Os dados desta tabela reforçam as observações da Tabela 5.6, ou seja, a dureza da camada híbrida foi maior nos grupos em que se realizou a aplicação ativa tanto para o sistema adesivo AdperTM Single Bond 2 quanto para o One Step Plus, no entanto, este aumento foi

significante apenas para o sistema adesivo One Step Plus. Outro dado importante que pode ser observado nesta tabela é que os valores de dureza, independente da forma de aplicação foram maiores para o adesivo One Step Plus.

Tabela 5.8 - Médias e desvios padrões (GPa) dos valores de dureza da camada híbrida para a interação Sistema adesivo vs. Forma de aplicação.

Sistema adesivo	Aplicação Ativa	Aplicação Inativa
Adper TM Single Bond 2	0,32 ± 0,13 c	0,29 ± 0,19 c
One Step Plus	0,51 ± 0,2 a	0,42 ± 0,2 b

Letras iguais significam médias estatisticamente semelhantes

As médias e os desvios padrões da interação Umidade dentinária vs. Forma de aplicação estão apresentados na tabela 5.9. A dureza da camada híbrida foi maior no grupo em que a forma de aplicação foi ativa em substrato dentinário seco.

Tabela 5.9 - Médias e desvios padrões (GPa) dos valores de dureza da camada híbrida para a interação Umidade dentinária vs. Forma de aplicação.

Umidade dentinária	Aplicação Ativa	Aplicação Inativa
Dentina úmida	0,36 ± 0,14 b	0,37 ± 0,17 b
Dentina seca	0,47 ± 0,24 a	0,34 ± 0,23 b

Letras iguais significam médias estatisticamente semelhantes

Com relação ao **módulo de elasticidade**, a análise de variância de 3 fatores detectou que a interação tripla não foi estatisticamente significativa ($p=0,0612$). A interação dupla Umidade dentinária vs. Forma de aplicação foi estatisticamente significativa ($p=0,0016$), assim como os fatores principais Sistema adesivo ($p<0,0001$), Umidade dentinária ($p=0,0007$) e Forma de aplicação ($p<0,0001$).

As médias e os desvios padrões da interação Umidade dentinária vs. Forma de aplicação foram tabulados e estão apresentados na tabela 5.10. Os dados desta tabela demonstram que o módulo de elasticidade da camada híbrida foi maior quando o sistema adesivo foi aplicado de forma ativa em dentina seca.

Tabela 5.10 - Médias e desvios padrões (GPa) dos valores de módulo de elasticidade da camada híbrida para a interação Umidade dentinária vs. Forma de aplicação.

Umidade dentinária	Aplicação Ativa	Aplicação Inativa
Dentina úmida	$9,0 \pm 3,5$ b	$7,83 \pm 3,07$ b
Dentina seca	$10,98 \pm 4,65$ a	$7,94 \pm 5,06$ b

Letras iguais significam médias estatisticamente semelhantes

5.4 DENTINA

As médias e desvios padrões (GPa) da dureza e do módulo de elasticidade da dentina foram $0,69 \pm 0,10$ e $17,94 \pm 1,84$, respectivamente.

Imagens obtidas por microscopia eletrônica de varredura (MEV) ilustrando a geometria da indentação e a capacidade de precisão de posicionamento desta técnica de nanoindentação, em cada região avaliada, podem ser observadas nas figuras 5.1 a 5.3.

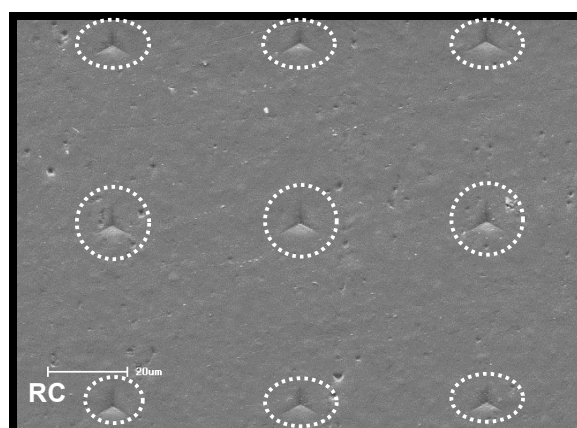


Figura 5.1- Fotomicrografia por MEV com magnificação de 700x ilustrando 09 nanoindentações (circuladas) na região da resina composta (RC).

