



PUCRS

PONTIFÍCIA UNIVERSIDADE CATÓLICA DO RIO GRANDE DO SUL
PRÓ-REITORIA DE PESQUISA E PÓS-GRADUAÇÃO
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ODONTOLOGIA
Faculdade de Odontologia

***EFEITO DA VIBRAÇÃO SÔNICA E ULTRASSÔNICA EM UM ADESIVO
AUTOCONDICIONANTE E DE FRASCO ÚNICO NA RESISTÊNCIA DE UNIÃO EM
DENTINA***

FERNANDA DE CÁSSIA MORTARI CAVAZZOLA

ORIENTADOR: PROF. DR. EDUARDO GONÇALVES MOTA

Tese apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Odontologia da Pontifícia Universidade Católica do Rio Grande do Sul, como parte dos requisitos para a obtenção do título de Doutor em Odontologia, sub-área de Materiais Dentários.

Porto Alegre

Março de 2013

Fontes de Catalogação (CIP)

C377e Cavazzola, Fernanda de Cássia Mortari
Efeito da vibração sônica e ultrassônica em um adesivo autocondicionante e de frasco único na resistência de união em dentina / Fernanda de Cássia Mortari Cavazzola. – Porto Alegre, 2013.

111 f.

Tese (Doutorado) – Faculdade de Odontologia PUCRS.

Orientador: Prof. Dr. Eduardo Gonçalves Mota.

1. Dentística. 2. Dentina. 3. Materiais Dentários.
4. Resistência dos Materiais (Odontologia). 4. Microtração.
I. Mota, Eduardo Gonçalves. II. Título.

CDD 617.695

Bibliotecário Responsável

Ginamara de Oliveira Lima

CRB 10/1204

“Falo a língua dos loucos, porque não conheço a mórbida coerência dos lúcidos.”

(Luís Fernando Veríssimo)

DEDICATÓRIA

Dedico este trabalho ao meu filho **Pedro**, por ser meu amigo, meu companheiro, meu maior tesouro. Há 4 anos me mostra a simplicidade de viver e de ter o poder de me fazer sorrir mesmo nos momentos que estou triste. Obrigada por existires.

Ao meu marido **Leandro**, pelo eterno amor, companheirismo e incondicional dedicação. Nos seus braços faço o meu abrigo. Meu grande amigo. Quero você sempre comigo.

AGRADECIMENTOS

À **Pontifícia Universidade Católica do Rio Grande do Sul**, na pessoa do professor Marcos Túlio Mazzini Carvalho, diretor da Faculdade de Odontologia, pela oportunidade de cursar o Doutorado em uma faculdade bem estruturada.

Ao Coordenador **José Antônio Poli de Figueiredo**, pela competência na coordenação do Programa de Pós-Graduação em Odontologia da PUCRS.

Ao meu orientador Prof. **Dr. Eduardo Gonçalves Mota**, pessoa formidável, que durante estes anos pude aprender, com sua serenidade e sabedoria, a vencer e superar os desafios que se apresentaram. Será meu exemplo a por toda a vida.

Ao **CNPQ**, pela bolsa de estudos concedida.

À Coordenadora de Pós-Graduação **Prof^a. Nilza Pereira da Costa** e aos funcionários da Secretaria de Pós-Graduação **Ana Lúcia, Marcos, Carlos e Davenir**, pela disponibilidade, atenção e carinho.

Aos componentes do **ETT – Escritório de Transferência e Tecnologia**, pela colaboração no processo de formatação da patente desenvolvida neste trabalho.

Aos colegas do **Centro de Microscopia e Microanálises**, que participaram com muita disposição e bom humor neste trabalho.

Aos meus pais, **Clauci e Ivani**, por serem meu porto seguro, por terem formado meu caráter e a pessoa que sou. Obrigada por uma vida acreditando e investindo em mim, tudo que sou foi por vocês.

Aos meus irmãos, **Eduardo, Paula e Rafael**, meus amigos e grandes companheiros. É muito bom compartilhar tantos momentos de carinho. Por onde andemos, sei que posso contar sempre com eles.

À **Sônia**, pela sua amizade e por aguentar as oscilações de humor nestes últimos meses.

SUMÁRIO

DEDICATÓRIA	3
AGRADECIMENTOS	4
SUMÁRIO	6
LISTA DE FIGURAS	8
LISTA DE TABELAS	10
LISTA DE GRÁFICOS	101
LISTA DE SÍMBOLOS	12
RESUMO	15
ABSTRACT	17
1. INTRODUÇÃO	19
2. OBJETIVOS	21
2.1. Objetivos Específicos	21
3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	22
4. MATERIAIS E MÉTODOS	45
4.1. Materiais.....	45
4.2. Método.....	46
4.2.1. Confecção do cilindro	46
4.2.2. Preparo da superfície oclusal	46
4.2.3. Tratamento dentinário adesivo.....	468
4.2.4. Confecção dos blocos de resina composta	58
4.2.5. Confecção das barras para microtração	59
4.3. Ensaio de Resistência à Microtração	61
4.3.1. Procedimento pré microtração	61
4.3.2. Execução do teste de microtração.....	62
4.4. Preparo dos corpos de prova para análise em MEV	63
4.5. Análise do Padrão de Fratura.....	64
4.6. Classificação das fraturas.....	64
4.7. Análise Estatística dos Dados	66

