



**INSTITUTO SUPERIOR DE CIÊNCIAS DA SAÚDE
EGAS MONIZ**

MESTRADO INTEGRADO EM MEDICINA DENTÁRIA

**Estudo "*in vitro*" da influência de diversos métodos de envelhecimento
na resistência adesiva à microtração de vários sistemas adesivos**

Trabalho submetido por

João Carlos Santos Ferreira

para a obtenção do grau de Mestre em Medicina Dentária

Setembro de 2013



**INSTITUTO SUPERIOR DE CIÊNCIAS DA SAÚDE
EGAS MONIZ**

MESTRADO INTEGRADO EM MEDICINA DENTÁRIA

**Estudo "*in vitro*" da influência de diversos métodos de envelhecimento
na resistência adesiva à microtração de vários sistemas adesivos**

Trabalho submetido por
João Carlos Santos Ferreira
para a obtenção do grau de Mestre em Medicina Dentária

Trabalho orientado por
Prof. Doutor Mário Polido

Setembro de 2013

Este trabalho foi suportado pelo projecto: PTDC/SAU-BMA/1222444/2010 "A molecular view of dental restoration" Fundação para a Ciência e a Tecnologia - MEC

DEDICATÓRIA

Aos meus Pais, Irmão, Tio, restante família, em especial ao Avô Zé

AGRADECIMENTOS

Com o culminar de mais uma etapa de muito trabalho, empenho e dedicação, são muitos aqueles que não podem ser esquecidos uma vez que contribuíram para o seu desfecho e como tal quero deixar o meu agradecimento.

Em primeiro lugar quero agradecer ao Prof. Doutor Mário Polido por ter aceite orientar o meu trabalho final de curso, por toda a ajuda, prontidão, disponibilidade e ainda por todo o material que disponibilizou. Agradecer também à Prof. Doutora Alexandra Pinto por ter sido incansável e sempre pronta para ajudar quando precisei.

Aos restantes professores, pelas dúvidas e conselhos, o meu muito obrigado. Ao professor José Brito pela análise estatística.

Em segundo lugar e como não podia deixar de ser, aos meus Pais, porque sem eles, sem o seu apoio incondicional e acima de tudo sem os seus conselhos nada disto seria possível. Aos restantes familiares, em especial ao meu Tio, por todo o carinho, amizade, apoio pessoal e profissional que sempre me disponibilizou e bem o caracterizam

Como não podia deixar de ser, aos meus amigos, tanto os do secundário que acompanharam todo o meu percurso, como os novos amigos que fiz ao longo destes 5 anos.

Ao meu colega de sempre, Tomás Pinto, que me acompanha desde a infância e com quem tive o privilégio e orgulho de partilhar a box e toda uma experiência académica recheada de bons e maus momentos. Felizmente mais bons que maus !!

Por último, mas não menos importante, à Catarina Rocha, por todo o apoio, carinho, conselhos, desabafos, companhia e paciência. Estou certo que tudo ficou mais fácil graças a isso !

A todos, o meu sincero muito obrigado.

RESUMO

Objectivo: avaliar as forças adesivas à microtracção de sistemas adesivos com diferentes estratégias adesivas e avaliar se os métodos de envelhecimento influenciam ou não a resistência adesiva à microtracção.

Materiais e Métodos: 48 molares humanos extraídos, hígidos, foram aleatoriamente distribuídos por quatro grupos: (1) FL - Optibond FL (Kerr Corporation); (2) XTR - Optibond XTR (Kerr Corporation); (3) SP - Optibond Solo plus (Kerr Corporation); (4) AIO - Optibond All-in-one (Kerr Corporation). As restaurações foram realizadas com resina composta Filtek Z250 (3M ESPE, cor A2) e seccionadas nas direcções X e Y com disco diamantado de baixa rotação, de forma a obter palitos com secção transversal de 1 mm^2 ($\pm 2 \text{ mm}^2$). Com excepção dos dentes para a termociclagem que se mantiveram íntegros durante todo processo de envelhecimento e só posteriormente foram seccionados para microtracção.

Foram executados 3 tipos diferentes de envelhecimento: às 24h e 6 meses em saliva artificial numa estufa de incubação a 37°C e termociclagem (10000 ciclos em banhos de 30 segundos a 5°C e 55°C). Os palitos foram individualmente colados num *jig* de aço inoxidável de Geraldeli e sujeitos a uma força de tracção até ocorrer fractura, à velocidade de 0.5mm/min. Para a Analise estatística usou-se o teste ANOVA 2-way.

Resultados: O adesivo XTR é o que apresenta as maiores forças adesivas às 24h, termociclagem e 6 meses com diferenças significativas para os outros sistemas adesivos. O FL apresenta forças adesivas significativamente superiores ao AIO às 24h e termociclagem. E por último o SP é o que apresenta as menores forças adesivas às 24h e 6 meses.

Conclusões: O XTR apresenta os melhores resultados de adesão com diferenças significativas para os outros adesivos. O FL é o adesivo que mais se aproxima do XTR no que diz respeito às forças adesivas. O SP tem as forças adesivas mais baixas.

Relevância clínica: Os adesivos XTR e FL apresentam uma maior estabilidade à degradação comparativamente com os AIO e SP.

PALAVRAS CHAVE: Adesão, Dentina, Resistência adesiva, Microtracção

ABSTRACT

Objective: To evaluate microtensile adhesive forces in different adhesive systems with different adhesive strategies and evaluate if the aging tests affects the bonding strenght at microtensile test.

Materials and methods: 48 extracted human molars, were randomly assigned to four groups: (1) FL - Optibond FL (Kerr Corporation), (2) XTR - Optibond XTR (Kerr Corporation), (3) SP - Solo Optibond plus (Kerr Corporation); (4) AIO - Optibond All-in-One (Kerr Corporation),. The restorations were performed with composite resin Filtek Z250 (3M ESPE, shade A2) than the samples were sectioned in X and Y directions with low speed diamond disc, in order to obtain beams with a cross section of 1 mm² (\pm 2 mm²) With the exception of the teeth to thermocycling which remained intact throughout the aging process and only later were sectioned to microtensile test.

Three different types of aging were performed: 24h and 6 months in artificial saliva at 37 ° C, thermocycling (10,000 cycles at 30/2 baths of 5° and 55°). The beams were bonded individually in stainless-steel jig Geraldeli and subjected to a tensile force until fracture occurs at a speed of 0.5mm/min. The statistical analysis were done through the ANOVA 2-way.

Results: XTR had the strongest μ TBS results for 24h, termocycling and 6 months. FL had stronger μ TBS results than AIO at 24h and termociycling. SP had the lowest μ TBS results at 24h and 6 months.

Conclusions: The adhesive with the best mean μ TBS were XTR. FL is the closest to the XTR with respect to adhesive forces. SP has lowest adhesive forces.

Clinical Relevance: XTR and FL tend to be more stable in water storage than AIO and SP.

KEY WORDS: Adhesion, Dentin, Dentin bond strength, Microtensile

ÍNDICE GERAL

INTRODUÇÃO	21
Conceito de adesão.....	21
Composição esmalte vs dentina.....	22
Adesão à dentina.....	25
Sistemas adesivos <i>Etch and rinse</i>	27
Sistemas adesivos <i>Self-etch primer</i>	30
Solventes orgânicos.....	32
Factores que comprometem a durabilidade da interface adesiva na dentina.....	33
Testes de microtracção.....	34
Métodos de envelhecimento.....	35
Objectivos.....	38
Hipóteses experimentais.....	38
MATERIAIS E MÉTODOS	39
Grupos experimentais.....	40
Procedimento laboratorial.....	48
RESULTADOS	55
Resultados segundo os diferentes sistemas adesivos utilizados.....	55
Resultados segundo o método de envelhecimento utilizado.....	59

Tipos de fractura.....	62
Estatística Descritiva.....	63
DISCUSSÃO	65
CONCLUSÕES	69
BIBLIOGRAFIA	71
ANEXOS	77

ÍNDICE DE FIGURAS

Fig. 1 - Composição do esmalte em percentagem.....	23
Fig. 2 - Composição da dentina em percentagem.....	24
Fig. 3- <i>Smear plug</i> a bloquear entrada de túbulo dentinário.....	26
Fig. 4 - Classificação dos adesivos segundo Van Meerbeek <i>et al.</i>	27
Fig. 5 - Interação de sistema adesivo <i>etch and rinse</i> com a dentina.....	28
Fig. 6 - Interação de sistema adesivo <i>self-etch</i> com a dentina.....	30
Fig. 7- Esquema da permeabilidade dentinária com álcool (B) e sem álcool (A).....	33
Fig. 8 - Esquema da zona de dentina desmineralizada exposta nos <i>sistemas etch and rinse</i>	35
Fig. 9 - Optibond Fl (Kerr Corporation, Orange, CA,USA).....	40
Fig. 10 - Optibond Solo plus (Kerr Corporation, Orange, CA, USA).....	40
Fig. 11 - Optibond XTR (Kerr Corporation, Orange, CA, USA).....	41
Fig. 12 - Optibond All-in-one (Kerr Corporation, Orange, CA, USA).....	41
Fig. 13 - Dente colado com cera colante a base acrílica.....	48
Fig. 14 - Dente marcado e pronto para secção.....	48
Fig. 15 - Exposição dentina.....	48
Fig. 16 - Polimento.....	48
Fig. 17 : Condicionamento ácido.....	49
Fig. 18 - Remoção ácido com água	49
Fig. 19 - Aplicação do adesivo	49
Fig. 20 - Fotopolimerização do adesivo	49

Fig. 21 - Aplicação da Resina composta	50
Fig. 22 - Aspecto final da restauração	50
Fig. 23 - Fotopolimerizador Optilux 501 (Kerr, Middleton, USA).....	51
Fig. 24 - Micrótomo de tecidos duros (Accutom-50, Struers, Dinamarca).....	51
Fig. 25 - Seccionamento da amostra.....	52
Fig. 26 - Após secção, palitos dentina- resina composta.....	52
Fig. 27 - Estufa (Memmert INE 400, Memmert, Germany).....	52
Fig. 28 - Máquina de termociclagem.....	52
Fig. 29 - Palito colado num <i>jig</i> de aço inoxidável com cola de cianoacrilato.....	53
Fig. 30 - Palito fracturado após forças microtracção.....	53
Fig. 31 - Craveira digital para medir área adesiva.....	54
Fig. 32 - Microscópio Leica ATC 2000.....	54
Fig. 33 - Resumo das médias e desvio padrão do grupo AIO.....	55
Fig. 34 - Resumo das médias e desvio padrão do grupo XTR.....	56
Fig. 35 - Resumo das médias e desvio padrão do grupo FL.....	57
Fig. 36 - Resumo das médias e desvio padrão do grupo SP.....	58
Fig. 37 - Resumo das médias e desvio padrão às 24h.....	59
Fig. 38 - Resumo das médias e desvio padrão para termociclagem.....	60
Fig. 39 - Resumo das médias e desvio padrão aos 6 meses.....	61
Fig. 40 - Comparação das fracturas em todos os grupos.....	62
Fig. 41 - Constituição da saliva artificial (Fusayama, Katayori, & Nomoto, 1963).....	67

ÍNDICE DE TABELAS

Tabela 1- Grupos experimentais para diferentes métodos de envelhecimento.....	39
Tabela 2- Optibond FL, instruções para aplicação em restaurações directas segundo o fabricante	42
Tabela 3- Optibond SP, instruções para aplicação em restaurações directas segundo o fabricante.....	43
Tabela 4- Optibond XTR, instruções para aplicação em restaurações directas segundo o fabricante.....	44
Tabela 5- Optibond AIO, instruções para aplicação em restaurações directas segundo o fabricante.....	45
Tabela 6- <i>Scotchbond™ Universal Etchant</i> , instruções para o uso segundo o fabricante.....	46
Tabela 7- <i>Filtek™ Z25</i> , instruções para o uso segundo o fabricante.....	46
Tabela 8- Materiais e a sua composição.....	47
Tabela 9- Médias em MPa, Desvio Padrão e número de palitos no grupo AIO.....	55
Tabela 10 - Médias em MPa, Desvio Padrão e número de palitos no grupo XTR.....	56
Tabela 11 - Médias em MPa, Desvio Padrão e número de palitos no grupo FL.....	57
Tabela 12 - Médias em MPa, Desvio Padrão e número de palitos no grupo SP.....	58
Tabela 13 - Médias em MPa, Desvio Padrão e número de palitos às 24h.....	59
Tabela 14 - Médias em MPa, Desvio Padrão e número de palitos para a termociclagem.....	60
Tabela 15 - Médias em MPa, Desvio Padrão e número de palitos aos 6 meses.....	61

ÍNDICE DE ABREVIATURAS

10-MDP - 10-metacrilóiloxidecil dihidrogénio fosfato;

HEMA - 2-hidroxietil metacrilato;

MMPs - Metaloproteinases de matriz;

MPa - Megapascal;

TEGDMA - trietilenoglicol dimetacrilato;

UDMA - dimetacrilato de uretano.

GPDM - ácido glicerofosfóricodimetacrilato

NPG-GMA - N-fenilglicina e glicidil- metacrilato

BIS-GMA - bisfenol-A-glicidilmetacrilato

GAG - glicosaminoglicanos

μTBS – Microtensile bond strenghts

INTRODUÇÃO

A adesão ao substrato dentário é um assunto em constante estudo e evolução, como tal, os sistemas adesivos são fundamentais e responsáveis pela união do material restaurador à estrutura dentária remanescente (Torii *et al.*, 2002).

Apesar da contínua evolução dos sistemas adesivos, a interface adesiva permanece a região mais frágil da restauração (Breschi *et al.*, 2008). Vários estudos demonstram que a eficácia da adesão num curto espaço de tempo é excelente, no entanto, permanece questionável a durabilidade e estabilidade da restauração devido à rápida degradação da interface adesiva (Breschi *et al.*, 2008).

CONCEITO DE ADESÃO

Segundo a norma ISO/TS 11405 de 2003, a adesão é o "estado no qual duas superfícies são mantidas juntas por forças químicas, físicas ou ambas com auxílio de um adesivo" .