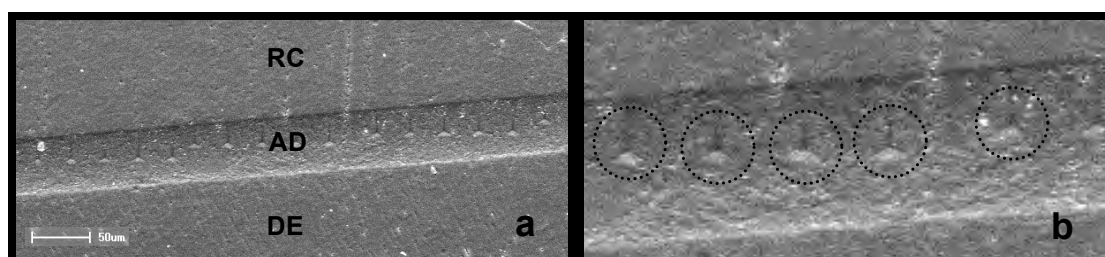


Figura 5.2- Fotomicrografia por MEV com magnificação de 200x ilustrando as nanoindentações na camada do sistema adesivo (a). Maiores detalhes das nanoindentações (circuladas) na camada de adesivo (b). Resina composta (RC), Sistema adesivo (AD) e Dentina (DE).

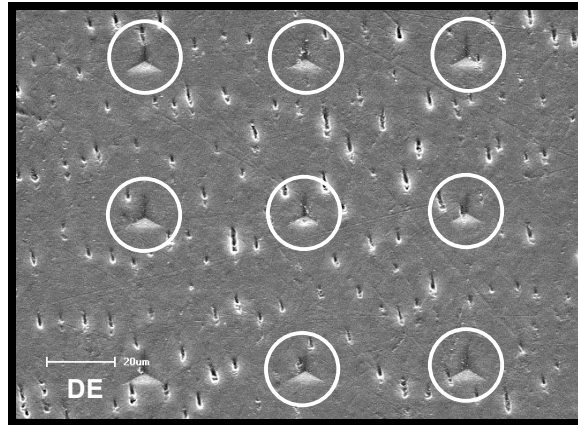


Figura 5.3: Fotomicrografia por MEV com magnificação de 600x ilustrando as nanoindentações (circuladas) na região da dentina (DE).

6 DISCUSSÃO

6.1 NANOINDENTAÇÃO

Um dos maiores benefícios da técnica de nanoindentação para o estudo de interfaces de união é a capacidade precisa de posicionamento do indentador em regiões muito pequenas como a camada híbrida, além da sensibilidade de profundidade de penetração em escalas nanométricas. O aparelho nanoindentador fornece os valores de dureza e módulo de elasticidade do material testado e diferentemente dos testes convencionais de micro-dureza Vickers ou Knoop não é necessária a demarcação da área indentada para o cálculo da dureza, visto que a posição relativa do indentador na superfície do espécime é constantemente monitorada e a área de indentação é calculada de acordo com a profundidade da indentação e da geometria da ponta de diamante do aparelho nanoindentador (Van Meerbeek et al.¹⁸ 1993). Dessa forma, erros devido à mensuração imprecisa do comprimento diagonal de pequenas durezas Vickers ou Knoop podem ser evitados.

No aparelho nanoindentador, diferentes pontas podem influenciar nos valores de dureza e módulo de elasticidade do espécime testado. No presente estudo foi selecionada a ponta Berkovich, pois comparada com a ponta canto de cubo, desloca três vezes menos volume sob uma mesma carga aplicada e conseqüentemente forma uma menor demarcação de indentação na amostra (Marshall et al.³⁶ 2001). Poolthong et al.³⁸ (2001) utilizando o teste de nanoindentação com três pontas esféricas de diferentes diâmetros e uma ponta convencional piramidal Berkovich demonstrou que os valores de dureza e módulo de elasticidade na região da dentina variaram de acordo com o tipo de ponta utilizada.