5. RESULTADOS	67
5.1. Resistência de união à microtração	67
5.2. Fractografia.....	69
6. DISCUSSÃO	72
7. CONCLUSÃO.....	78
8. PROPOSTA PARA TRABALHOS FUTUROS	80
9. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	81
10. ANEXOS	855
10.1. Carta CEP.....	85
10.2. Carta CCEFO.....	86
10.3. Artigo.....	87
10.4. Email de submissão a revista Journal of Adhesive Dentistry.....	111

LISTA DE FIGURAS

Figura 1. A)Porção coronária do dente. B)Cilindro de resina acrílica.....	47
Figura 2. Suporte metálico para padronização do desgaste das amostras.	47
Figura 3. Politriz Struers DPU-10.	48
Figura 4. Suporte metálico sendo utilizado para desgaste das amostras na Politriz sob refrigeração de água.	48
Figura 5. Dispositivo posicionador.....	49
Figura 6. A)Condicionamento ácido 15 segundos. B)Lavagem 15 segundos. C)Remoção da umidade com algodão.....	50
Figura 7. A)Aplicação do Sistema Adesivo. B)Secagem do sistema adesivo. C)Polimerização do Sistema Adesivo..	50
Figura 8. A)Aplicação do <i>primer</i> ácido. B)Secagem com jato de ar. C)Aplicação do adesivo. D)Secagem com jato de ar. E)Polimerização do adesivo...	51
Figura 9. Dispositivo patenteado nº A0046/08	52
Figura 10. Dispositivo montado na caneta sônica, servindo de intermediário para <i>microbrush</i>	52
Figura 11. A)Aplicação <i>primer</i> ácido com caneta sônica no dispositivo posicionador. B)Secagem com jato de ar. C)Aplicação do adesivo com caneta sônica no dispositivo posicionador. D)Secagem com jato de ar. E)Polimerização sistema adesivo..	53
Figura 12. A)Aplicação do Single Bond 2 com aparelho sônico acoplado ao dispositivo posicionador. B)Secagem com jato de ar. C)Polimerização sistema adesivo.....	54
Figura 13. Protótipo Sônico: A)Corpo do protótipo. B)Botão Liga/Desliga. C) Cabeça do protótipo. D)Orifício adaptador.....	54
Figura 14. A)Pincel <i>microbrush</i> . B)Cabeça do protótipo sônico.....	55
Figura 15. A)Aplicação do Adper Single Bond 2 através de protótipo sônico acoplado ao dispositivo posicionador. B)Secagem com jato de ar. C)Polimerização do sistema adesivo..	55

Figura 16. A)Aplicação do <i>primer</i> acidico através do protótipo sônico acoplado ao dispositivo posicionador. B)Secagem com jato de ar. C)Aplicação do adesivo com protótipo sônico acoplado ao dispositivo posicionador. D)Secagem com jato de ar. E)Polimerização do sistema adesivo.....	56
Figura 17. Dispositivo acoplado ao aparelho ultrassônico.....	57
Figura 18. A)Aplicação do Adper Single Bond 2 através de aparelho ultrassônico acoplado ao dispositivo posicionador. B)Secagem com jato de ar. C)Polimerização do sistema adesivo..	57
Figura 19. A)Aplicação do <i>primer</i> ácido através do aparelho ultrassônico acoplado ao dispositivo posicionador. B)Secagem com jato de ar. C)Aplicação do adesivo com aparelho ultrassônico acoplado ao dispositivo posicionador. D)Secagem com jato de ar. E)Polimerização do sistema adesivo.....	58
Figura 20. Aplicação de resina composta.	59
Figura 21. Máquina de corte Labcut 1010.....	59
Figura 22. Cortes seriados perpendiculares à interface adesiva.....	60
Figura 23. Corpo de prova com formato de barra.....	60
Figura 24. Paquímetro digital	61
Figura 25. Área adesiva posicionada perpendicularmente ao ao longo eixo.....	61
Figura 26. Montagem do dispositivo na máquina universal de ensaio.....	62
Figura 27. Gradeamento sobre imagem digital em MEV.....	65
Figura 28. Registro individual de falha.....	65

LISTA DE TABELAS

Tabela 1. Materiais utilizados no estudo.	45
Tabela 2. Tipo de adesivo e método de aplicação.	46
Tabela 3. ANOVA de duas vias.	67
Tabela 4. Tabela descritiva dos resultados.	68
Tabela 5. Estatística descritiva dos percentuais observados nos padrões de falha para cada grupo	70