Existem quatro possíveis hipóteses para explicar a adesão das resinas às estruturas dentárias. Destacam-se os seguintes mecanismos:

- Mecânico: existe impregnação da resina e formação de *resin tags*, (prolongamentos de resina) no interior da superfície dentária;
- Adsorção: adesão química ao componente inorgânico (hidroxiapatite) ou ao componente orgânico, normalmente colagénio tipo I, da superfície dentária;
- Difusão: verifica-se a precipitação de substâncias na superfície do dente, possibilitando assim a adesão mecânica ou química dos monómeros de resina
- Combinação dos três mecanismos anteriores (Perdigão & Swift, 2002).

Os conceitos de adesão foram-se modificando ao longo dos tempos. Em 1955, Buonocore testou a utilização do ácido ortofosfórico nos dentes para aumentar a receptividade destes à adesão, tornando a superfície mais irregular e susceptível. No entanto já em 1952, Kramer e McLean tinham verificado alterações na dentina resultantes da interacção com o ácido glicerofosfórico dimetilcrilato (GPDM) (Meerbeek & Vanherle, 1998).

O princípio fundamental da adesão dentária tem por base a substituição de material inorgânico por resina sintética (Van Meerbeek *et al.*, 2003). Para uma boa adesão, a

tensão superficial do adesivo tem que ser inferior à da dentina e esmalte (Perdigão & Swift, 2002). Existem 2 fases: Na primeira, há a criação de microporosidades no esmalte e dentina pela remoção de fosfato de cálcio; na segunda há infiltração da resina nas microporosidades criadas anteriormente e conseqüentemente a sua fotopolimerização (Van Meerbeek et al., 2003).

Esta interligação mecânica por capilaridade permite a adesão. No entanto, revelou-se insuficiente, sendo necessária a conjugação com interações químicas (Van Meerbeek et al., 2003). Verificou-se que o maior problema na adesão a resinas com base de metacrilato é o facto destas contraírem aquando da fotopolimerização (Perdigão et al., 2002).

Esta evolução na adesão permitiu um novo conceito: dentisteria minimamente invasiva, já que não necessitamos de criar cavidades mecanicamente retentivas. Tradicionalmente as cavidades dentárias eram extensas de forma a obter retenção para a restauração. Hoje em dia ocorre o oposto, quanto mais conservadora e minimamente invasiva for a cavidade, melhor, uma vez que as técnicas adesivas assim o permitem (Meerbeek & Vanherle, 1998).

No que diz respeito às falhas do mecanismo de adesão estas podem ser classificadas como coesivas, adesivas ou mistas. Nas coesivas ocorre falha no aderente (dentina, esmalte ou resina composta); quanto às adesivas, a quebra dá-se na interface adesivo/aderente e, por último, as mistas quando existem falhas em ambas as localizações (Perdigão & Swift, 2002; Perdigão, 2007).

COMPOSIÇÃO ESMALTE VS DENTINA

ESMALTE

O esmalte é o tecido humano com maior dureza. Esta dureza deve-se à enorme quantidade de prismas mineralizados em toda a sua espessura. Apresenta cerca de 95% de matriz inorgânica, maioritariamente hidroxiapatite, 1-2% de matriz orgânica e 3-5% de água. Apesar da sua vulnerabilidade e ausência de capacidade de autoregeneração, o

esmalte apresenta os cristais de apatite 10 vezes maiores que a dentina, conferindo-lhe assim uma maior resistência à desmineralização (B. Meerbeek et al., 2001; Ferraris & Muñoz, 2001; Perdigão et al., 2002; Nanci, 2008).

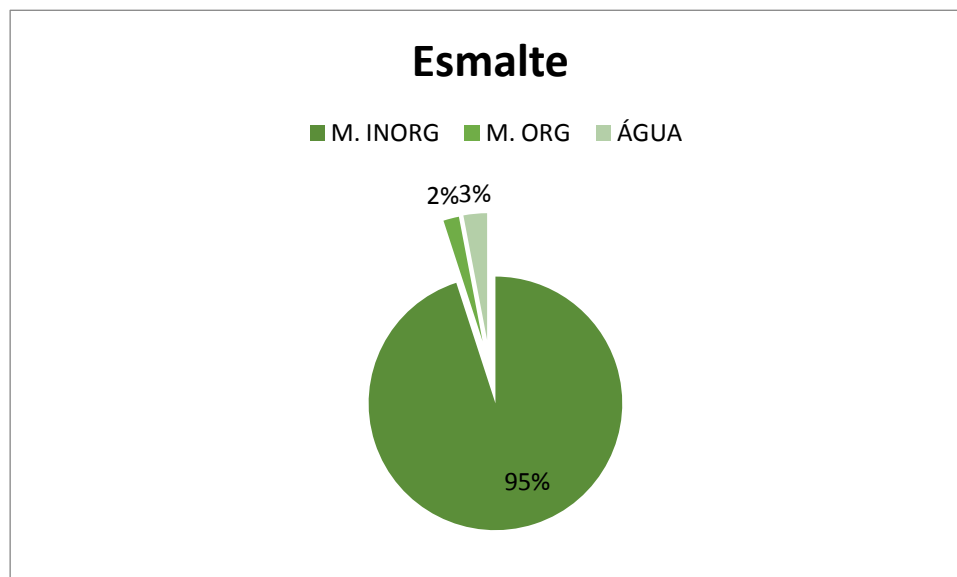


Figura 1 - Composição do esmalte em percentagem (Fonte: Ferraris & Muñoz, 2001)

DENTINA

A dentina é o tecido mineralizado que ocupa maior volume do dente, sendo que, na sua porção coronária é recoberta por esmalte e na porção radicular por cimento. Estruturalmente a dentina é constituída pela matriz mineralizada e pelos túbulos dentinários que a atravessam em toda a sua espessura (Ferraris & Muñoz, 2001; Nanci, 2008).

Morfologicamente apresenta 70% de matéria inorgânica (cristais de hidroxiapatite), 18 % matéria orgânica, sendo o colagénio tipo I o principal constituinte e ainda 12% de água (Ferraris & Muñoz, 2001; Nanci, 2008).

Existem diferentes composições químicas para as diferentes regiões da dentina, assim como entre a dentina coronária e a radicular (Ferraris & Muñoz, 2001; Perdigão et al., 2002).

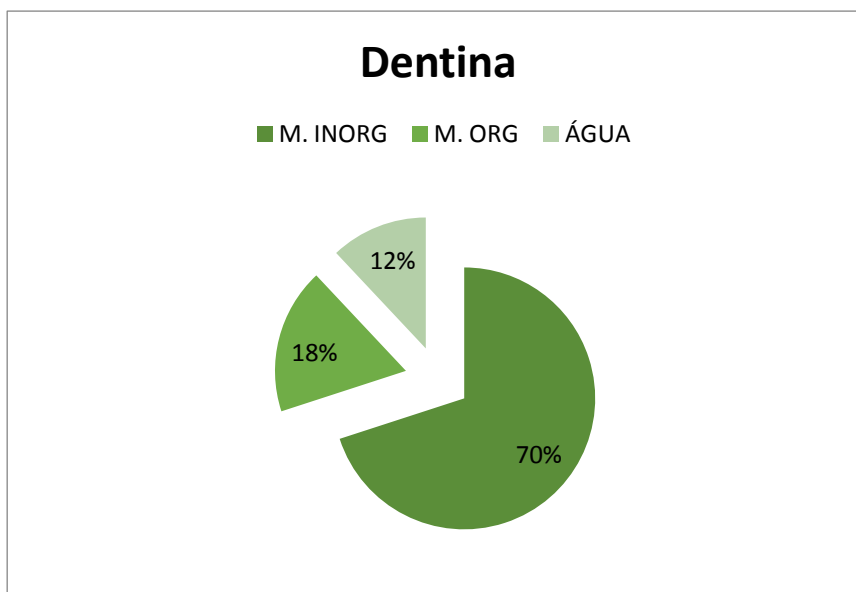


Figura 2 - Composição da dentina em percentagem (Fonte: Ferraris & Muñoz, 2001)

A dentina encontra-se unida aos tecidos pulpaes sendo atravessada por inúmeros túbulos ou canais preenchidos por fluido, que se estendem desde a polpa até à junção amelo-dentinária (JAD), tornando-a altamente permeável. Nestes túbulos existem processos odontoblásticos que contactam directamente com a polpa viva (Marshall et al., 1997).

Existem duas unidades estruturais básicas da dentina, os túbulos dentinários e a matriz intertubular. Os túbulos são estruturas finas e cilíndricas que contém nas suas paredes dentina peritubular e no seu interior fluido tissular. A matriz intertubular encontra-se entre os túbulos e tem como principal constituinte as fibras de colagénio (Ferraris & Muñoz, 2001).

No que diz respeito à profundidade, a dentina mais próxima da junção amelo-cimentária (*outer dentin*) apresenta os túbulos mais afastados entre si, mais pequenos $1.7\mu\text{m}$ de diâmetro, sendo 96% constituída por dentina intertubular e cerca de 20000 túbulos/ mm^2 . Já a dentina mais próxima da polpa (*inner dentin*) apresenta metade da distância entre os túbulos comparativamente com a *outer dentin*, túbulos maiores $4\mu\text{m}$ de diâmetro e cerca de 45000 túbulos/ mm^2 . É cerca de 8 vezes mais permeável que a *outer dentin* (Ferraris & Muñoz, 2001; Meerbeek et al., 2001).

Desde o tecido pulpar até à junção amelo-dentinária há uma grande diferença no número de tubulos dentinários devido à morfologia, curvaturas e ramificações dos túbulos dentinários (Ferraris & Muñoz, 2001).

Esta é apontada como a principal razão para a diferença nos valores de adesão que se verificam entre a dentina profunda e superficial (Pashley & Carvalho, 1997).

Na dentina superficial a principal responsável pela maior parte da adesão é a infiltração de resina na região intertubular enquanto na dentina profunda a adesão é promovida pela infiltração dos monómeros de resina, na região peritubular (Pashley & Carvalho, 1997). Já que existe uma menor humidade ao nível da dentina superficial esta, quando comparada com a dentina profunda, apresenta uma maior resistência de união quando os túbulos dentinários estão expostos ao sistema adesivo (Pashley & Carvalho, 1997).

ADESÃO À DENTINA

A adesão à dentina continua a apresentar algumas limitações comparativamente com o esmalte, devido às características do substrato (Sezinando et al., 2012).

Segundo a teoria hidrodinâmica, após a remoção do esmalte e exposição dentinária há uma movimentação de fluído dentinário por estímulos externos causando dor, sensibilidade dentinária e uma constante humidade dentinária. Chamamos esta movimentação de permeabilidade transdentinária (Pashley, 1997; Perdigão, 2010).

Há penetração dos monómeros de resina do adesivo, como tal, o selamento dentinário é possível apenas com a penetração de alguns *microns*, de forma a formar *tags* de resina e contribuir para a retenção da resina (Pashley, 1997).

Para além das características inerentes à dentina, a preparação cavitária tem elevada importância na adesão ao substrato uma vez que, durante a instrumentação da cavidade libertam-se detritos orgânicos e inorgânicos que se acumulam e formam a chamada *Smear layer* que, por sua vez, ao depositar-se nos túbulos dentinários denomina-se *Smear plug*, que diminuem em 90% a permeabilidade da dentina e como tal a adesão (Perdigão et al., 2002; Perdigão, 2007; Ikemura et al., 2012) (Fig. 3).

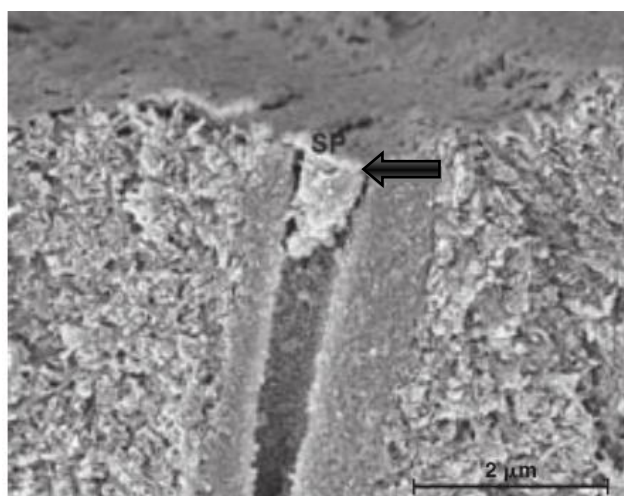


Figura 3 - *Smear plug* a bloquear entrada de túbulo dentinário (Fonte: Perdigão et al., 2002)

Nos últimos tempos inúmeros sistemas adesivos têm sido testados de forma a obter forças adesivas confiáveis (Proença et al., 2007).

Os adesivos podem ser classificados de 3 formas distintas, pelo tratamento da *smear layer*, pelo número de passos clínicos, e pela geração a que pertencem (Coelho et al., 2012).

No que diz respeito ao tratamento da *smear layer*, pode ser:

- *Etch and rinse* (condicionamento total) quando há remoção da *smear layer* através da aplicação de ácido fosfórico entre 30 a 40% (Munck et al., 2005);
- *Self-etch* (autocondicionantes) em que a *smear layer* não é removida, é alterada, tornando-a permeável através da utilização de monómeros acídicos (Munck et al., 2005).

Quanto ao número de passos os sistemas dividem-se em:

- Sistema *etch and rinse* de 2 ou 3 passos e sistema *self-etch* de 1 ou 2 passos (Coelho et al., 2012).

Relativamente as gerações estas variam da 1ª a 7ª, sendo que as primeiras já se encontram em desuso e as mais utilizadas são a 4ª, 5ª, 6ª e 7ª (Munck et al., 2005).