O teste de dureza é um confiável indicador indireto do grau de conversão de monômeros em polímeros (Ferracane⁴⁶ 1985, Rueggeberg, Craig³³ 1988). Alguns estudos demonstram uma forte e significativa correlação entre os valores do grau de conversão e os valores de microdureza (Dewald, Ferracane³² 1987, Cadenaro et al.²⁷ 2005). Entretanto, essa correlação não deve ser utilizada para a comparação de diferentes materiais (Ferracane⁴⁶ 1985), pois as diferenças do grau de conversão de polimerização podem ser influenciadas pelo tipo de sistema monomérico, tipo e quantidade de partículas de carga inorgânica, qualidade de

silanização das partículas, dentre outros aspectos (Neves et al.³⁹ 2002). Consequentemente, no presente estudo é possível relacionar os valores de dureza com a qualidade de polimerização de cada sistema adesivo, porém a mesma correlação não deve ser utilizada para comparar os dois adesivos (AdperTM Single Bond 2 e One Step Plus) utilizados no trabalho.

6.2 SISTEMA ADESIVO E CAMADA HÍBRIDA

Os resultados deste trabalho indicam que os maiores valores de dureza e módulo de elasticidade encontrados na região da camada híbrida foram obtidos com aplicação ativa de ambos os sistemas adesivos, sendo mais evidente para o sistema adesivo One Step Plus. Inicialmente poderíamos supor que isso tenha sido causado por dois fatores: 1) Maior evaporação do solvente e 2) Maior penetração do adesivo no substrato dentinário.

Acredita-se que a aplicação ativa promova uma maior evaporação do solvente. No trabalho de Jacobsen e Söderholm¹⁶ (1998) um decréscimo da resistência de união foi observado quando um primer a base de acetona foi agitado na superfície dentinária. Segundo os autores, a aplicação ativa promoveu uma rápida evaporação da acetona, que consequentemente resultou em uma estrutura gelatinosa de HEMA, incapaz de se difundir adequadamente para o interior da dentina desmineralizada. Melhores propriedades mecânicas dos sistemas adesivos após uma maior evaporação do solvente foram observadas no trabalho de Sandr et al.⁴³ (2007), em que maiores valores de nanodureza foram obtidos quando o tempo de jato de ar após a aplicação do primer foi aumentado de 2 s para 10 s. Da mesma forma, outros estudos comprovam que a remoção da água residual ou solvente aumentam as propriedades mecânicas da resina no interior da camada híbrida (Paul et al.¹² 1999, Cho, Dickens²⁶ 2004).

Porém, se a maior evaporação do solvente e água residual causada pela aplicação ativa fosse tão significativa, altos valores de dureza e módulo de elasticidade teriam sido obtidos na camada de adesivo, fato não observado neste estudo.

Além disso, a umidade dentinária, contrariamente ao que poderia supor, aumentou as propriedades mecânicas da camada de adesivo AdperTM Single Bond 2. Isto pode ter ocorrido pelo fato deste adesivo ser composto por ácido

polialquenoico, que o torna mais viscoso, e o aumento da viscosidade influencia negativamente na resistência flexural e grau de conversão de sistemas adesivos (Bae et al.²⁸ 2005). A umidade dentinária é capaz de diminuir a viscosidade do adesivo e possibilitar maior mobilidade dos componentes reativos, permitindo desta forma um maior contato entre os monômeros resinosos durante a polimerização e um aumento do grau de conversão, representado indiretamente pelos maiores valores de dureza e módulo de elasticidade do material.

Resultados absolutamente opostos aos observados na camada de adesivo foram obtidos na região da camada híbrida. Desta maneira, ao invés de maior evaporação do solvente é possível criar a hipótese de que a aplicação ativa assegurou uma maior penetração do adesivo, assegurando uma maior concentração de monômeros no interior da dentina parcialmente desmineralizada. Conseqüentemente, após a polimerização formou-se um polímero mais resistente, com maiores valores de dureza e módulo de elasticidade. Isso concorda com outros estudos em que uma maior penetração do adesivo e melhores propriedades mecânicas foram observadas quando a aplicação ativa foi empregada (Miyazaki et al.¹⁵ 1996, Jacobsen, Söderholm¹⁶ 1998, Dal-Bianco et al.¹⁷ 2006). No entanto, a maior concentração de monômeros no interior da camada híbrida resultou em menores valores de módulo de elasticidade na camada de adesivo One Step Plus, quando este foi aplicado de forma ativa. No estudo de Jacobsen e Söderholm¹⁶ (1998), baixos valores de resistência de união foram obtidos quando o adesivo a base de acetona foi aplicado ativamente na superfície dentinária. A baixa viscosidade do adesivo One Step Plus somada à aplicação ativa resultou em uma espessura de película visivelmente mais fina, o que pode ter influenciado nas propriedades mecânicas do mesmo. Entretanto, esta hipótese deve ser tópico de futuros estudo para confirmação.