LISTA DE GRÁFICOS

Gráfico 1. Diferenças percentuais: Tipo de falha x Grupos.....	71
--	----

LISTA DE SÍMBOLOS

#	Número
%	Por cento
°	Graus
°C	Graus Celsius
<	Menor que
≤	Menor ou igual à
=	Igual
ANOVA	Análise de Variância
Bis-GMA	Bisfenol glicidil metacrilato-a
<i>et al.</i>	e colaboradores
EUA	Estados Unidos da América
HEMA	2-hidroxietil metacrilato
LTDA	Limitada
mbar	Unidade de pressão
MDP	10-metacrilóiloxi metacrilato
MEV	Microscopia Eletrônica de Varredura
mm	Milímetro
mm/min	Milímetros por minuto
mm ²	Milímetros quadrados
nm	Nanometro

MPa	Mega Pascal
mW/cm ²	Miliwatt por centímetro quadrado
N	Newton
n°	Número
ρ	Probabilidade calculada
PUCRS	Pontifícia Universidade Católica do Rio Grande do Sul
rpm	Rotações por minuto
s	Segundo
x	Indica o numero de vezes. Ex. 200x (duzentas vezes)
μ	Micrômetro
±	Mais ou menos
h	Hora
BR	Brasil
MN	Minessota
Co.	Companhia
IN	Indiana
CEP	Comitê de Ética e Pesquisa
CCEOF	Comissão Científica e de Ética da Faculdade de Odontologia PUCRS
Fig.	Figura
SC	Santa Catarina

SP São Paulo

CA Califórnia

RESUMO

MORTARI CAVAZZOLA, Fernanda de Cássia. **Efeito da Vibração sônica e ultrassônica em um adesivo autocondicionantes e de frasco único na resistência de união em dentina.** Porto Alegre, Rio Grande do Sul, Brasil. 2013. Tese. Programa de Pós-Graduação em Odontologia. Área de Concentração: Materiais Dentários. PONTIFÍCIA UNIVERSIDADE CATÓLICA DO RIO GRANDE DO SUL.

Objetivo: Verificar se a aplicação dos sistemas adesivos, por meio da vibração do aparelho sônico, ultrassônico e de um protótipo sônico aumenta a resistência de união em dentina. A hipótese experimental é que a resistência de união nos sistemas adesivos Adper Single Bond 2 e Clearfill SE Bond é similar tanto nos grupos controle quanto nos grupos que receberem os diferentes tratamentos.

Materiais e Método: Foram utilizados 24 terceiros molares hígidos, onde foi realizada a remoção do esmalte preparando uma superfície dentinária lisa. Os dentes foram divididos aleatoriamente em 8 grupos, onde cada sistema adesivo foi aplicado de acordo com as recomendações do fabricante (aplicação dinâmica manual) e com a vibração de aparelho sônico, ultrassônico e por um protótipo sônico. Após a técnica adesiva, foi aplicada resina charisma A2. As amostras foram incluídas em resina acrílica autopolimerizável, preparando um cilindro para os cortes seriados. Estes foram armazenados em água destilada em uma estufa de cultura a 37°C por 24 horas. Após, confeccionou-se os corpos de prova em forma de barra para o ensaio de resistência de união por microtração. Os dados obtidos foram submetidos ao teste *Kolmogorov-Smirnov* para verificação de normalidade. A seguir, foram comparados com ANOVA de duas vias e teste de Tukey ($p=0,05$). A análise da fractografia foi realizada porcentualmente.

Resultados: A resistência de união do grupo que recebeu a vibração sônica foi maior, apresentando diferenças estatisticamente significativas, em ambos os sistemas adesivos, comparada com aplicação dinâmica manual e os grupos que receberam tratamento ultrassônico e do protótipo sônico. Na análise fractografia observa-se que os grupos que receberam tratamento sônico, ultrassônico e do protótipo tiveram maior falha coesiva em resina em relação ao grupo controle, que obteve maiores falhas coesivas de camada híbrida.

Conclusão: A utilização da aplicação sônica, é um método eficaz para a

otimização da resistência de união em dentina.

Palavras-Chaves: Resistência de união à microtração, sistemas adesivos, dentina.

ABSTRACT

MORTARI CAVAZZOLA, Fernanda de Cássia. **Effect of sonic and ultrasonic vibration of a self-etching primer and single bottle system on the micro-tensile bond strength in dentin.** Porto Alegre, Rio Grande do Sul, Brazil. 2013. PhD Thesis. Graduation Program in Dentistry, PONTIFICAL CATHOLIC UNIVERSITY OF RIO GRANDE DO SUL.