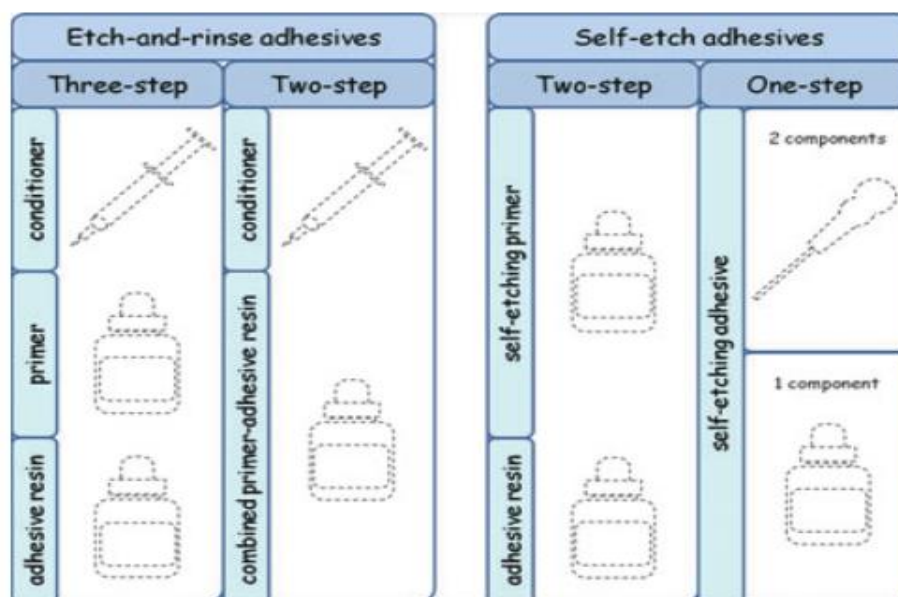


Figura 4 - Classificação dos adesivos segundo Van Meerbeek *et al.* (Fonte: Van Meerbeek *et al.*, 2003)

SISTEMAS ADESIVOS ETCH AND RINSE

O ataque ácido na dentina para além de aumentar a permeabilidade transdentinária, através da remoção da *smear layer* e *smear plug* dos túbulos dentinários, ainda remove cerca de 2-7 μm de conteúdo mineral intertubular. Após a lavagem com água são criados espaços entre as fibras de colagénio, onde serão depositados os monómeros de resina, criando assim a camada híbrida (Pashley, 1997; Oliveira *et al.*, 2003).

A camada híbrida é então composta por colagénio, resina, água e cristais de hidroxiapatite residuais (Cardoso *et al.*, 2011).

A resina deve penetrar tanto na dentina inter-tubular como na intra-tubular de forma a criar uma boa adesão, selamento dentinário e uma camada híbrida uniforme. Assim, torna-se possível prevenir a microinfiltração, sensibilidade e promover uma maior retenção da resina (Pashley, 1997).

O ataque ácido na dentina não actua da mesma forma que no esmalte, visto não aumentar a energia de superfície para facilitar a adesão. Na dentina, o ácido fosfórico remove a *smear layer*, através da abertura dos túbulos dentinários e aumento da permeabilidade dentinária (Van Meerbeek *et al.*, 2010; Coelho *et al.*, 2012).

Ao dissolver selectivamente os cristais de hidroxiapatite da dentina, o ácido vai facilitar a formação de *tags* de resina no interior dos túbulos e, conseqüentemente, a estabilização da camada híbrida e aumento do gradiente de fluidos para fora dos túbulos (Coelho et al., 2012).

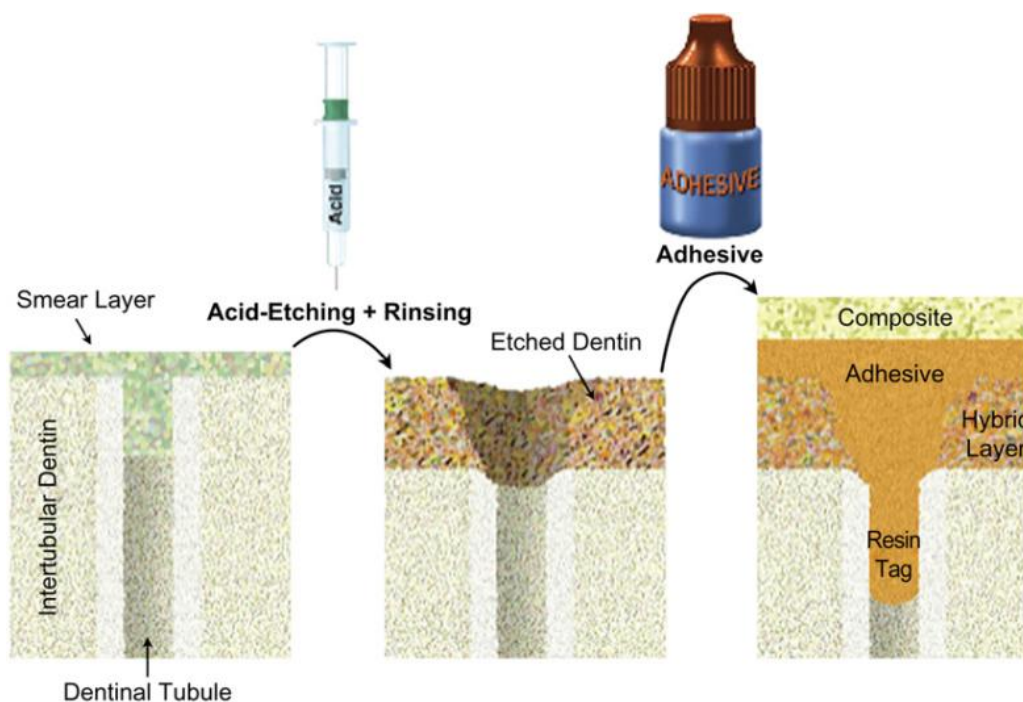


Figura 5 - Interação de sistema adesivo *etch and rinse* com a dentina (Fonte: Perdigão, 2007)

Os adesivos de 1ª geração surgiram na década de 50 / 60 tendo como base cianoacrilatos, poliuretanos, molécula de GPDM (ácido glicerofosfóricodimetacrilato) e molécula de NPG-GMA (N-fenilglicina e glicidil- metacrilato). Unindo-se com o esmalte e dentina através da quelacção com cálcio. Têm como principais limitações a manipulação clinica, a instabilidade, e baixas forças adesivas, insuficientes para suportar a contracção de polimerização (Coelho et al., 2012).

Já na década de 70 apareceram os adesivos de 2ª geração cuja principal diferença relativamente aos da 1ª geração era o facto de apresentarem ésteres de fosfato de resinas sem carga derivadas do metacrilato, como o Bis-GMA (bisfenol-A-glicidilmetacrilato) e

o HEMA (hidroxietilmetacrilato) (Coelho et al., 2012). A principal falha destes adesivos era a sua fraca adesão à dentina, pois restringiam-se apenas à adesão à *smear layer*, deixando-a intacta, não mantinham a dentina suficientemente húmida, nem penetravam o suficiente para estabelecer ligações iónicas ao nível dos túbulos dentinários (Perdigão & Swift, 2002).

Na 3ª geração foi realizado pela primeira vez o condicionamento ácido da dentina (*total etch*) de forma a remover parcialmente ou modificar a *smear layer*. (Coelho et al., 2012) Os resultados apesar de melhores ainda se apresentavam insuficientes visto a adesão à *smear layer* ser fraca e instável (Coelho et al., 2012).

A partir dos anos 80 com a publicação dos trabalhos de Fusayama o condicionamento da dentina passou a ser aceite de forma a remover por completo a *smear layer* e expor as fibras de colagénio. Nesta 4ª geração os procedimentos continuaram a ter 3 passos separados (Perdigão & Swift, 2002).

No que diz respeito à 5ª geração, também conhecidos por adesivos *one bottle*, tinha-se como objectivo diminuir passos clínicos e o tempo de trabalho. Nesta fase o primer e a resina adesiva encontram-se num só frasco assentando na hipótese da adesão à dentina húmida. No entanto algumas questões foram levantadas, como, qual o teor de humidade necessário para a adesão e ainda se o condicionamento ácido excessivo da dentina leva a sensibilidade pós-operatória. Por isso, mais tarde surgiram os adesivos de 6ª e 7ª geração que correspondem aos sistemas auto-condicionantes que dispensam a utilização de ácido ortofosfórico (Munck et al 2005, Coelho et al., 2012).

SISTEMAS ADESIVOS SELF-ETCH PRIMER

Nos sistemas *self-etch primer* não é necessária a utilização de ácido ortofosfórico, pois estes apresentam primers acídicos que condicionam a dentina através da infiltração e dissolução parcial da *smear layer* de forma a estabelecer a camada híbrida constituída por minerais e *smear layer* (Knobloch et al, 2007; Perdigão, 2007).

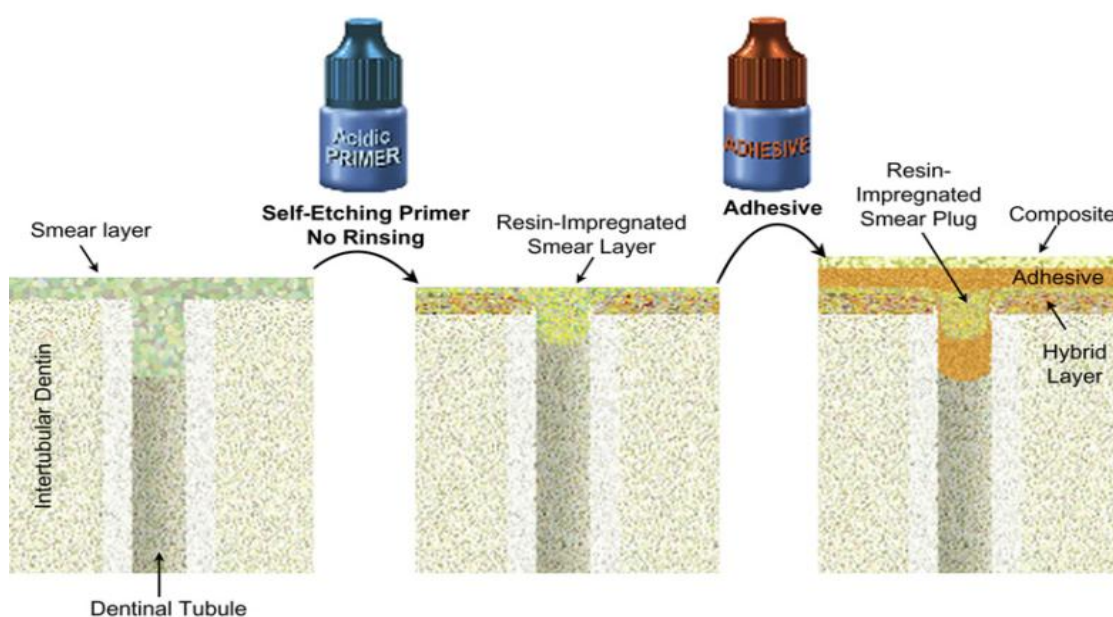


Figura 6 - Interação de sistema adesivo *self-etch* com a dentina (Fonte: Perdigão, 2007)

Os adesivos auto-condicionantes correspondem à sexta e sétima gerações, nestes não é necessária a utilização de ácido fosfórico, uma vez que apresentam *primers* acídicos na sua composição que desempenham esse papel. Têm como vantagens o menor risco de erros durante a manipulação, aplicação uma vez que permitem a incorporação da resina nos túbulos dentinários simultaneamente ao processo, o que diminui substancialmente o risco de erros (Van Meerbeek et al., 2003).

Os adesivos auto-condicionantes podem ser de 1 ou 2 etapas, dependendo se o *primer* e o adesivo estão separados ou numa só solução (Van Meerbeek et al., 2003).

Nos adesivos de 1 etapa estão incorporados todos os constituintes de um sistema adesivo (ácido, primer e resina adesiva hidrofóbica ou *bonding*) numa só solução (Van Meerbeek et al., 2003). Os primers acídicos destes sistemas são compostos por misturas

aquosas de monómeros ácidos, com radicais derivados do ácido carboxílico, fosfórico ou dos seus ésteres com um pH superior ao ácido utilizado nos sistemas *total etch* (Van Meerbeek et al., 2003; Hamouda et al., 2011).

Os auto-condicionantes de 2 etapas são constituídos por 2 soluções separadas aplicadas de forma sequencial, um *primer* ácido que desmineraliza sem remover completamente a smear layer e uma resina adesiva hidrofóbica (*bond*) (Van Meerbeek et al., 2003; Hamouda et al., 2011).

Nestes sistemas auto-condicionantes, a camada híbrida é composta por duas regiões diferentes, uma superior e outra inferior; A superior, chamada *smear layer* hibridizada, onde há infiltração de resina e, a inferior, onde a resina interage com a dentina intertubular subjacente à *smear layer* formando uma região de *smear plugs* hibridizados (Van Meerbeek et al., 2003).

Alguns estudos demonstram que os sistemas *self-etch* de 1 passo apresentam menor durabilidade comparativamente com os *self-etch* de 2 passos e *etch and rinse* de 3 passos, ou seja, nos últimos tempos verifica-se uma tentativa de simplificar a aplicação clínica em detrimento da eficácia da adesão dentinária (Breschi et al., 2008).

O HEMA é utilizado para promover a adesão nos sistemas auto-condicionantes, no entanto, quando está em altas concentrações, como nos *self-etch* de 1 passo, pode apresentar uma força adesiva imediata fraca e, posteriormente, uma hidrólise das propriedades mecânicas do polímero (Junior et al., 2010).

Os sistemas auto-condicionantes podem ser classificados através da acidez e da profundidade de interação com o substrato dentário em agressivos, moderados e leves (Van Meerbeek et al., 2003; Kenshima et al., 2006).

Os de carácter agressivo têm um $\text{pH} < 1$ e levam a uma desmineralização e um padrão de condicionamento ácido semelhante ao *etch and rinse* dissolvendo quase todos os cristais de hidroxiapatite existentes na dentina (Van Meerbeek et al., 2003).

Os adesivos com acidez moderada apresentam $1 < \text{pH} < 2$. Têm um potencial de interação com o substrato dentário inferior comparativamente com o anterior (Van Meerbeek et al., 2003; Kenshima et al., 2006).

A maior parte dos sistemas auto-condicionantes, no que diz respeito à acidez, são ligeiros, apresentando os valores de pH > 2; Interagem com o substrato dentário muito superficialmente, deixando parte dos cristais de hidroxiapatite juntamente com as fibras de colagénio da camada híbrida (Van Meerbeek et al., 2003).

SOLVENTES ORGÂNICOS

Os monómeros do primer foram dissolvidos em solventes orgânicos, como a acetona ou o etanol para que removam a água residual da superfície dentária, devido às suas propriedades de volatilização (Bertassoni et al, 2012; Coelho et al., 2012).

Ao aumentar a energia superficial da dentina e transformar a superfície dentinária hidrofílica numa hidrófoba, torna-se possível a impregnação pelos monómeros de resina adesiva (Coelho et al., 2012).

Os solventes orgânicos, como o álcool e acetona, removem a água dos géis aniónicos de glicosaminoglicanos (GAG) levando ao seu colapso. Os fabricantes dos sistemas adesivos *etch and rinse* de 2 passos não dissolvem os co-monómeros em água, mas sim em etanol ou acetona, uma vez que os dimetacrilatos que usam para endurecer os polímeros não são solúveis em água (Pashley et al., 2011).