Outro achado interessante deste estudo na região da camada híbrida foram os altos valores de dureza e módulo de elasticidade encontrados em dentina seca quando ambos os sistemas adesivos foram aplicados de forma ativa. Isso confirma os achados de outros estudos, em que a aplicação ativa de sistemas adesivos a base de água/álcool e a base de acetona promoveram altos valores de resistência de união em substrato dentinário seco tanto no tempo imediato (Dal-Bianco et al.¹⁷ 2006) como após 12 meses do armazenamento das amostras (Reis et al.³¹ 2007). Uma possível explicação para estes resultados é a hipótese de Jacobsen

e Söderholm¹⁶ (1998) em que a pressão mecânica exercida na dentina desmineralizada durante a aplicação ativa pode ter comprimido a malha de colágeno colapsada como uma esponja e quando a pressão foi aliviada o colágeno comprimido se expandiu e a solução do adesivo pode ter sido puxada para dentro da rede de colágeno. Esta hipótese, entretanto, deve ser melhor estudada.

Nesta mesma região da camada híbrida, a interação dupla Sistema adesivo vs. Umidade dentinária não foi estatisticamente significativa e não concorda com os resultados do estudo de Schulze et al.⁴⁰ (2005), no qual os autores relatam haver diferença estatisticamente significativa quando o sistema adesivo AdperTM Single Bond 2 foi aplicado em meio seco ou em substrato dentinário visivelmente úmido. Os autores afirmam ainda que a secagem da amostra antes da aplicação do agente de união reduz as propriedades mecânicas da camada híbrida. Devemos enfatizar que no referido estudo a forma de aplicação do sistema adesivo foi realizada conforme as recomendações do fabricante, ou seja, sem nenhuma aplicação ativa e caso os adesivos tivessem sido aplicados ativamente na superfície dentinária, como no presente trabalho, resultados diferentes poderiam ter sido encontrados.

Outro aspecto discordante entre o estudo acima citado e o presente foram os valores de nanodureza e módulo de elasticidade obtidos. Esta diferença pode ter sido causada pelo tipo de adesivo utilizado, uma vez que no trabalho de Schulze et al.⁴⁰ (2005) foi utilizado o sistema adesivo AdperTM Single Bond e no nosso trabalho utilizamos o sistema adesivo AdperTM Single Bond 2, o qual segundo o fabricante, apresenta cerca de 10% de partículas de carga, composta de sílica coloidal de aproximadamente 5 nanômetros. A ponta de diamante utilizada no aparelho indentador também foi diferente, no presente estudo foi utilizado uma ponta piramidal de base triangular Berkovich, igualmente a outros trabalhos presentes na literatura odontológica (Sadr et al.⁴³ 2007, Kinney et al.³⁴ 1996).

6.3 RESINA COMPOSTA E SUBSTRATO DENTINÁRIO

Os testes de nanoindentação realizados nas regiões da resina composta e substrato dentinário serviram para certificação da metodologia empregada e comparação dos resultados com outros estudos presentes na literatura científica odontológica. A resina composta não foi variada diante das diferentes

condições experimentais deste estudo e os valores de dureza e módulo de elasticidade obtidos foram semelhantes aos resultados encontrados para algumas resinas do estudo de Drummond⁴² (2006).

As médias dos valores de dureza e módulo de elasticidade obtidas na região do substrato dentinário concordam com os resultados dos trabalhos de Van Meerbeek et al.¹⁸ (1993), Kinney et al.³⁴ (1996), demonstrando a reprodutibilidade do método empregado neste estudo.