Purpose: Investigate the influence of bonding systems application activated through a sonic and ultrasonic vibration and a sonic prototype on micro-tensile bond strength in dentin. *Materials and Methods:* Twenty-four extracted caries-free intact human molar teeth were embedded in a self-cured acrylic resin. The enamel was removed, using wet 220-, and 600-grit abrasive papers. Each adhesive system (self-etching primer and a single bottle total etch) was applied according to the manufacturer's instructions. Then, the groups were classified according to the type and method of application of bonding systems. After the adhesive technique, resin composite was condensed and light-cured for 20s. Afterwards, all specimens were completely included in a self-cured acrylic resin to stabilize the restorative material and the adhesive interface for the serial sections in a cutting machine. These cylinders were stored in distilled water at room temperature 37°C for 24h. The specimens were stressed in the interface between the composite and the dental surface until fracture occurred. The values were recorded in MPa, and submitted to statistical analysis. Data were submitted to Kolmogorov-Smirnov normality test. Two-way ANOVA and Tukey's Test for pairwise multiple comparisons were used ($p < 0.05$). The failure modes were recorded in percentages. *Results:* The micro tensile bond strengths with sonic vibration were higher than the other groups, showing statistically significant differences. The sonic, ultrasonic and prototype group had more cohesive failure in resin compared to the control group, which had more cohesive failures of the hybrid layer. *Conclusion:* The application with a sonic vibration is an effective method for the optimization of bond strength in dentin.

Key-words: micro-tensile bond strength, adhesive systems, dentin

1. INTRODUÇÃO

A demanda por materiais dentários estéticos tem gerado o desenvolvimento de variados sistemas de união que oferecem eficácia tanto em esmalte e dentina, com uma menor quantidade de passos clínicos. O sucesso clínico dos sistemas adesivos dependem de fatores sensíveis a técnica, como a secagem do monômero ambifílico (HEMA) na superfície da dentina ^{1,2}, a espessura dos agentes de união ^{3,4}, da intensidade de luz da unidade de polimerização ⁵⁻⁷, e do tipo de aplicação destes sistemas adesivos ^{1, 8-16}.

Os adesivos de frasco único representam um avanço clínico em relação a outros sistemas, pois combina o HEMA e o monômero hidrofóbico resinoso (BIS-GMA) em um mesmo frasco, diminuindo os componentes e passos realizados clinicamente, tratando esmalte e dentina similarmente ¹⁵. Estes adesivos apresentam resistência de união e formação de camada híbrida similares as encontradas nos sistemas adesivos convencionais de 3 componentes ¹⁶. Já os adesivos autocondicionantes possuem, na sua maioria, dois componentes: uma solução autocondicionante ácido/*primer* e um adesivo. A vantagem deste sistema é que não requer lavagem, em contraste aos sistemas adesivos convencionais que utilizam o ácido fosfórico como agente condicionante. Assim, estes sistemas são menos técnico-sensíveis quando comparados aos adesivos que utilizam a técnica do condicionamento total e passos de lavagem, pois previne o colapso das fibras colágenas, onde a dentina é simultaneamente desmineralizada e polimerizada *in situ* ¹⁷. Fritz *et al* ¹⁸ e Kitemitçi *et al* ¹⁹ reportam resistência de união e sucesso clínico similar nos sistemas adesivos Single Bond e Clearfill SE Bond.

O protocolo clínico de utilização destes sistemas adesivos, conforme as recomendações do fabricante, é a realização da aplicação destes de forma

dinâmica, ou seja, agitando o adesivo com pincel descartável, com o objetivo de melhorar a dispersão ou dissolução da *smear layer*, além de aumentar a difusão na interface¹⁴. Nakabayashi²⁰ definiu que o princípio de união em dentina é primordialmente micromecânica, sendo resultado da infiltração da resina para dentro da estrutura dentária.

A maneira de realizar esta aplicação dinâmica tem gerado conflito, pois, em determinadas situações, esfregar ativamente a cavidade dentária com o adesivo selecionado se torna inviável devido ao limitado acesso a algumas cavidades. Assim, aplicações passivas são realizadas devido a este obstáculo.

A necessidade e a efetividade em se realizar os diferentes tipos de aplicações dos sistemas adesivos é um assunto controverso. Este trabalho tem como objetivo investigar o efeito da aplicação dinâmica de dois diferentes sistemas adesivos, sendo ativados por um dispositivo patenteado nº A0046/08 acoplado a um aparelho sônico e ultrassônico, e ativados por um protótipo sônico patenteado A0046/09, observando se existe uma melhoria na resistência de união em dentina.

Portanto, as seguintes hipóteses experimentais testadas neste estudo foram: o aumento da resistência de união em dentina de sistemas adesivos aplicados de forma mecanizada (sônica, ultrassônica e com protótipo sônico) em comparação à manual; o efeito positivo da ação mecanizada na resistência de união de dois sistemas adesivos distintos (condicionamento ácido total e autocondicionante).

2. OBJETIVOS

Avaliar o método de aplicação dos sistemas adesivos em dentina.

2.1. Objetivos Específicos

Comparar a resistência de união à microtração de sistemas adesivos (condicionamento ácido total e autocondicionante) aplicados com método manual e mecânico (sônico, ultrassônico e com protótipo sônico).