O objectivo do álcool é desidratar quimicamente a matriz dentinária desmineralizada com o ataque ácido, originando um encolhimento das fibras de colagénio que, por sua vez, levam a um aumento da largura dos espaços interfibrilares e a uma redução do teor hidrofílico da matriz de colagénio (Pashley et al., 2011).

Quando temos a dentina saturada com álcool a resistência à microinfiltração é superior comparativamente com a dentina saturada com água. Torna-se mais complicado alcançar a camada híbrida, ocorre hibridização com as fibras de colagénio envolventes e um selamento dos túbulos dentinários muito superior à dentina saturada com água (Pashley et al., 2011).

No que diz respeito às forças de microtracção, os adesivos que contém álcool apresentam forças 17% superiores quando comparados com os que apenas têm como solvente a água (Pashley et al., 2011).

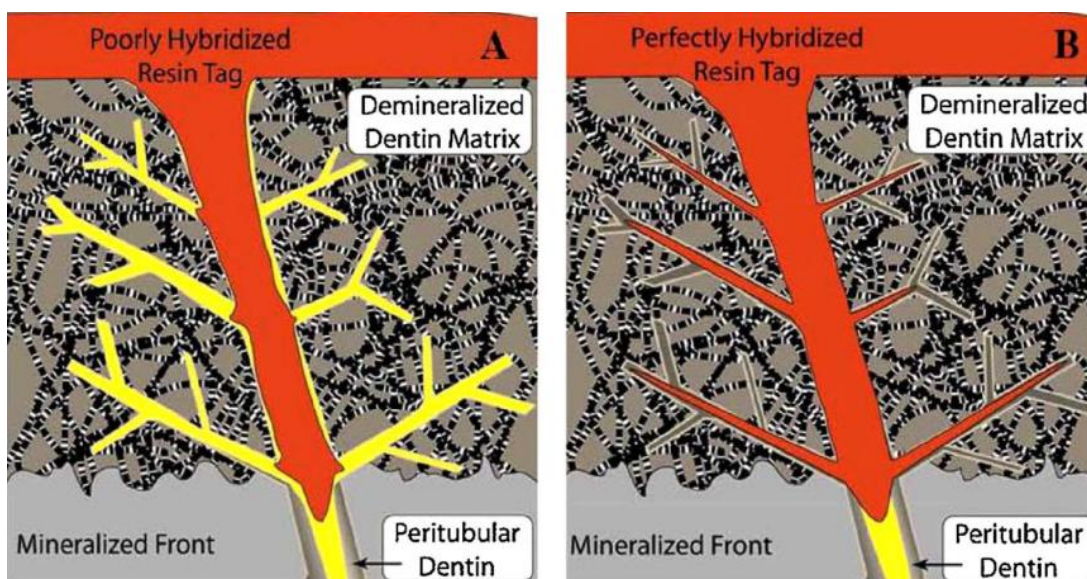


Figura 7 - Esquema da permeabilidade dentinária com álcool (B) e sem álcool (A) (Fonte: Pashley et al., 2011)

FACTORES QUE COMPROMETEM A DURABILIDADE DA INTERFACE ADESIVA NA DENTINA

Em 1990 após a introdução da técnica adesiva com a dentina húmida houve uma melhoria significativa nos resultados obtidos da infiltração dentinária. Após o ataque ácido na dentina é aplicado o adesivo. Este contém 2- hidroxietil metacrilato (HEMA) que funciona como solvente dos monómeros de resina não compatíveis com água de forma a reduzir a separação dos monómeros aquando da evaporação dos solventes voláteis e permitir ligação ao colagénio desmineralizado (Liu et al., 2011).

Com a evolução dos sistemas adesivos, houve um aumento da concentração de monómeros iónicos e hidrofílicos de forma a melhorar a adesão à dentina. No entanto este aumento hidrofílico tem inúmeras desvantagens e cria uma ligação dentinária fraca uma vez que, estes sofrem hidrólise devido à presença de ligações ésteres (Liu et al., 2011).

Estudos anteriores revelam que as elevadas concentrações de monómeros nos adesivos diminuem a pressão de vapor nos solventes, como a água, e dificultam a evaporação de água, desgastando assim as propriedades mecânicas do polímero resultante, levando à sua plastificação (Liu et al., 2011).

A absorção de água e conseqüente degradação hidrolítica ocorrem por aumento da acidez dos monómeros ou por esterases salivares que quebram as ligações covalentes dos polímeros (Liu et al., 2011).

Existem enzimas, como as metaloproteinases e catepsinas de cisteína, que são responsáveis pela degradação e hidrólise da matriz de colagénio da camada híbrida (Tjäderhane et al., 2013).

A longevidade da união resina adesivo está também comprometida em zonas da camada híbrida muito ricas em HEMA, pois este forma um polímero linear que facilmente se desgasta, quebrando as fibras de colagénio (Breschi et al., 2008).

TESTES DE MICROTRACÇÃO

Devido à ampla variedade de sistemas adesivos disponíveis no mercado, os testes laboratoriais tornam-se importantes para os clínicos decidirem quais devem utilizar no dia a dia. O ideal era ter sempre testes clínicos mas são muito morosos e caros. Contudo para diferentes autores, existem diferenças significativas nos resultados obtidos, levando a que não se possa confiar em absoluto nos testes laboratoriais (Braga et al., 2010).

De forma a prever o comportamento dos sistemas adesivos cada vez mais os testes laboratoriais ganham importância, no entanto, estes apresentam inúmeras limitações, como as condições e tempo de preservação da amostra, a quantidade de dentina esclerótica, a superfície dentária remanescente, a rugosidade dentinária e ainda o tipo de teste utilizado para testar o adesivo (Perdigão & Swift, 2002).

Ultimamente através do teste de microtracção dos sistemas adesivos tornou-se possível, a partir de um dente, conseguir inúmeras amostras para microtraccionar. Para além disto, permite testes à dentina cariada, dentina esclerótica e esmalte, diminuindo a

possibilidade de erros uma vez que as amostras têm uma área inferior às utilizadas nos métodos convencionais. Tornou possível a avaliação das forças adesivas do mesmo dente mas em diferentes zonas e, por último, facilitou bastante a análise através do microscópio electrónico (Armstrong et al., 1998).

MÉTODOS DE ENVELHECIMENTO

Com o decorrer do tempo, ocorre a degradação das fibras de colagénio e dos componentes hidrofílicos das resinas, levando a uma destruição da camada híbrida e diminuição das forças adesivas (Tjäderhane et al., 2013).

A degradação da interface adesiva é um processo complexo, que envolve a dissolução e desintegração dos materiais na saliva variando consoante o tipo de sistema adesivo:

- Nos *etch and rinse*- após o ataque ácido e remoção da *smear layer* pode haver uma impregnação insuficiente dos monómeros de resina nas fibras de colagénio expostas e, conseqüentemente, a criação de uma zona de dentina desmineralizada exposta, onde vão actuar enzimas, como as metaloproteinases, que promovem a degradação da matriz orgânica dentinária (Hashimoto et al., 2011).

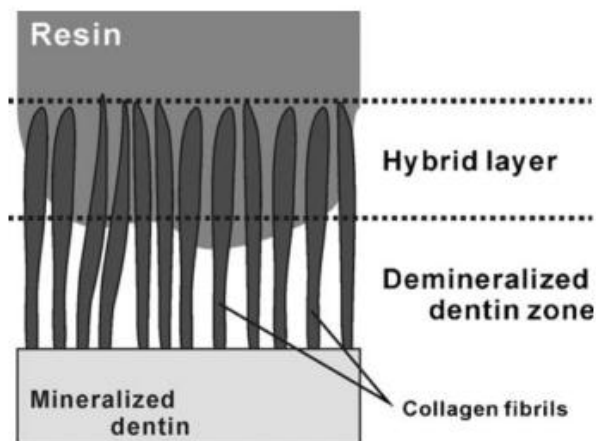


Figura 8 - Esquema da zona de dentina desmineralizada exposta nos *sistemas etch and rinse* (Fonte:Hashimoto et al., 2011)

- Nos *self-etch*: não é necessária a utilização de *etching* devido a presença de monómeros ácidos no primer. Há simultaneamente uma desmineralização e infiltração que vai permitir a incorporação parcial ou total da *smear layer* na camada híbrida, eliminando assim, teoricamente, a possibilidade de microinfiltração. No entanto, regiões de incompleta incorporação de resina ou de incompleta fotopolimerização podem gerar

uma hidrólise da resina e colagénio e, conseqüentemente, uma diminuição das forças adesivas (Hashimoto et al., 2011).

Existem inúmeros métodos de envelhecimento para testar as forças adesivas, como por exemplo, armazenamento em água destilada ou saliva durante períodos variados que vão desde os 3 meses e por vezes chegam a 4 anos, assim como, termociclagem, ataques enzimáticos, testes mecânicos e ainda alterações do pH (Colucci et al., 2007).

Nesta investigação foram utilizados o armazenamento em saliva artificial durante 24h, 6 meses e ainda os testes de termociclagem de forma a verificar se existem diferenças significativas no que diz respeito às forças adesivas de 4 sistemas adesivos diferentes.

O armazenamento às 24h é utilizado na grande maioria dos testes *in vitro* como grupo de controlo, no entanto, não avaliam a degradação da interfase adesiva a longo termo (Dantas et al., 2008).

No envelhecimento das amostras, chegou-se a conclusão que é possível simular e prever as condições clínicas presentes na cavidade oral e ainda a durabilidade da união dentina / resina ao longo do tempo (Toledano et al., 2007).

Nos processos de envelhecimento por armazenamento em água destilada ou saliva artificial, no caso dos sistemas adesivos *etch and rinse*, existem 2 tipos de degradação da interface adesiva: a degradação da porção orgânica da camada híbrida por desintegração e desaparecimento das fibras de colagénio e, a degradação da resina (Colucci et al., 2007).

Os sistemas *self-etch*, foram desenvolvidos com o intuito de, através de primers acídicos, dissolver a matriz inorgânica e, simultaneamente, haver infiltração dos monómeros de adesivo. No entanto, alguns autores verificaram uma incompleta infiltração da resina e a presença de redes de água na interface adesiva nas amostras armazenadas em estufa durante 1 ano (Colucci et al., 2007).

Daí a importância dos testes a longo termo, como os testes de termociclagem e 6 meses. Quanto à termociclagem esta é utilizada com o objectivo de mimetizar as alterações de

temperatura na cavidade oral *in vitro*, através da contração e expansão da interface resina / dente (Mitsui et al., 2006; Colucci et al., 2007).

O número de ciclos e temperaturas utilizadas neste teste varia consoante o objectivo do estudo, sendo que neste estudo, optou-se por fazer 10 000 ciclos, o equivalente sensivelmente a 1 ano de degradação, Quanto à temperatura utilizada tal como previsto na norma ISO/TS 11405 de 2003 foi de 5° e 55° C em banhos de 30 segundos.

OBJECTIVO

O objectivo desta investigação é:

- Avaliar as forças adesivas à microtração de sistemas adesivos com diferentes estratégias adesivas.
- Avaliar se os métodos de envelhecimento influenciam ou não a resistência adesiva à microtração.

HIPÓTESES EXPERIMENTAIS:

- Hipótese Nula: não há diferenças significativas entre os sistemas adesivos e entre os diferentes métodos de envelhecimento usados.
- Hipótese Alternativa: há diferenças significativas entre os sistemas adesivos e os diferentes métodos de envelhecimento usados.

MATERIAIS E MÉTODOS

Neste estudo *in-vitro* foram utilizados 48 molares sem cáries, recentemente extraídos por razões ortodônticas ou periodontais. Após a extração, foi removido o tecido orgânico existente e os dentes foram armazenados numa solução de Cloramina a 0,5% durante 48h para desinfecção de acordo com a norma ISO 11405.

Em seguida os dentes foram divididos aleatoriamente em 4 grupos de 12 dentes cada (n=12), de acordo com o sistema adesivo usado: FL: Optibond Fl, . XTR: Optibond XTR, SP: Optibond Solo plus e AIO: Optibond All-in-one.

Adesivo / método envelhecimento	FL	XTR	AIO	SP
1 (24h)	FL1	XTR1	AIO1	SP1
2 (termociclagem)	FL2	XTR2	AIO2	SP2
3 (6 meses)	FL3	XTR3	AIO3	SP3

Tabela 1- Grupos experimentais para diferentes métodos de envelhecimento

Grupos Experimentais

FL

Optibond Fl (Kerr Corporation, Orange, CA,USA)

Adesivo *Etch and Rinse* de 3 passos (Fig. 9)



Figura 9: Optibond Fl (Kerr Corporation, Orange, CA,USA)

SP

Optibond Solo plus (Kerr Corporation, Orange, CA, USA)

Adesivo *Etch and Rinse* de 2 passos (Fig. 10)



Figura 10: Optibond Solo plus (Kerr Corporation, Orange, CA, USA)

XTR

Optibond XTR (Kerr Corporation, Orange, CA, USA)

Adesivo *self-etch* de 2 passos (Fig. 11)



Figura 11: Optibond XTR (Kerr Corporation, Orange, CA, USA)

AIO

Optibond All-in-one (Kerr Corporation, Orange, CA, USA)

Adesivo *Self etch* de 1 passo. (Fig.12)



Figura 12: Optibond All-in-one (Kerr Corporation, Orange, CA, USA)

Optibond FL

(Kerr Corporation, Orange, CA,USA)



Lote = 4510988

Validade = 2013/09

Segundo fabricante::

- 1) Aplicar ácido fosfórico a 37.5 % no esmalte e dentina 15 segundos; lavar abundantemente (15 segundos) e secar sem desidratar
- 2) Aplicar primer (frasco 1) no esmalte e dentina 15 segundos; secar 5 segundos
- 3) Aplicar o adesivo (frasco 2) sobre esmalte e dentina e aplicar levemente ar
- 4) Fotopolimerizar 10 segundos
- 5) Aplicar resina composta em incrementos 2 mm e fotopolimerizar cada incremento 20 segundos

Tabela 2- Optibond FL, instruções para aplicação em restaurações directas segundo o fabricante

Optibond Solo plus

(Kerr Corporation, Orange, CA, USA)



Lote = 4698810

Validade = 2014/10

Segundo fabricante:

- 1) Aplicar ácido fosfórico a 37.5 % no esmalte e dentina 15 segundos; lavar abundantemente (15 segundos) e secar sem desidratar
- 2) Aplicar Solo plus sobre esmalte e dentina 15 segundos; secar 3 segundos
- 3) Fotopolimerizar 10 segundos
- 4) Aplicar resina composta em incrementos 2 mm e fotopolimerizar cada incremento 20 segundos

Tabela 3- Optibond Solo Plus, instruções para aplicação em restaurações directas segundo o fabricante

Optibond XTR

(Kerr Corporation, Orange, CA, USA)

pH = 2.67



Lote = 4452830

Validade = 2013/12

Segundo fabricante:

- 1) Lavar cavidade abundantemente com água e secar com ar
- 2) Aplicar primer (frasco 1) sobre esmalte e dentina 20 segundos; secar 5 segundos
- 3) Aplicar adesivo (frasco 2) sobre esmalte e dentina 15 segundos; secar 5 segundos
- 4) Fotopolimerizar 10 segundos
- 5) Aplicar resina composta em incrementos 2 mm e fotopolimerizar cada incremento durante 20 segundos

Tabela 4 - Optibond XTR, instruções para aplicação em restaurações directas segundo o fabricante

Optibond All-in-one

(Kerr Corporation, Orange, CA, USA)

pH = 1.73



Lote = 4700943

Validade = 2014/03

Segundo fabricante:

- 1) Lavar cavidade abundantemente com água e secar com ar
- 2) Aplicar All-in-one sobre esmalte e dentina 20 segundos
- 3) Aplicar uma segunda vez durante 20 segundos; secar 5 segundos
- 4) Fotopolimerizar 10 segundos
- 5) Aplicar resina composta em incrementos 2 mm e fotopolimerizar cada incremento 20 segundos

Tabela 5- Optibond All in one, instruções para aplicação em restaurações directas segundo o fabricante

Scotchbond™ Universal Etchant

3M ESPE, St. Paul, MN, USA

pH= 0.04



Lote = 250030

Validade = 2014/03

Instruções para uso:

- Aplicar o gel de ácido fosfórico a 37.5% e deixar actuar por 15 seg;
- Lavar bem com água e secar com ar, sem ressequir.

Tabela 6 - *Scotchbond™ Universal Etchant*, instruções para o uso segundo o fabricante

Filtek™ Z250

(3M ESPE, St. Paul, MN, USA)
Resina composta híbrida



Lote = N357186

Validade = 2015/08

Instruções para aplicação:

- Aplicar incrementos de 2mm;
- Fotopolimerizar cada incremento durante 20 seg.

Tabela 7 - *Filtek™ Z25*, instruções para o uso segundo o fabricante

Material		Componentes / Composição	
OptiBond FL	Gel etchant: 37.5% H3PO4, water, fumed silica LOT: 250030	FL primer: HEMA, GPDM, MMEP, water, ethanol, photoinitiator (CQ), BHT LOT:4509344	FL adhesive: Bis-GMA, HEMA, GPDM, GDMA, photoinitiator (CQ), ODMAB, fillers (fumed SiO2, barium aluminoborosilicate, Na2SiF6), coupling factor A174 LOT:4510988
OptiBond SOLO Plus	Gel etchant: 37.5% H3PO4, water, fumed silica LOT: 250030	Bis-GMA, HEMA, GPDM, water, ethanol, barium aluminoborosilicate glass, fumed silica (silicon dioxide), sodium hexafluorosilicate, photoinitiator (CQ) LOT: 4698810	
OptiBond XTR pH primer: 2.67	XTR primer: Acetone, water, ethanol, HEMA, photoinitiator (CQ), GPDM LOT: 4436219	XTR adhesive: Ethanol, HEMA, sodium hexafluorosilicate, MEHQ; nano-silica, barium; photoinitiator (CQ) LOT:4447826	
OptiBond All-in-One pH primer: 1.73	GPDM, HEMA, GDMA, Bis-GMA, water, ethanol, acetone, photoinitiator (CQ), silica, sodium hexafluorosilicate LOT:4700943		
Filtek Z250	Bis-EMA, TEGDMA, UDMA, zirconium, silica LOT: N357186		
<p>bis-GMA = bisphenol A diglycidyl methacrylate; Bis-EMA(6)1 (Bisphenol A polyethylene glycol diether dimethacrylate); BHT = butylhydroxytoluene; CQ= camphorquinone; DMA= dimethacrylates; GDMA= glycerol dimethacrylate; GPDM = glycerol phosphate dimethacrylate; HEMA = 2-hydroxyethyl methacrylate; MAC-10 = 11-methacryloyloxy-1,1'-undecanedicarboxylic acid; 10-MDP = 10-methacryloyloxydecyl dihydrogen phosphate; MEHQ = 4-methoxyphenol Mono(2-methacryloyloxy)ethyl phthalate; ODMAB= 2-(ethylhexyl)-4-(dimethylamino)benzoate; TEGDMA = triethyleneglycol-dimethacrylate; 4-META = 4-methacryloyloxyethyl trimellitate anhydride; H3PO4 = phosphoric acid. Dr. Eugene Qian, Principal Scientist, Kerr Corporation, personal communication, July 6, 2011.</p>			

Tabela 8: Materiais e a sua composição

PROCEDIMENTO LABORATORIAL

Seguidamente os dentes foram colados com cera colante a bases acrílicas (Fig. 13) e seccionados com uma lâmina diamantada a baixa velocidade (Isomet 1000, Buehler, IL, EUA), irrigada com água. As secções foram feitas em 2 zonas (Fig. 14), 2 mm abaixo da zona amelo-cimentária de forma a remover as raízes e 2 mm abaixo da face oclusal, removendo as cúspides e sempre perpendicularmente ao longo eixo do dente (Fig. 15).



Figura 13: dente colado com cera colante a base acrílica

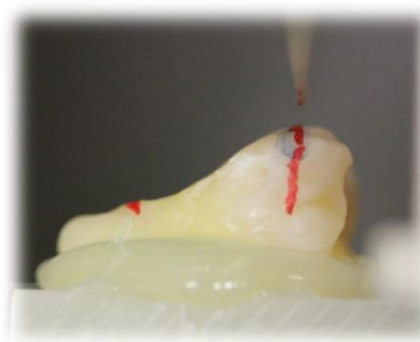


Figura 14: Dente marcado e pronto para secção

Prosseguiu-se com o polimento da dentina com um disco de lixa de SiC de 600 grit (Buehler, Lake Bluff, IL, USA), durante cinco voltas, sob água corrente (Fig. 16) de forma a remover o esmalte remanescente e criar uma *smear layer* uniforme (Pashley *et al.*, 1988).



Figura 15: Exposição dentina



Figura 16: Polimento

No que diz respeito à fase de preparação das amostras, nos grupos FL e SP, foi efectuado o condicionamento com ácido fosfórico a 37% durante 15 segundos (Scotchbond Universal Etchant (3M ESPE, St. Paul, MN, USA) (Fig. 17), lavou-se abundantemente com água e secou-se, tendo sempre a preocupação de não desidratar a dentina (Fig. 18).

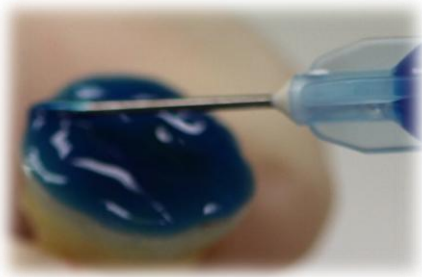


Figura 17: Condicionamento ácido

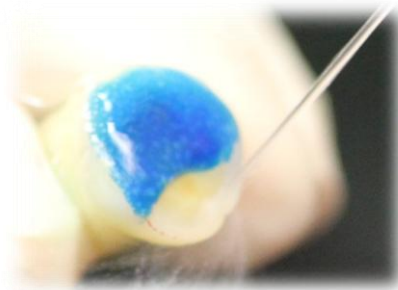


Figura 18: Remoção ácido com água

No Grupo FL, o primer (frasco 1) foi aplicado durante 15 segundos através de *micro-brush*, secou-se 5 segundos, de seguida aplicou-se o adesivo (frasco 2) e secou-se levemente de forma a espalhar o solvente. Fotopolimerizou-se durante 10 segundos (Fig. 19 e 20).



Figura 19: Aplicação do adesivo

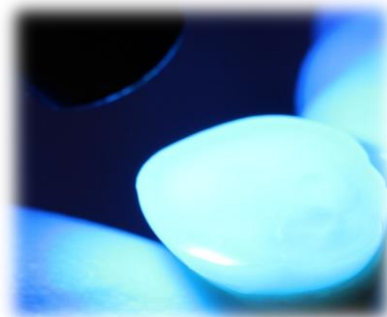


Figura 20: Fotopolimerização do adesivo

No Grupo SP, aplicou-se o adesivo durante 15 segundos e secou-se 3 segundos. Fotopolimerizou-se 10 segundos (Fig. 19 e 20).

Nos Grupos XTR e AIO, por se tratarem de sistemas *self-etch* o condicionamento ácido não é necessário, como tal, no XTR aplicou-se o primer (frasco 1) durante 20 segundos, secou-se 5 segundos. De seguida, aplicou-se o adesivo (frasco 2) durante 15 segundos e secou-se novamente 5 segundos. Fotopolimerizou-se 10 segundos.

No AIO aplicou-se o adesivo duas vezes durante 20 segundos e secou-se 5 segundos. Fotopolimerização durante 10 segundos.

As restaurações foram realizadas com resina composta Filtek Z250 (Cor A2, 3M ESPE, St Paul, MN, USA) em 3 incrementos de 2 mm (Fig. 21 e 22) e cada incremento fotopolimerizado durante 20 segundos, através do fotopolimerizador Optilux 501 (Kerr, Middleton, USA) (Fig. 23) com intensidade de 600 mW/cm^2 . Entre cada adesivo foi realizado um controlo do fotopolimerizador através de um radiómetro (Demetron 100, Demetron Research Corporation, Danbury, USA). De seguida cada dente foi dividido em 2 zonas, uma periférica e outra central, de forma a aproveitar-se apenas a zona central com cerca de $3 \times 3 \text{ mm}$.



Figura 21: Aplicação da Resina composta



Figura 22: Aspecto final da restauração



Figura 23: do fotopolimerizador Optilux 501 (Kerr, Middleton, USA)

Os palitos são obtidos através da secção das amostras na direcção X e Y através de uma lâmina diamantada a baixa rotação (Accutom-50, Struers, Dinamarca) (Fig. 24) de forma a obter palitos com $1 \text{ mm}^2 (\pm 0.2 \text{ mm})$, irrigando sempre com água (Fig. 25 e 26).



Figura 24: Micrótopo de tecidos duros (Accutom-50, Struers, Dinamarca)



Figura 25: Seccionamento da amostra



Figura 26: Após secção, palitos dentina-resina composta

Quanto aos métodos de envelhecimento, quer para as 24 horas, quer para os 6 meses, os dentes foram seccionados antes e armazenados em saliva artificial (Fusayama et al., 1963) (Ph= 5.25) numa estufa de incubação a 37° C (Memmert INE 400, Memmert, Germany) (Fig. 27). Quanto aos dentes para termociclagem, só foram seccionados depois da conclusão da mesma. Foram realizados 10 000 ciclos de 30 segundos a 5° e 55° ± 2°C em água destilada com diferença de apenas 5 segundos ente cada ciclo (Colucci et al., 2007) (Fig. 28).



Figura 27: Estufa (Memmert INE 400, Memmert, Germany)



Figura 28: Máquina de termociclagem

Após o período de envelhecimento os palitos são colados com cola de cianocrilato (Zapit, Dental Ventures of America, Corona, CA, USA) a um jig de aço inoxidável de Geraldeli (Perdigão *et al.*, 2002) (Fig. 29) e sujeitos a forças de microtracção com a velocidade de 0,5 mm/ min numa máquina de testes universal (Shimadzu HSV-30, Shimadzu Corporation, Kyoto, Japan) (Fig.30) e utilizando uma célula de 5 kN. Após a fractura os palitos são descolados do jig e medidos com craveira digital (Storm Digital Caliper CDC/N 0-150 mm, Pontoglio, BS, Italy) (Fig. 31) de forma a obter-se a área aderida que juntamente com a força (em kN) possibilita o cálculo da força de microtracção em MPa.



Figura 29: Palito colado num *jig* de aço inoxidável com cola de cianoacrilato



Figura 30: Palito fracturado após forças microtracção

Cada palito fracturado foi analisado ao microscópio óptico Leica ATC 2000 (Reichert Inc., Buffalo, NY, USA) (Fig. 32) com ampliação 20x e avaliada o tipo de fractura: Coesiva de resina; coesiva de dentina; adesiva ou mista.