7 CONCLUSÕES

De acordo com a metodologia utilizada e com base nos resultados obtidos, pôde-se concluir que:

1) A aplicação ativa produziu maiores valores de dureza e módulo de elasticidade na camada híbrida para ambos os sistemas adesivos, porém isto não foi observado para a camada de adesivo.

2) Em dentina seca, a aplicação ativa resultou nos maiores valores de dureza e módulo de elasticidade de ambos sistemas adesivos na região da camada híbrida.

3) A umidade dentinária influenciou positivamente nos valores de dureza e módulo de elasticidade do sistema adesivo AdperTM Single Bond 2 na região da camada de adesivo.

REFERÊNCIAS *

1. 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.
2. 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 em clínica. *Biodonto*. 2004;2(1):1-86.
3. Loguercio AD, Reis A. Sistemas Adhesivos. *Rodyb*. 2006;1(2):13-28.
4. Nakabayashi N, Kojima K, Masuhara E. The promotion of adhesion by the infiltration of monomers into tooth substrates. *J Biomed Mater Res*. 1982 May;16(3):265-73.
5. Manhart J, Chen HY, Mehl A, Weber K, Hickel R. Marginal quality and microleakage of adhesive class V restorations. *J Dent*. 2001 Feb;29(2):123-30.
6. Peumans M, Kanumilli P, De Munck J, Van Landuyt K, Lambrechts P, Van Meerbeek B. Clinical effectiveness of contemporary adhesives: a systematic review of current clinical trials. *Dent Mater*. 2005 Sep;21(9):864-81.
7. Kanca J 3rd. Resin bonding to wet substrate. 1. Bonding to dentin. *Quintessence Int*. 1992 Jan;23(1):39-41.
8. Gwinnett AJ. Moist versus dry dentin: its effect on shear bond strength. *Am J Dent*. 1992 Jun;5(3):127-9.
9. Carvalho RM, Yoshiyama M, Pashley EL, Pashley DH. In vitro study on the dimensional changes of human dentine after demineralization. *Arch Oral Biol*. 1996 Apr;41(4):369-77.
10. Tay FR, Gwinnett JA, Wei SH. Micromorphological spectrum from overdrying to overwetting acid-conditioned dentin in water-free acetone-based, single-bottle primer/adhesives. *Dent Mater*. 1996 Jul;12(4):236-44.

* De acordo com as normas do programa de Mestrado em Odontologia da UEPG, baseada no modelo Vancouver. Abreviaturas dos periódicos em conformidade com o Medline.

11. Reis A, Loguercio AD, Azevedo CL, de Carvalho RM, da Julio Singer M, Grande RHM. Moisture spectrum of demineralized dentin for adhesive systems with different solvent bases. *J Adhes Dent*. 2003 Fall;5(3):183-92.
12. 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.
13. Hashimoto M, Tay FR, Svizero NR, de 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.
14. Hashimoto M, Ohno H, Kaga M, Sano H, Endo K, Oguchi H. The extent to which resin can infiltrate dentin by acetone-based adhesives. *J Dent Res*. 2002 Jan;81(1):74-8.
15. 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.
16. Jacobsen T, Söderholm KJ. Effect of primer solvent, primer agitation, and dentin dryness on shear bond strength to dentin. *Am J Dent*. 1998 Oct;11(5):225-8.
17. Dal-Bianco K, Pellizzaro A, Patzlaft 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.
18. Van Meerbeek B, Willems G, Celis JP, Roos JR, Braem M, Lambrechts P, Vanherle G. Assessment by nano-indentation of the hardness and elasticity of the resin-dentin bonding area. *J Dent Res*. 1993 Oct;72(10):1434-42.
19. Garberoglio R, Brännström M. Scanning electron microscopic investigation of human dentinal tubules. *Arch Oral Biol*. 1976;21(6):355-62.
20. Pashley DH, Ciucchi B, Sano H, Horner JA. Permeability of dentin to adhesive agents. *Quintessence Int*. 1993 Sep;24(9):618-31.