3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

O método de aplicação dos sistemas é um assunto bastante debatido na literatura. A grande maioria destes concorda que a aplicação dinâmica aumenta a resistência de união dos sistemas adesivos. Em 1996, Miyazaki, Platt, Onose e Moore realizaram um estudo para determinar a influencia dos métodos de aplicação do *primer* dentinário na resistência de união em dentina humana. Dois sistemas adesivos foram selecionados Imperva Bond/Litefil II A (Shofu) e Scotchbond Multi-Purpose /Z100 (3M). Preparou-se a superfície vestibular dos molares foram condicionados de acordo com o fabricante. Foi feito dois experimentos: efeito da aplicação ativa e passiva do *primer*; efeito to tempo e secagem do *primer* (0, 1, 5, 10, 20 e 30 segundos). Após, foi feito a aplicação da resina composta nos dentes. Os espécimes foram armazenados em água a 37°C e feito teste de tração. Para ambos os sistemas, a aplicação ativa foi maior do que a aplicação passiva, sem valor estatisticamente significativa. De acordo com o tempo de secagem, o aumento deste aumenta o número de fraturas adesivas.

Em contrapartida, o efeito do modo de aplicação do sistema adesivo Gluma foi investigado em 1996, por Uno e Finger, pelo conflito entre a instrução dos fabricantes em agitar o sistema adesivo na cavidade, e o pobre acesso a algumas cavidades, impossibilitando o dentista em realizar a agitação. Não teve diferenças significantes na eficácia na resistência de união dentinária com ou sem agitação do sistema adesivo. Análise microscopia demonstrou diferenças na espessura da camada híbrida nos dois modos de aplicação, onde a agitação provocou camadas híbridas mais espessas. Porém, sem impacto na qualidade da mesma.

O efeito da vibração ultrassônica na formação de melhores *tags* resinos na resistência de união dentinária foi observada por Kim *et al.*, em 2002, com os sistemas adesivos Single Bond e One Step. Discos de dentina foram obtidos de

molares humanos. Dez espécimes foram divididos em dois grupos. Metade de cada disco foi aplicada o sistema adesivo de acordo com as recomendações do fabricante, e a outra metade o adesivo foi agitado com ponta do ultrassom por 10 segundos. Após, o adesivo foi polimerizado. As amostras foram levadas a MEV. Como resultado, foram encontrados *tags* resinosos mais longos e espessos com a vibração ultrassônica.

Do mesmo modo, Miyazaki, Hinoura, Honjo e Onose, 2002, tiveram o objetivo em determinar o efeito da aplicação dos sistemas adesivos autocondicionante na resistência de união em esmalte. Assim, cinco marcas comerciais de sistemas autocondicionantes foram utilizados: Imperva Fluoro de Bond, Mac Bond II, Clearfil Liner Bond II, Clearfil SE Bond e Unifill Bond. Incisivos bovinos inferiores foram montados em resina autopolimerizável e as superfícies vestibulares do esmalte foram abrasionados com lixa de granulação 600. Os *primers* autocondicionantes foram apenas aplicados sem agitação (inativos), ou foram agitados por pincel (ativa). Após, foi feita a restauração com resina composta condensada dentro de um molde (0,4 x 2 mm) na superfície do esmalte e fotopolimerizado. Quinze amostras por grupo foram armazenadas em água a 37°C durante 24 h, seguido de ciclos térmicos e ensaio ao cisalhamento a uma velocidade de 1,0 mm / minuto. One-way ANOVA seguido de Student t-teste. A resistência de união com aplicação ativa foram maiores do que com aplicação inativa. Foram encontradas diferenças significativas para Bond Fluoro, Bond Mac II, e Bond Unifil. A partir dos resultados deste estudo, a aplicação ativa do *primer* autocondicionante pode ajudar a garantir a criação de superfície do esmalte rugosa e melhorar a penetração do *primer* em esmalte desmineralizado subsuperficial.

Ainda em 2002, Castro, Nunes e Pereira fizeram um estudo com o propósito avaliar o efeito da aplicação do *primer* na resistência de união de dois sistemas autocondicionantes (Clearfill SE Bond/Kuraray e um sistema experimental ABF/Kuraray) em dentina. Oito dentes foram polidos até remoção total do esmalte e divididos em 4 grupos. Os *primers* foram aplicados deixando 20 segundos sem agitação, e 20 segundos com agitação. Os respectivos adesivos foram aplicados de acordo com o fabricante, fotoativados 10 segundos. Realizou-se restauração com 5 mm altura. Após 24h de armazenagem, foi feito cortes seriados e realizado o teste

de microtração. Microscopia eletrônica de varredura foi feita para avaliar a morfologia da camada híbrida. Os resultados mostram que não houve diferença estatisticamente significativa entre os diferentes tipos de aplicação.