Figura 31: Craveira digital para medir área adesiva

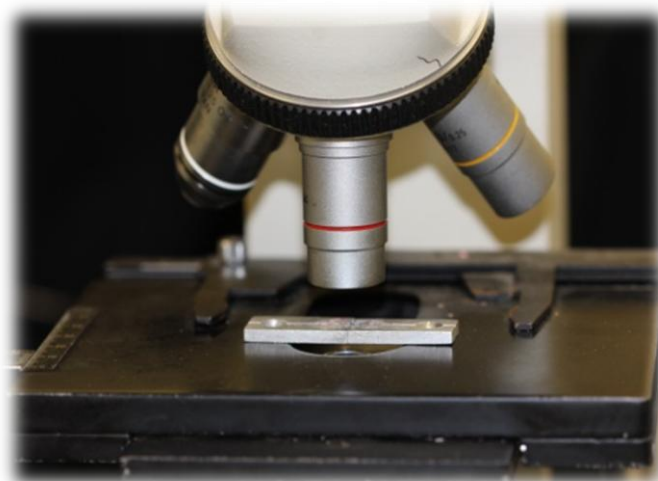


Figura 32: Microscópio Leica ATC 2000

RESULTADOS

RESULTADOS SEGUNDO OS DIFERENTES SISTEMAS ADESIVOS UTILIZADOS

ADESIVO AIO

	Média	Desvio Padrão	N
AIO1	23,3525	12,43799	61
AIO2	28,4259	15,91234	45
AIO3	23,8605	12,61184	53

Tabela 9 - Médias em MPa, Desvio Padrão e número de palitos no grupo AIO

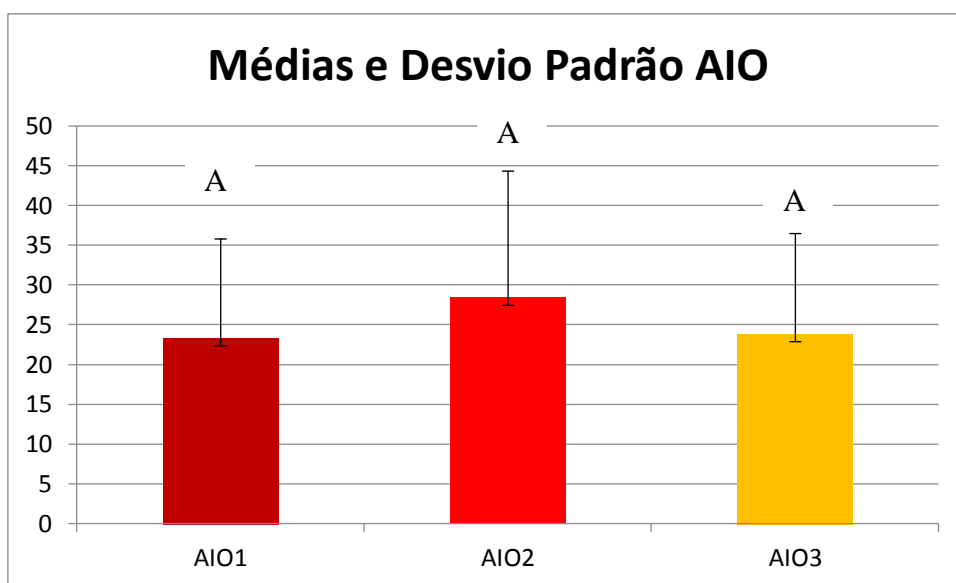


Figura 33 - Resumo das médias em MPa da microtração e desvio padrão do grupo AIO (letras diferentes indicam diferenças estatísticas significativas)

Como se pode verificar na tabela 9 e figura 33, no grupo AIO, as forças adesivas mais altas pertencem ao grupo da termociclagem, no entanto, não existem diferenças significativas entre os 3 métodos de envelhecimento.

ADESIVO XTR

	Média	Desvio Padrão	N
XTR1	38,6725	23,4823	55
XTR2	39,4357	21,93025	57
XTR3	36,4178	15,77074	57

Tabela 10 - Médias em MPa, Desvio Padrão e número de palitos no grupo XTR

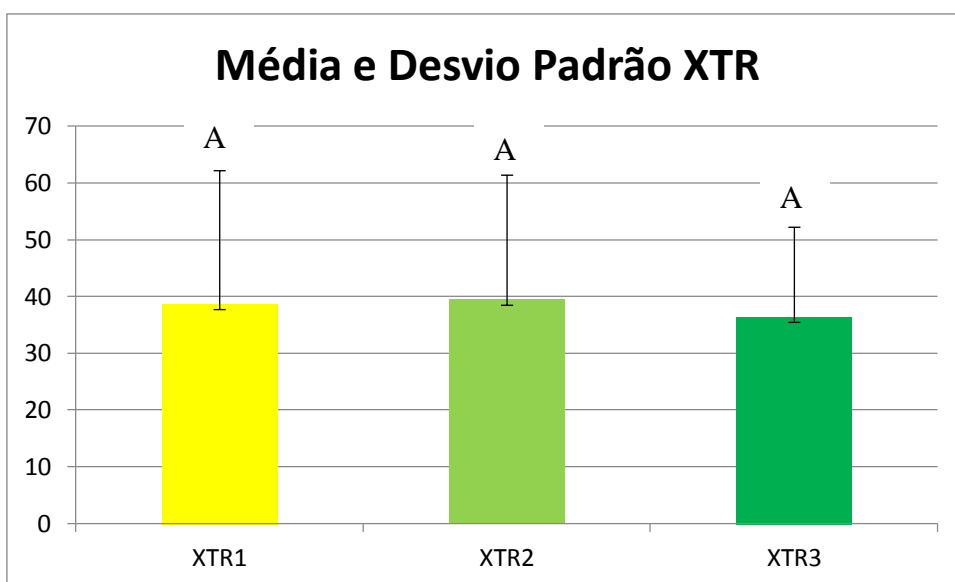


Figura 34 - Resumo das médias em MPa da microtração e desvio padrão do grupo XTR (letras diferentes indicam diferenças estatísticas significativas)

Para o grupo XTR, não há diferenças significativas entre os métodos de envelhecimento.

ADESIVO FL

	Média	Desvio Padrão	N
FL1	29,935	16,42899	58
FL2	34,1235	18,69593	60
FL3	22,3485	11,97932	53

Tabela 11 - Médias em MPa, Desvio Padrão e número de palitos no grupo FL

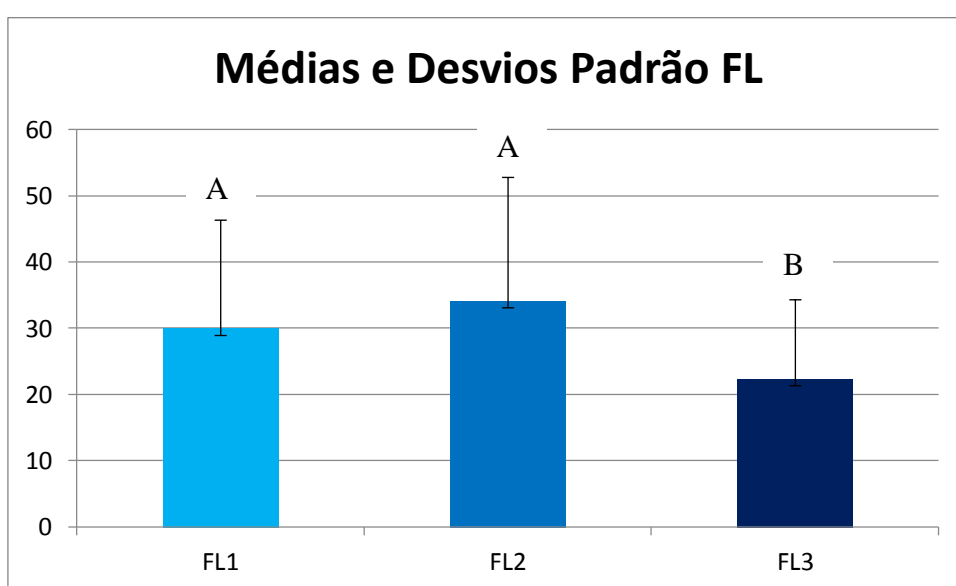


Figura 35 - Resumo das médias em MPa da microtração e desvio padrão do grupo FL (letras diferentes indicam diferenças estatísticas significativas)

Quanto ao grupo FL, as forças mais altas são para a termociclagem, seguida das 24h não havendo no entanto diferenças significativas entre elas, já no que diz respeito aos 6 meses apresenta diferenças significativas para os diferentes grupos, visto haver uma grande diminuição das forças.

ADESIVO SP

	Média	Desvio Padrão	N
SP1	17,0351	11,28745	52
SP2	30,992	15,29831	59
SP3	20,3632	11,31573	47

Tabela 12 - Médias em MPa, Desvio Padrão e número de palitos no grupo SP

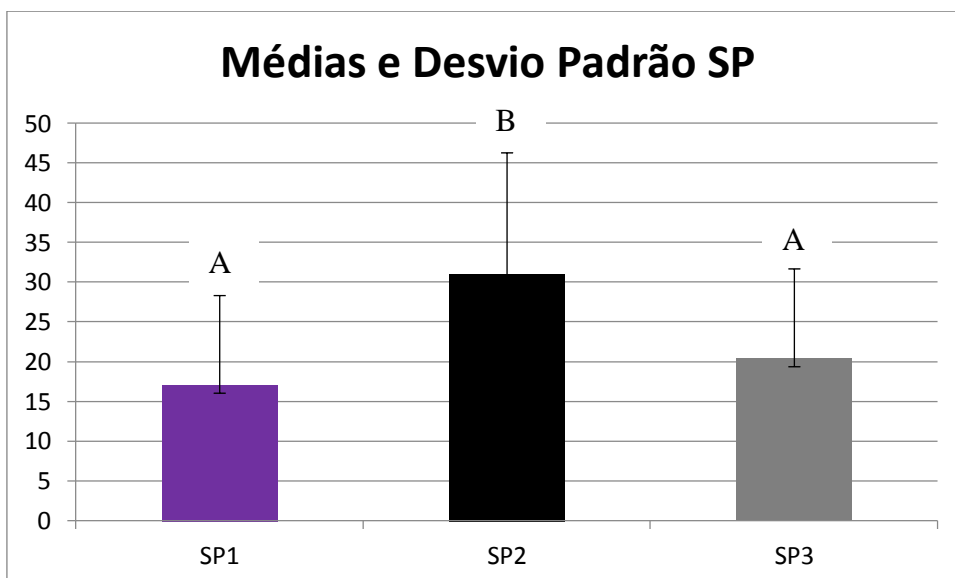


Figura 36 - Resumo das médias em MPa da microtração e desvio padrão do grupo SP (letras diferentes indicam diferenças estatísticas significativas)

No grupo SP, as forças adesivas mais altas de microtração pertencem ao grupo 2 havendo diferenças significativas relativamente às 24 e 6 meses que apresentam forças adesivas inferiores.

RESULTADOS SEGUNDO O MÉTODO DE ENVELHECIMENTO UTILIZADO

RESULTADOS ÀS 24H

	Média	Desvio Padrão	N
AIO1	23,3525	12,43799	61
XTR1	38,6725	23,4823	55
FL1	29,935	16,42899	58
SP1	17,0351	11,28745	52

Tabela 13 - Médias em Mpa, Desvio Padrão e número de palitos às 24h

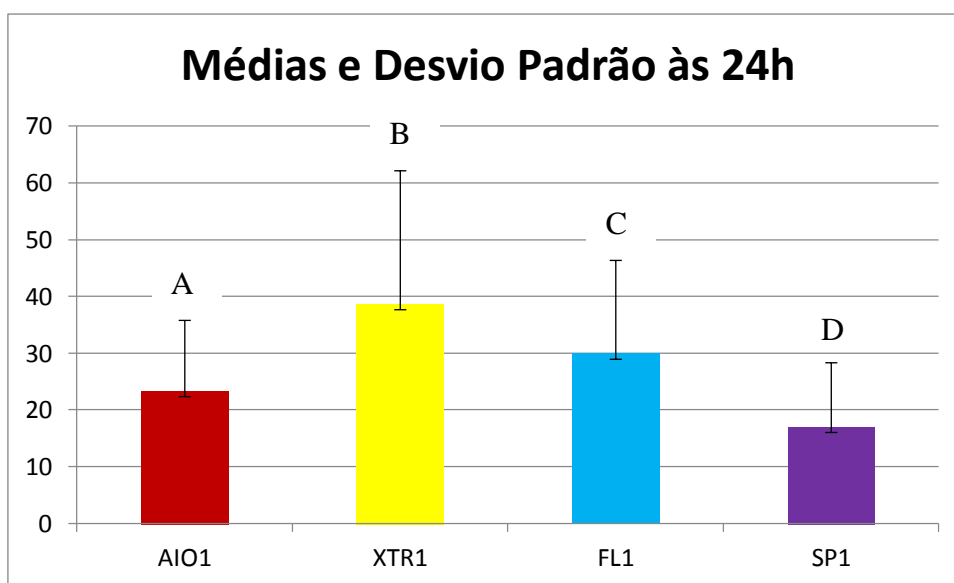


Figura 37 - Resumo das médias em MPa da microtração e desvio padrão às 24h (letras diferentes indicam diferenças estatísticas significativas)

Na Tabela 13 e figura 37 pode-se constatar que:

O adesivo XTR apresenta uma resistência à microtração significativamente mais elevada que os adesivos AIO, SP e FL;

O adesivo AIO apresenta resistência significativamente mais elevada que o adesivo SP, mas mais baixa do que o adesivo FL;

O adesivo FL é significativamente mais resistente que o adesivo SP.

RESULTADOS DA TERMOCICLAGEM

	Média	Desvio Padrão	N
AIO2	28,4259	15,91234	45
XTR2	39,4357	21,93025	57
FL2	34,1235	18,69593	60
SP2	30,992	15,29831	59

Tabela 14 - Médias em MPa, Desvio Padrão e número de palitos para a Termociclagem

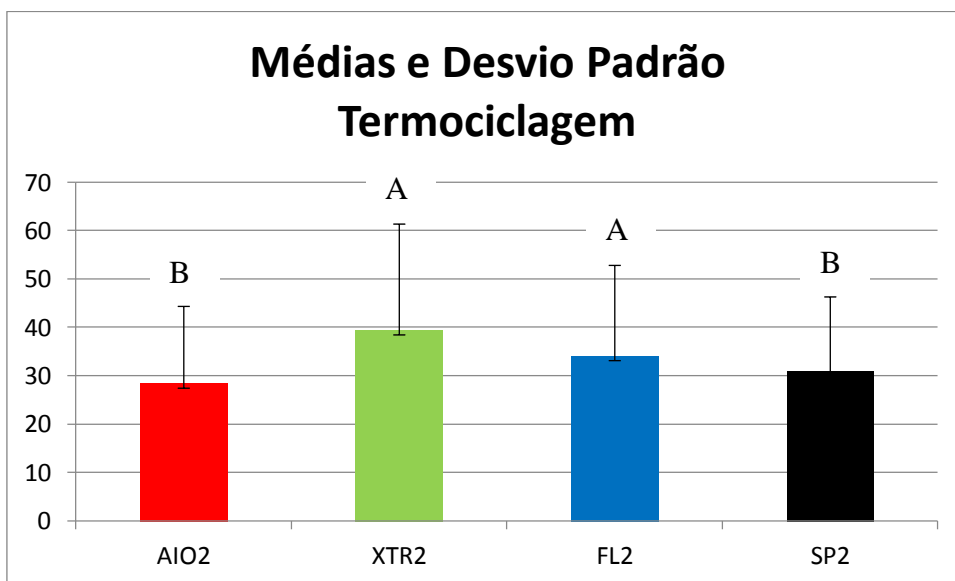


Figura 38 - Resumo das médias em MPa da microtração e desvio padrão para termociclagem (letras diferentes indicam diferenças estatísticas significativas)

Quanto à termociclagem, o adesivo XTR é significativamente mais resistente que os adesivos AIO e SP, sendo essas as únicas diferenças significativas entre adesivos sob esse tratamento.