21. Pioch T, Staehle HJ, Wurst M, Duschner H, Dörfer C. The nanoleakage phenomenon: Influence of moist vs dry bonding. *J Adhes Dent.* 2002 Spring;4(1):23-30.
22. Kenshima S, Francci C, Reis A, Loguercio AD, Filho LE. Conditioning effect on dentin, resin tags and hybrid layer of different acidity self-etch adhesives applied to thick and thin smear layer. *J Dent.* 2006 Nov;34(10):775-83.
23. Reis A, Grande RH, Oliveira GM, Lopes GC, Loguercio AD. A 2-year evaluation of moisture on microtensile bond strength and nanoleakage. *Dent Mater.* 2007 Jul;23(7):862-70.
24. Buonocore MG. A simple method of increasing the adhesion of acrylic filling materials to enamel surfaces. *J Dent Res.* 1955 Dec;34(6):849-53.
25. Bowen RL. Properties of a silica-reinforced polymer for dental restorations. *J Am Dent Assoc.* 1963 Jan;66:57-64.
26. Cho BH, Dickens SH. Effects of the acetone content of single solution dentin bonding agents on the adhesive layer thickness and the microtensile bond strength. *Dent Mater.* 2004 Feb;20(2):107–15.
27. Cadenaro M, Antonioli F, Sauro S, Tay FR, Di Lenarda R, Prati C, Biasotto M, Contardo L, Breschi L. Degree of conversion and permeability of dental adhesives. *Eur J Oral Sci.* 2005 Dec;113(6):525-30.
28. Bae JH, Cho BH, Kim JS, Kim MS, Lee IB, Son HH, Um CM, Kim CK, Kim OY. Adhesive layer properties as a determinant of dentin bond strength. *J Biomed Mater Res Part B Appl Biomater.* 2005 Aug;74(2):822-8.
29. Can Say E, Nakajima M, Senawongse P, Soyman M, Ozer F, Ogata M, Tagami J. Microtensile bond strength of a filled vs unfilled adhesive to dentin using self-etch and total-etch technique. *J Dent.* 2006 Apr;34(4):283-91.
30. Ye Q, Wang Y, Williams K, Spencer P. Characterization of photopolymerization of dentin adhesives as a function of light source and irradiance. *J Biomed Mater Res Part B: Appl Biomater.* 2007 Feb;80(2):440-6.

31. Reis A, Pellizzaro A, Dal-Bianco K, Gomes 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.
32. Dewald JP, Ferracane JL. A comparison of four modes of evaluating depth of cure of light-activated composites. *J Dent Res*. 1987 Mar;66(3):727-30.
33. Rueggeberg FA, Craig RB. Correlation of parameters used to estimate monomer conversion in light-cured composite. *J Dent Res*. 1988 Jun;67(6):932-7.
34. Kinney JH, Balooch M, Marshall SJ, Marshall GWJr, Weihs TP. Hardness and Young's modulus of human peritubular and intertubular dentine. *Arch Oral Biol*. 1996 Jan;41(1):9-13.
35. Urabe I, Nakajima S, Sano H, Tagami J. Physical properties of the dentin-enamel junction region. *Am J Dent*. 2000 Jun;13(3):129-35.
36. Marshall GW Jr, Balooch M, Gallagher RR, Gansky SA, Marshall SJ. Mechanical properties of the dentinoenamel junction: AFM studies of nanohardness, elastic modulus, and fracture. *J Biomed Mater Res*. 2001 Jan;54(1):87-95.
37. Akimoto N, Yokoyama G, Ohmori K, Suzuki S, Kohno A, Cox CF. Remineralization across the resin-dentin interface: in vivo evaluation with nanoindentation measurements, EDS, and SEM. *Quintessence Int*. 2001 Jul-Aug;32(7):561-70.
38. Poolthong S, Mori T, Swain MV. Determination of elastic modulus of dentin by small spherical diamond indenters. *Dent Mater J*. 2001 Sep;20(3):227-36.
39. Neves AD, Discacciati JAC, Oréfice RL, Jansen WC. Correlação entre grau de conversão, microdureza e conteúdo inorgânico em compósitos. *Pesqui Odontol Bras*. 2002 Dec;16(4):349-54.
40. Schulze KA, Oliveira SA, Wilson RS, Gansky SA, Marshall GW, Marshall SJ. Effect of hydration variability on hybrid layer properties of a self-etching versus an acid-etching system. *Biomaterials*. 2005 Mar;26(9):1011-8.