Além de avaliar a resistência à microtração com a tipo de aplicação passiva/ativa, a ultraestrutura da interface de resina/dentina foi estudada por Chan, Tay, Ray, Imazato, Pashley, 2003. Quatro sistemas autocondicionantes foram aplicados à dentina de forma passiva e ativa. Terceiros molares humanos foram desgastados com papel de carboneto de silício para expor a dentina coronal profunda. Uma fenda de 3 mm de profundidade foi feita ao longo do diâmetro de cada dente para encaixar uma lamela de vidro, dividindo cada dente em duas superfícies de ligação. Dois sistemas adesivos autocondicionantes de 2 passos (ABF sistema experimental e Imperva Fluoro de Bond) e dois sistemas adesivos autocondicionantes de passo único (One-Up Bond F e AQ Bond) foram examinados. Os adesivos foram aplicados de um lado dos dentes de forma passiva, e para o outro lado, com agitação contínua durante o período preconizado do sistema autocondicionante. Foi aplicada resina composta e as amostras preparadas para o teste de microtração. As amostras foram desmineralizadas e foi realizada microscopia eletrônica de varredura. Como resultado, a Two-way ANOVA mostrou que tanto o tipo de adesivo e do modo de aplicação afeta significativamente os resultados no teste de microtração. No entanto, a interação desses dois fatores não foi estatisticamente significativa ($p > 0,05$). Para cada adesivo, agitação produziu valores significativamente mais elevados do que a aplicação passiva. Com a aplicação passiva, todos os sistemas se difundiram através de *smear layer* fina, formando fina camada híbrida na dentina intacta. Com agitação contínua, as camadas de *smear layer* foram completamente dispersas ou dissolvidas, e camada híbrida mais espessas foram formadas com aumento de fibras colágenas.

Do mesmo modo, Lee *et al.*, em 2003, realizou um estudo para verificar a profundidade de penetração da resina nos túbulos dentinários entre técnica com vibração ultrassônica e técnica convencional. Para isso, utilizou-se 88 molares extraídos removendo a superfície do esmalte coronário. Foram divididos em 4 grupos, grupo 1 e 2 utilizou-se Single Bond e grupo 3 e 4 One-Step. Cada sistema adesivo foi aplicado de acordo com as instruções do fabricante. Os grupos 2 e 4

foram aplicados vibração com aparelho ultrassônico por 10 segundos, e o adesivo foi fotoativado por 10 segundos. A resina composta foi condensada e fotopolimerizada por 40 segundos. Após 24 horas, foram termociclados e medidos a resistência de união. Foi feito ANOVA de uma via, seguido pelo student test. Para investigar a infiltração da resina, os espécimes foram levados a MEV. Os resultados encontrados foram que a resistência de união foi estatisticamente maior nos grupos com vibração. Na MEV, os grupos com vibração mostraram tags resinosos mais numerosos dentro e entre os túbulos dentinários em relação ao grupo sem vibração ultrassônica.

Na mesma linha, a investigação de Finger e Tani, em 2005, teve o intuito em avaliar o efeito da aplicação estática e dinâmica de quatro sistemas adesivos autocondicionantes, na resistência de união em esmalte e dentina e adaptação marginal de preparos dentinários. A aplicação do *primer* foi feito: sem agitação, com agitação do *microbrush*, agitação com ultrassom (Cavitron), e ultrassom com 5 segundos de agitação. Foram utilizados 24 molares humanos, com seis espécimes para cada grupo, realizados a hibridização de acordo com a forma de agitação e sistema adesivo, restaurados com charisma A2 e armazenados por 24 h. Os resultados mostram que os modos de aplicação não demonstram diferenças na resistência de união em esmalte e dentina nos diferentes adesivos. A aplicação dinâmica não exerce impacto no desempenho clínico dos quatro sistemas adesivos testados.

Assim, Del Bianco., Pellizzaro, Patzlaft, de Oliveira, Loguercio e Reis, em 2006, compararam o efeito da umidade e aplicação ativa na resistência de união à de união à microtração de um adesivo a base de etanol (Single Bond) e um a base de acetona (One-Step) na dentina. Sessenta molares humanos foram utilizados nos quais uma superfície dentinária lisa foi exposta com abrasão sob refrigeração. Duas camadas de adesivos foram aplicadas tanto nas superfícies secas quanto nas úmidas sem ativação, com ativação leve e com ativação vigorosa. Após serem restaurados, os espécimes foram armazenadas em água a 37°C por 24h. Estas foram seccionadas longitudinalmente nas direções “x”e “y” para obter palitos de microtração para serem testados a uma tensão de 0.5 mm/minuto. Os dados foram analisados em ANOVA e Turkey. A maior resistência de união em dentina pode ser

obtida quando as soluções a base de etanol e água, sob condições secas, são aplicadas de forma vigorosamente ativa. Já em dentina úmida, a leve agitação parece ser suficiente para promover uma maior resistência de união.