RESULTADOS AOS 6 MESES

	Média	Desvio Padrão	N
AIO3	23,8605	12,61184	53
XTR3	36,4178	15,77074	57
FL3	22,3485	11,97932	53
SP3	20,3632	11,31573	47

Tabela 15 - Médias em MPa, Desvio Padrão e número de palitos aos 6 meses

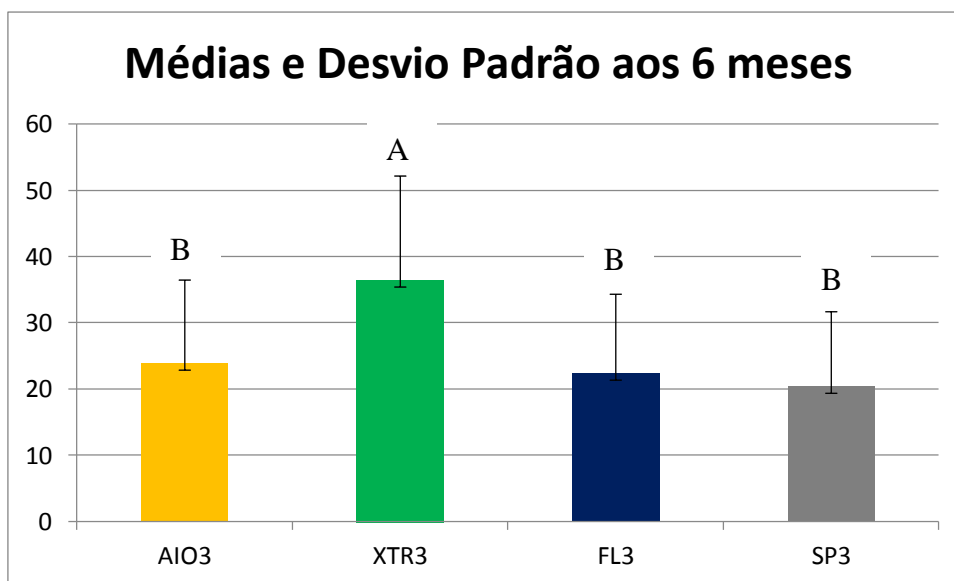


Figura 39 - Resumo das médias em MPa da microtração e desvio padrão aos 6 meses (letras diferentes indicam diferenças estatísticas significativas)

Quanto aos 6 meses o adesivo XTR apresenta resistência significativamente mais elevada que os adesivos AIO, SP e FL, sendo essas as únicas diferenças significativas entre adesivos para esse tratamento.

TIPOS DE FRACTURA

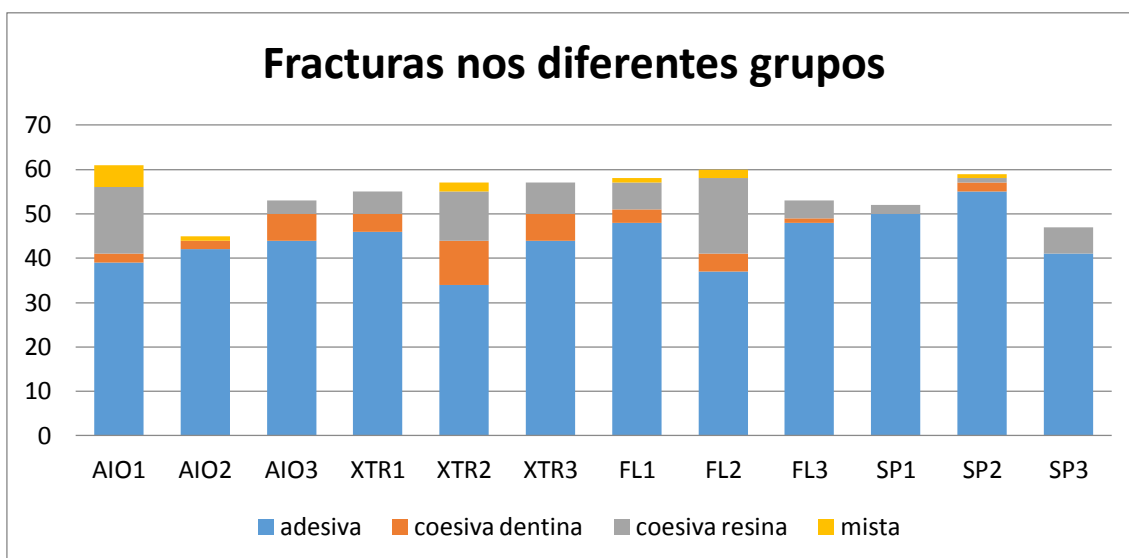


Figura 40 - Comparação das fracturas em todos os grupos

Como se pode verificar através da figura 40, nas amostras estudadas as fracturas adesivas são as mais predominantes, seguidas das fracturas coesivas de resina, em dentina e por último as fracturas mistas.

O grupo que apresenta maior percentagem de fracturas adesivas é o SP2. Quando às fracturas coesivas em resina, os grupos FL2 e AIO1, obtiveram as maiores percentagens.

O grupo XTR2 apresenta a maior percentagem de fracturas coesivas em dentina.

Por último quanto às fracturas mistas o grupo AIO1 é o que tem maior percentagem.

ESTATÍSTICA DESCRITIVA

Previamente ao estudo dos efeitos do tipo de adesivo (4 níveis) e tratamento (4 níveis) sobre a resistência do material, calculou-se a média e o desvio-padrão da resistência do material (em MPa), por adesivo e por tipo de tratamento.

Aplicou-se a ANOVA 2-way aos dados. Previamente à análise, verificaram-se os pressupostos para a mesma, nomeadamente, normalidade da distribuição e homogeneidade de variância dos dados da resistência à tracção. Ambos os pressupostos foram violados mas tal não é impeditivo da análise, uma vez que a razão F é robusta contra desvios à normalidade e dados heterogéneos nos casos em que os grupos apresentam dimensões análogas, como neste estudo.

Pelos resultados da ANOVA 2-way, conclui-se que existe uma interação significativa entre os 2 factores experimentais considerados no modelo ($p = 0.020$), o que significa que os efeitos do tipo de tratamento sobre a resistência material dependem do tipo de adesivo. De acordo com os resultados no mesmo quadro, a resistência material difere significativamente entre adesivos diferentes ($p < 0.001$) e em resultado de tratamentos diferentes ($p < 0.001$), no entanto a relevância destes efeitos é secundária face à referida interação entre factores.

Nestas condições, aplicaram-se contrastes planeados para comparar os efeitos sobre a resistência material induzidos pelos diferentes tratamentos entre si, para cada tipo de adesivo. Assim, para os adesivos ALL IN ONE e XTR, os diferentes tipos de tratamento não induzem diferenças significativas na resistência do material. Já para o adesivo SOLO_PLUS, o tratamento a 24 horas e a 6 meses induzem diminuições significativas na resistência do material quando comparados com a Termociclagem, tal como indicado por valores $p < 0.001$. No que se refere ao adesivo FL, o tratamento a 6 meses induz diminuição significativa na resistência material comparativamente aos tratamentos a 24 horas e Termociclagem, com $p < 0.02$.

DISCUSSÃO

Ao longo dos anos tem-se verificado uma constante modificação nos sistemas adesivos com o intuito de melhorar a adesão dentária e simplificar a prática clínica. Inúmeras alterações continuam a ser testadas de forma a alcançar um sistema adesivo ideal. Para este trabalho de investigação seguiu-se a norma ISO/TS 11405 de 2003 que fornece indicações sobre a selecção, armazenamento, tratamento e testes de adesão em estrutura dentária.

Começando pelos critérios de selecção dos dentes, foram utilizados pré-molares e molares permanentes humanos hígidos extraídos no máximo há 6 meses, uma vez que após 6 meses da extracção ocorrem alterações degenerativas nas proteínas dentinárias. O ideal seria avaliar as forças adesivas imediatamente após a extracção, mas infelizmente tal não é viável. Assim após a extracção foi necessário proceder à desinfecção dos dentes, para tal, foram lavados em água corrente e colocados em cloramina tri-hidratada a 0,5% durante uma semana para, depois, serem armazenados em água destilada a 4° C até serem utilizados. Quanto à preparação da superfície dentária utilizou-se uma lixa Sic de 600 grit sob água corrente e o protocolo para a realização do teste de microtracção com a velocidade de 0,5 mm/min sendo que a recomendada pela norma ISO/TS 11405 de 2003 é de $0,75 \pm 0,30$ mm/min.

De forma a uniformizar as forças adesivas dos diferentes sistemas adesivos, os dentes uma vez restaurados, foram divididos em 2 zonas, uma periférica e outra central, de forma a apenas utilizar os palitos da zona central para evitar grandes variações nos resultados, uma vez que há autores que referem que na periferia as forças adesivas são superiores à região central e o contrário também se verifica (Munck et al., 2011; Sezinando et al., 2012).

Nesta investigação, no que diz respeito à termociclagem houve um aumento das forças adesivas, no entanto este aumento não foi significativo, à excepção do SP onde as diferenças são significativas. Este facto apesar de não ser normal tendo em conta que este teste pretende acelerar o envelhecimento a aproximadamente 1 ano (10 000 ciclos), deve-se ao método de exposição das amostras para armazenamento (Munck et al., 2005).

O método de exposição das amostras para armazenamento pode ser directo ou indirecto. No caso do método directo os dentes são seccionados em palitos antes de serem armazenados em estufa para mais tarde serem microtraccionados; Por outro lado, no método indirecto os dentes, uma vez restaurados, são preservados inteiros, sujeitos ao método de envelhecimento e só depois seccionados e consequentemente microtraccionados (Toledano et al., 2007).

Na presente investigação os sistemas adesivos sujeitos aos testes de envelhecimento a 24h e 6 meses foram sujeitos ao método de exposição directa, daí as forças adesivas médias serem inferiores ao teste de termociclagem onde foi utilizado o método de exposição indirecta (Toledano et al., 2007).

O método directo acelera a degradação da interface adesiva, uma vez que, ao reduzir a área de contacto das amostras diminui também o tempo necessário para a difusão da água nas regiões de dentina exposta (Colucci et al., 2007).

No nosso estudo, assim como em Toledano et al, 2007, as amostras que foram sujeitas a termociclagem verificam uma diminuição na percentagem de fracturas adesivas comparativamente com os testes às 24h e 6 meses.

A diminuição das forças adesivas durante o armazenamento pode dever-se a um conjunto de factores como:

- A maior susceptibilidade das fibras de colagénio à degradação hidrolítica depois de serem tratadas com soluções muito ácidas;
- A insuficiente incorporação de resina nas matrizes de colagénio desmineralizadas, devido às restrições na difusão dos monómeros;
- A degradação do colagénio exposto, se os componentes da matriz tiverem sido expostos após a infiltração da resina. A exposição do colagénio pode dar-se também por um contínuo efeito do condicionamento ácido;
- Propriedades mecânicas das resinas hidrofóbicas diminuem com a absorção de água (Toledano et al., 2007).

Optou-se pela utilização de saliva artificial (fig. 41) e não de água destilada como na maior parte dos artigos, uma vez que esta assemelha-se mais quimicamente à saliva humana e consegue mimetizar melhor o envelhecimento natural que ocorre no meio intraoral (Breschi et al., 2008; Marchesi et al., 2013).

COMPOSITION OF ARTIFICIAL SALIVA	
	Gm.
Na ₂ S.....	0.0008
Mg ₂ P ₂ O ₇	0.0008
Mucin.....	2.0000
CO(NH ₂) ₂	0.5000
Na ₂ HPO ₄	0.3000
CaCl ₂	0.3000
KCl.....	0.2000
NaCl.....	0.2000
q.s. 500 ml.....	distilled H ₂ O

Figura 41 - Constituição da saliva artificial (Fusayama et al., 1963)

No nosso estudo, tal como noutras investigações, o adesivo XTR foi o que apresentou melhores forças adesivas médias comparativamente com os restantes (Sezinando et al., 2012; Marchesi et al., 2013).

Tal como na investigação de Marchesi et al, 2013 onde o armazenamento também foi feito em saliva artificial, o adesivo XTR apresenta valores muito semelhantes com os encontrados nesta investigação às 24h e 6 meses.

Sezinando et al em 2012, apesar de terem testados os mesmos adesivos, apresentam valores que são substancialmente superiores aos encontrados nesta investigação, no entanto pode-se verificar que o adesivo XTR em ambas é o que apresenta melhores forças médias de adesão às 24h, 6 meses e Termociclagem.

No presente estudo, quanto ao adesivo AIO, os resultados obtidos quer às 24h, Termociclagem e 6 meses são inferiores aos do estudo de Sezinando et al 2012.

Tal como Sezinando et al 2012, Poptani et al 2012 e Walter et al 2012 apresentam resultados superiores aos obtidos na nossa investigação no que diz respeito ao AIO às 24h e termociclagem.

Na nossa investigação, o FL apresenta forças adesivas médias superiores ao AIO contrariamente ao verificado por Sezinando et al 2012.

Quando são comparados os valores obtidos no FL chega-se a conclusão que na nossa investigação obtivemos valores semelhantes quando comparado com os estudos de Cardoso et al., (2008); Scherrer et al., (2010), mas são bastante inferiores aos de Sezinando et al 2012.

No nosso estudo, o adesivo SP apresenta valores às 24h semelhantes ao estudo feito por Manso et al., 2009, no entanto comparando com Bravis et al, 2012 e Poptani et al, 2012 os resultados obtidos no nosso estudo às 24h são bastante inferiores.

Na presente investigação foi utilizado o método directo de exposição das amostras ao armazenamento, saliva artificial durante o armazenamento em estufa, uma velocidade para microtraccionar os palitos de 0.5 mm / min e a polimerização das resinas em 20 segundos. Esta apresenta valores bastante inferiores aos obtidos por Sezinando et al 2012 que também utilizou o método directo, usou água destilada em detrimento de saliva, polimerizou as resinas 40 segundos e uma velocidade de microtração de 1 mm / min.

Na nossa investigação, assim como em Sezinando et al, 2012 e Marcheti et al, 2013, os sistemas adesivos *self-etch* de 2 passos apresentam forças adesivas bastante elevadas, no entanto existem inúmeros artigos, como Perdigão, 2007; Coelho et al., 2012, que defendem que a simplificação da aplicação nos sistemas *self-etch* leva a uma diminuição nas forças adesivas.