41. Inoue G, Tsuchiya S, Nikaido T, Foxton RM, Tagami J. Morphological and mechanical characterization of the acid-base resistant zone at the adhesive-dentin interface of intact and caries-affected dentin. *Oper Dent*. 2006 Jul-Aug;31(4):466-72.
42. Drummond JL. Nanoindentation of dental composites. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater*. 2006 Jul;78(1):27-34.
43. Sadr A, Shimada Y, Tagami J. Effects of solvent drying time on micro-shear bond strength and mechanical properties of two self-etching adhesive systems. *Dent Mater*. 2007 Sep;23(9):1114-9.
44. Brotzen FR. Mechanical testing of thin films. *Int Mater Rev*. 1994;39(1):24-45.
45. Oliver WC, Pharr GM. Improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments. *J Mater Res*. 1992Jun;7(6):1564-83.
46. Ferracane JL. Correlation between hardness and degree of conversion during the setting reaction of unfilled dental restorative resins. *Dent Mater*. 1985 Feb;1(1):11-4.

APÊNDICE A

Médias e desvios padrões (GPa) dos estudos piloto realizados com variações das condições de umidade das amostras, previamente ao teste de nanoindentação.

Tabela A1 - Médias e desvios padrões (GPa) dos valores de dureza e módulo de elasticidade das diversas regiões de uma amostra mantida hidratada durante todo o teste de nanoindentação.

Adper™ Single Bond 2						
Forma de Aplicação	Dureza			Módulo de Elasticidade		
	Resina composta	Sistema adesivo	Dentina	Resina composta	Sistema adesivo	Dentina
Ativa	1,14 ± 0,18	0,31 ± 0,03	0,66 ± 0,07	18,79 ± 1,58	5,58 ± 0,64	17,67 ± 1,09
Inativa	1,15 ± 0,18	0,39 ± 0,09	0,74 ± 0,08	19,24 ± 2,24	7,37 ± 1,73	18,57 ± 1,28

Tabela A2 - Médias e desvios padrões (GPa) dos valores de dureza e módulo de elasticidade das diversas regiões de uma amostra removida da água no momento do teste de nanoindentação.

Adper™ Single Bond 2						
Forma de Aplicação	Dureza			Módulo de Elasticidade		
	Resina composta	Sistema adesivo	Dentina	Resina composta	Sistema adesivo	Dentina
Ativa	1,02 ± 0,17	0,30 ± 0,04	0,61 ± 0,11	17,16 ± 1,51	5,11 ± 0,42	17,60 ± 1,47
Inativa	1,13 ± 0,1	0,40 ± 0,16	0,69 ± 0,09	17,85 ± 0,84	7,33 ± 2,97	17,05 ± 1,83

Tabela A3 - Médias e desvios padrões (GPa) dos valores de dureza e módulo de elasticidade das diversas regiões de uma amostra removida da água 24 h antes do teste de nanoindentação.

Adper™ Single Bond 2						
Forma de Aplicação	Dureza			Módulo de Elasticidade		
	Resina composta	Sistema adesivo	Dentina	Resina composta	Sistema adesivo	Dentina
Ativa	1,17 ± 0,21	0,38 ± 0,02	0,62 ± 0,03	20,56 ± 1,98	6,73 ± 0,59	17,29 ± 0,78
Inativa	1,15 ± 0,13	0,44 ± 0,08	0,65 ± 0,08	20,05 ± 1,22	7,55 ± 1,40	18,06 ± 1,50

ANEXO A

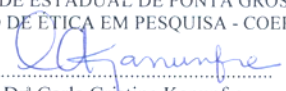
**Aprovação do Comitê de Ética em Pesquisa da Universidade Estadual de
Ponta Grossa. COEP - UEPG**

PARECER Nº 44/2006
Protocolo: 06257/06

Em reunião extraordinária realizada nesta data, a Comissão de Ética em Pesquisa, **APROVOU** o protocolo de pesquisa intitulado "**Análise da nanodureza e da nanoinfiltração na interface de união em função da umidade dentinária e do modo de aplicação de adesivos simplificados e auto-condicionantes**" de responsabilidade do Pesquisador Cristian Higashi e de seu orientador o Pesquisador João Carlos Gomes.

Ponta Grossa, 16 de novembro de 2006.

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


Prof.ª Dr.ª Carla Cristine Kanunfre
Coordenadora