Velásquez, Sergent, Burgess e Mercante, em 2006, fizeram estudo para medir a resistência de união de 3 sistemas adesivos autocondicionantes (Clearfill SE Bond – Kuraray America, Xeno III – Dentsply e AdheSE – Ivoclar-Vivadent) com e sem agitação em 3 diferentes tempos de aplicação dinâmica (10, 20 e 30 segundos). Utilizaram 180 molares recentemente extraídos, removendo a superfície oclusal com papel abrasivo obtendo uma superfície lisa em esmalte. Os dentes foram divididos em 10 grupos de 18 dentes. Os sistemas adesivos foram aplicados conforme os diferentes tempos, com e sem agitação, e restaurados com resina Z100. Os espécimes foram submetidos ao teste de microtração. Após, os dentes foram lixados novamente obtendo uma superfície em dentina, e repetido o protocolo usado para restauração. A agitação não melhorou a resistência de união em esmalte, não tendo diferenças significativamente significativas. Em dentina, a agitação com 10 segundos aumentou a resistência de união do sistema Clearfill SE Bond, com 20 segundos, a resistência de união foi significativamente maior em todos os sistemas adesivos, com 30 segundos, a agitação não teve efeito.

Com isso, Gookce, Aykor, Ersoy,, Ozel e Soyman *et al.*, 2008, avaliaram o efeito do condicionamento ácido aplicado anteriormente ao sistema adesivo autocondicionante e o efeito das diferentes técnicas de aplicação do adesivo na resistência de união à dentina. Neste estudo foi utilizado a região cervical de quarenta terceiros molares humanos. Os dentes foram divididos aleatoriamente em quatro grupos (n = 10) com condições de superfícies dentinárias diferentes: Grupo A: Adesivo Clearfil Protect aplicado de forma inativa + Clearfil Protect Bond; Grupo B: ácido fosfórico 38% aplicado, lavado e secado por 15 s + adesivo Clearfil Protect inserido inativamente + Clearfil Protect bond; Grupo C: Adesivo Clearfil Protect aplicado ativamente com pincel microaplicador + Clearfil Protect bond; grupo D: ácido fosfórico 38% durante 15 s, enxaguado e secado por 15s + adesivo Clearfil Protect aplicado com pincel microaplicador ativamente + Clearfil Protect bond. O teste de resistência de união à dentina foi realizado com uma máquina de ensaio universal a uma velocidade de 1 mm / min. Os dados foram analisados com ANOVA

e Tukey. Os valores médios obtidos (MPa) e os desvios padrão são: Grupo A: 36,0 + / - 8,3; grupo B: 24,0 + / - 3,9; grupo C: 35,0 + / - 3,3; grupo D: 30,6 + / - 6,7. Concluiu-se com o presente estudo que o condicionamento ácido diminuiu a resistência de união à dentina quando aplicado o sistema adesivo autocondicionante. A aplicação ativa do primer aumentou a resistência de união em dentina somente nos grupos que receberam condicionamento ácido.

O método de aplicação na resistência de união ao esmalte também foi estudado por Ando S. *et al.*, em 2008. Dois adesivos autocondicionantes de passo único foram utilizados (Clearfill tri-S Bond e G-Bond) em incisivos inferiores bovinos. Estes foram imersos em resina química e o esmalte vestibular foi polido para apresentar uma superfície plana. Os adesivos foram aplicados de forma ativa e inativa e os dentes foram restaurados e fotoativados. Dez espécimes do grupo de teste foram colocadas em água à 37°C por 24h e posteriormente realizado a resistência de união. Foram realizados dois tipos de testes: ANOVA e Turkey. A resistência de união foi maior na amostras que receberam aplicação ativa. Diferenças significativas foram encontradas nos dois sistemas adesivos. A partir do resultados obtidos com este estudo, a aplicação ativa dos sistemas adesivos autocondicionantes de passo único podem garantir a criação de uma superfície de esmalte rugosa e aumentar a penetração do monômero resinoso na subsuperfície desmineralizada do esmalte.

As hipóteses testadas por Tewari e Goel, em 2009, foram que a agitação do primer e o tempo de secagem não afetaram a resistência de união da dentina. Foi medido a resistência de união do sistema adesivo autocondicionante em dentina com e sem agitação e com diferentes tempos de secagem do *primer*. Foram utilizados sessenta pré-molares humanos nos quais a combinação de adesivo / resina utilizada foi Clearfil SE Bond (Kuraray, Osaka, Japão) / TPH Spectrum (Dentsply DeTrey, Konstanz, Alemanha). As superfícies oclusais dos dentes foram seccionadas com pontas diamantadas abrasivas ISO-012. As amostras foram divididas em seis grupos contendo 10 dentes cada. O primer foi aplicado seguindo as instruções do fabricante, com e sem agitação, seguido por secagem com ar durante 0 (sem secagem ao ar), 5 e 10 segundos. Clearfil SE Bond foi aplicado e fotopolimerizado por 10 segundos. TPH Spectrum composto, cor A2 (Dentsply