Nesta investigação, tal como em Dantas et al., 2008; Manso et al., 2009, no que diz respeito aos métodos de envelhecimento, os 6 meses apresentam diminuições significativas nas forças adesivas quando comparadas com as 24h e termociclagem, contrariamente a Sezinando et al, 2012 onde as forças mais baixas verificaram-se na termociclagem.

Com o passar dos anos novas descobertas foram feitas e como tal, actualmente, sabe-se que, as MMPs (metaloproteinases) contribuem substancialmente para a degradação da

camada híbrida. O mais recente objectivo dos estudos é a descoberta de inibidores destas metaloproteinases para associa-los aos sistemas adesivos de forma a aumentar assim as forças e resistência mecânica (Bertassoni et al 2012; Marchesi et al., 2013).

Relevância clínica

Apesar dos sistemas *etch and rinse* serem os mais utilizados e na generalidade os que apresentam melhores resultados, através desta investigação conclui-se que existem sistemas adesivos do tipo *self-etch*, como o XTR, capazes de obter forças adesivas iguais ou mesmo superiores, com a mais valia de facilitar e rentabilizar a prática clínica sem nunca comprometer a adesão dentária.

CONCLUSÕES

Através desta investigação consegue-se concluir que :

- O adesivo XTR foi o que apresentou melhores resultados de todos os adesivos para todos os métodos de envelhecimento estudados;
- Às 24 todos os adesivos diferem significativamente entre si:
- O adesivo FL obteve resultados significativamente superiores ao AIO às 24h e termociclagem;
- O adesivo SP apresentou às 24h e 6 meses os valores mais baixos de todos os adesivos.

Com os resultados obtidos na presente investigação, rejeitou-se a hipótese nula, como tal, verificam-se alterações significativas nas forças adesivas à microtracção nos sistemas adesivos e nos diversos métodos de envelhecimento estudados.

BIBLIOGRAFIA

- Armstrong, S. R, Boyer, D. B. Keller, J. C. Microtensile bond strength testing and failure analysis of two dentin adhesives. *Dent Mater*, 1998; 14(1), 44–50
- B. Meerbeek, S. Inoue, J. Perdigão, P. Lambrechts, G. V. *Fundamentals of Operative Dentistry A Contemporary Approach*. 2001 ; Second edi., pp. 178–235
- Bertassoni Luiz E, Orgel Joseph P. R, Antipova Olga, Swain Michael V. The dentin organic matrix- limitations of restorative dentistry hidden on the nanometer scale. *Acta Biomaterialia*, 2012; pp: 2419-2433
- Braga, R. R., Meira, J. B. C., Boaro, L. C. C., & Xavier, T. a. Adhesion to tooth structure: a critical review of “macro” test methods. *Dent Mater*, 2010; 26(2), e38–49
- Bravis Theodora, Pilecki Peter, Wilson Ron F, Fenlon Michael, Watson Timothy F. Effect of loading on microtensile bond strength and microleakage of a self-etching and Etch and Rinse adhesive in direct class II MOD composite restorations in vitro. *Dent Mater*, 2012; 31 (6). pp: 924-932
- Breschi, L., Mazzoni, A., Ruggeri, A., Cadenaro, M., Di Lenarda, R., & De Stefano Dorigo, E. Dental adhesion review: aging and stability of the bonded interface. *Dent Mater*, 2008; 24(1), 90–101
- Cardoso, M V, de Almeida Neves, A., Mine, A., Coutinho, E., Van Landuyt, K., De Munck, J., & Van Meerbeek, B. Current aspects on bonding effectiveness and stability in adhesive dentistry *Australian dental journal*, 2011; 56 Suppl 1, 31–44
- Cardoso, Marcio V, Coutinho, E., Ermis, R. B., Poitevin, A., Van Landuyt, K., De Munck, J., Van Meerbeek, B. Influence of dentin cavity surface finishing on micro-tensile bond strength of adhesives. *Dent Mater*, 2008 24(4), 492–501

- Coelho, A., Canta, J., Martins, J., Oliveira, S., & Marques, P. Perspetiva histórica e conceitos atuais dos sistemas adesivos amelodentinários – revisão da literatura *Rev Port Estomatol Med Cir Maxilofac*, 2012; 53 (1): 39-46
- Colucci, V., Palma-díbb, R. G., & Corona, S. A. M. Assessment of In Vitro Methods Used to Promote Adhesive Interface Degradation: A Critical Review *J Esthet Restor Dent*, 2007 19:340–354
- Dantas, D. C. R. E., Ribeiro, A. I. A. M., Lima, L. H. M. D. A., de Lima, M. G., Guênes, G. M. T., Braz, A. K. S., & Braz, R. Influence of water storage time on the bond strength of etch-and-rinse and self-etching adhesive systems. *Brazilian dental journal*, 2008; 19(3), 219–23
- De Munck, J., Van Landuyt, K., Peumans, M., Poitevin, A., Lambrechts, P., Braem, M., & Van Meerbeek, B. A Critical Review of the Durability of Adhesion to Tooth Tissue: Methods and Results. *J Dent Res*, 2005 84(2), 118–132
- Ferraris, M., & Muñoz, A. *Histología y Embriología Bucodental*. 1. ed. Editorial Médica Panamericana, 2001; pp. 197-265
- Fusayama, T., Katayori, T., & Nomoto, S. Corrosion of Gold and Amalgam Placed in Contact with Each other. *J Dent Res*, 1963; 42(5), 1183–1197
- Hamouda Ibrahim M, Sanra Nagia R, Badawai Manal F. Microtensile bond strength of etch and rinse versus self-etch adhesive systems. *Journal of the mechanical behavior of biomedical materials*, 2011, pp: 461-466
- Hashimoto, M., Nagano, F., Endo, K., & Ohno, H. A review: Biodegradation of resin–dentin bonds. *Japanese Dental Science Review*, 2011; 47(1), 5–12
- Ikemura, K., Endo, T., & Kadoma, Y. A review of the developments of multi-purpose primers and adhesives comprising novel dithiooctanoate monomers and phosphonic acid monomers. *Dent Mater*, 2012; 31(1), 1–25

- Junior, M. S. e S., Carneiro, K., Lobato, M., Souza, P. S. e, & Góes, M. Adhesive systems important aspects related to their composition and clinical use. *J Appl Oral Sci*, 2010; 18(3):207-14
- Kenshima Silvia, Francci Carlos, Reis Alessandra, Loguercio Alessandro Dourado, Rodrigues Filho Leonardo Eloy. Conditioning effect on dentin, resin tags and hybrid layer of different acidity self-etch adhesives applied to thick and thin smear layer. *Journal of Dentistry*, 2006; pp: 775-783
- Knobloch Lisa A, Gailey David, Azer Shereen, Johnston William M, Clelland Nancy, Kerby Ronald E. Bond strengths of one and two-step self-etch adhesive systems. *The journal of prosthetic dentistry*, 2007; pp: 216-222
- Liu, Y., Tjäderhane, L., Breschi, L., Mazzoni, A., Li, N., Mao, J., Tay, F. R. Limitations in bonding to dentin and experimental strategies to prevent bond degradation. *J Dent Res*, 2011; 90(8), 953–68
- Manso, A. P., Bedran-russo, A. K., Suh, B., Pashley, D. H., & Carvalho, R. M. Mechanical stability of adhesives under water storage, *Dent Mater*, 2009; 5, 744–749
- Marchesi, G., Frassetto, A., Visintini, E., Diolosà, M., Turco, G., Salgarello, S., Breschi, L. Influence of ageing on self-etch adhesives: one-step vs. two-step systems. *Eur J Oral Sci*, 2013; 121(1), 43–9
- Marshall, G. W., Marshall, S. J., Kinney, J. H., & Balooch, M. The dentin substrate: structure and properties related to bonding. *Journal of dentistry*, 1997; 25(6), 441–58
- Meerbeek, B. Van, & Vanherle, G. The clinical performance, *Journal of Dentistry*, 1998; 26(1), NO. 1, pp. 1-20
- Mitsui, F. H. O., Peris, A. R., Cavalcanti, A. N., Marchi, G. M., & Pimenta, L. A. F. Influence of thermal and mechanical load cycling on microtensile bond strengths of total and self-etching adhesive systems. *Operative dentistry*, 2006; 31(2), 240–7

- Munck, J. D. E., Mine, A., Cardoso, M. V., Neves, A. D. E. A., Landuyt, K. L. V. A. N., Poitevin, A., & Meerbeek, B. V. A. N. Effect of dentin location and long-term water storage on bonding effectiveness of dentin adhesives, *Dent Mater*, 2011; 30(1): 7–13
- Nanci A. Ten Cate's Oral Histology Development, Structure and Function. 7. ed. *Mosby Elsevier*, 2008; pp: 140-238
- Oliveira S S. A, Prigach M K, Hilton J F, Watanabe L G, Marshall S J, Marshall Jr G W. The influence of the dentin smear layer on adhesion: a self-etching primer vs total etch system. *Dent Mater*, 2003; pp 758-767
- Pashley DH, Tao L. Shear bond strengths to dentin: effects of surface treatments, depth and position. *Dent Mater*, 1988; Dec; 4(6): 371-8.
- Pashley, D H, Carvalho R M. Permeability and dentine adhesion, *Journal of Dentistry*, 1997; 25(5), No. 5: pp. 355-312,
- Pashley, David H, Tay, F. R., Breschi, L., Tjäderhane, L., Carvalho, R. M., Carrilho, M., & Tezvergil-Mutluay, A. State of the art etch-and-rinse adhesives. *Dent Mater*, 2011; 27(1), 1–16
- Perdigão, J. Dentin bonding variables related to the clinical situation and the substrate treatment. *Dent Mater*, 2010; e24-e37
- Perdigão, J. New developments in dental adhesion. *Dent Clin N Am*, 2007; 51 333–357
- Perdigão, J., & Swift, E. *Sturdevant's Art & Science of Operative Dentistry*, 2002; Fourth edi., pp. 235–261
- Perdigão, J., Swift, E., & Walter, R. Fundamental Concepts of Enamel and Dentin Adhesion. 2002; pp 114-140

- Poptani Bruhvi, Gohil K. S, Ganjiwale Jaishree, Shukla Manisha. Microtensile dentin bond strength of fifth with five seventh-generation dentin bonding agentes after thermocycling: An in vitro study. *Contemp Clin Dent*, 2012 September; S167-171
- Proença, J. P., Polido, M., Osorio, E., Erhardt, M. C. G., Aguilera, F. S., García-Godoy, F., ... Toledano, M. Dentin regional bond strength of self-etch and total-etch adhesive systems. *Dent Mater*, 2007; 23(12), 1542–8
- Scherrer, S. S., Cesar, P. F., & Swain, M. V. Direct comparison of the bond strength results of the different test methods: a critical literature review. *Dent Mater*, 2010; 26(2), e78–93
- Sezinando, A., Perdigão, J., & Regalheiro, R. Dentin bond strengths of four adhesion strategies after thermal fatigue and 6-month water storage. *Journal of esthetic and restorative dentistry: official publication of the American Academy of Esthetic Dentistry*, 2012; 24(5), 345–55
- Tjäderhane, L., Nascimento, F. D., Breschi, L., Mazzoni, A., Tersariol, I. L. S., Geraldeli, S., Pashley, D. H. Strategies to prevent hydrolytic degradation of the hybrid layer-A review. *Dent Mater*, 2013; 29(10), 999–1011
- Toledano, M., Osorio, R., Osorio, E., Aguilera, F. S., Yamauti, M., Pashley, D. H., & Tay, F. R. Durability of resin–dentin bonds- Effects of direct-indirect exposure and storage media. *Dent Mater*, 2007; 23, pp: 885–892
- Torii Y, Itou K, Nishitani Y, Ishikawa K, Suzuki K. Effect of phosphoric acid etching prior to self-etching primer application on adhesion of resin composite to enamel and dentin. *Am J Dent*, 2002; Oct; 15(5): 305-8
- Walter Ricardo, Swift Jr Edward J, Nagaoka Hiroko, Chung Yunro, Bartholomew Whitley, Braswell Krista M, Pereira Patricia N. R. Two-year bond strengths of "all-in-one" adhesives to dentine. *Journal Of Dentistry*, 2012; pp: 549-555

Van Meerbeek B, De Muck 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; 28(3): 215-35

Van Meerbeek B, Peumans M, Poitevin A, Mine A, Van Ende A, Neves A, De Munck J. Relationship between bond strengths tests and clinical outcomes. *Dent Mater*, 2010; e100-e121

ANEXOS

Quadro 1. Descriptive Statistics

Dependent Variable:resistência

adesivo	tratamento	Mean	Std. Deviation	N
all_in_one	24h	23.3525	12.43799	61
	Termo	28.4259	15.91234	45
	6M	23.8605	12.61184	53
	Total	24.9577	13.65405	159
XTR	24h	38.6725	23.48230	55
	Termo	39.4357	21.93025	57
	6M	36.4178	15.77074	57
	Total	38.1694	20.54573	169
SOLO_PLUS	24h	17.0351	11.28745	52
	Termo	30.9920	15.29831	59
	6M	20.3632	11.31573	47
	Total	23.2369	14.25398	158
FL	24h	29.9350	16.42899	58
	Termo	34.1235	18.69593	60
	6M	22.3485	11.97932	53
	Total	29.0533	16.70506	171
Total	24h	27.3165	18.24368	226
	Termo	33.4975	18.56579	221
	6M	26.1046	14.53886	210
	Total	29.0083	17.53776	657

Quadro 2. Tests of Between-Subjects Effects

Dependent Variable:resistência

Source	Type III Sum of Squares	df	Mean Square	F	Sig.	Noncent. Parameter	Observed Power ^b
Corrected Model	33004.685 ^a	11	3000.426	11.467	.000	126.141	1.000
Intercept	538491.392	1	538491.392	2058.072	.000	2058.072	1.000
adesivo	22499.513	3	7499.838	28.664	.000	85.991	1.000
tratamento	6795.388	2	3397.694	12.986	.000	25.971	.997
adesivo * tratamento	3964.777	6	660.796	2.526	.020	15.153	.843
Error	168763.237	645	261.648				
Total	754620.502	657					
Corrected Total	201767.922	656					

a. R Squared = .164 (Adjusted R Squared = .149)

b. Computed using alpha = .05