DeTrey), foi colocado sobre adesivo curado e fotopolimerizada por 40 segundos. Todos os dentes foram restaurados à sua anatomia original. Após uma semana, eles foram extraídos e as amostras foram mantidas em água destilada até que o teste à temperatura ambiente fosse realizado. As amostras foram testadas em corte, a uma velocidade de 1 mm / minuto, usando uma Máquina de Ensaio Universal LR100. Os dados foram analisados por ANOVA e Tukey ($p < 0,05$). Variando o tempo de secagem a partir de zero (0) a 10 segundos não influenciou significativamente os valores de resistência de união in vivo. Cinco segundos o tempo de secagem, agitação melhorou significativamente a força de união à dentina. A agitação não mostrou nenhum efeito quando o primer não foi seco ou foi seco durante 10 segundos.

Seguindo estes estudos, ao realizar um estudo experimental para definir se a vibração teria melhores resultados, Cavazzola, Oshima, Burnett e Mota, em 2010, desenvolveram um dispositivo original para aplicação de sistemas adesivos. Protótipo, este, que originou uma patente, registrada IP08005029-5. Especificamente, o dispositivo da invenção compreende um dispositivo para transmissão de vibração sônica e/ou ultrassônica acoplado a um pincel. A presente invenção se situa no campo da odontologia.

O aprimoramento do dispositivo supracitado permitiu o desenvolvimento de um protótipo sônico mais avançado. Assim, Cavazzola, Oshima, Burnett e Mota, em 2011, desenvolveram um dispositivo e um processo para aplicação de sistemas adesivos em odontologia. O dispositivo da presente invenção compreende meios para geração e transmissão de vibração sônica e/ou ultrassônica a um meio de aplicação. Este protótipo originou outra patente registrada IP1000996-5

Canappele, Torres, Sasaki, *et al.* 2012, tiveram o objetivo em avaliar o efeito na hidratação da superfície e o método de aplicação dos sistemas adesivos autocondicionantes de passo único na resistência de união em esmalte. Cento e noventa e cinco dentes bovinos foram utilizados, os quais tiveram a sua face vestibular polida. Para o grupo controle, quinze dentes receberam Adper Single Bond 2, aplicado de acordo com as recomendações do fabricante. As outras amostras foram divididas em três grupos conforme o sistema adesivo aplicado: Futura Bond M (FM; Voco), Clearfil S3 Bond(CS;Kuraray) e Optibond All in One (

AO; Kerr). Para cada grupo dois tipos de hidratação foram testadas: secagem com ar e remoção da umidade com papel absorvente. Dois métodos de aplicação do adesivo também foram testados: passivo e ativo. Uma camada do compósito resinoso foi aplicado na superfície. Os dentes foram seccionados para obter palitos de esmalte-resina para o teste de microtração. Os dados foram analisados em ANOVA e Turkey. ANOVA mostrou diferenças significativas de acordo com método de aplicação e o tipo de adesivo, mas não quanto a forma de hidratação. A aplicação ativa aumentou a resistência de união em esmalte. O adesivo Futurabond M mostrou a maior resistência de união em esmalte.

Além do tipo de aplicação, o tempo de secagem dos sistemas adesivos pode ser um fator determinante na resistência de união. Hilton, Schwartz, 1995, realizaram um estudo com o objetivo em determinar se a secagem com ar afetaria a resistência de união à dentina em três diferentes sistemas adesivos dentinários. Noventa molares humanos foram montadas em acrílico, para expor uma superfície plana de dentina. Trinta dentes foram aleatoriamente designados para cada um dos seguintes sistemas adesivos dentinários: A) Universal de Bond 3/TPH (Caulk), B) All-Bond 2/Bis-Fil-P (Bisco), e C) Scotchbond Multi- Purpose/Z-100 (3m). Os *primers* foram aplicados seguindo as instruções dos fabricantes. Os adesivos foram aplicados através de dois métodos. Uma fina camada de adesivo foi aplicada com um pincel em 15 amostras em cada grupo e fotopolimerizado. Na outra metade, o adesivo foi aplicado, seco por 3 segundos, e, em seguida, polimerizada. O compósito correspondente do grupo foi aplicado em incrementos de 2 mm e fotopolimerizado, utilizando um molde de Teflon de 5 mm de diâmetro. Após 3 meses de armazenagem de água, todos os grupos foram testados numa máquina de ensaio Universal Instron. A resistência de união foi significativamente maior em todos os grupos, quando o agente de união a dentina foi aplicado sem ser seco com ar. Scotchbond Multi Purpose-apresentou resistência de união significativamente maior do All-Bond 2, que apresentou resistência de união significativamente maior do que Universal de Bond 3.

Kanca, 1997, realizou um estudo para avaliar a resistência a união através de diferentes condições de um adesivo dentinário com *primer* e adesivo resinoso no mesmo frasco. Superfícies dentinárias vestibulares de molares humanos extraídos e

superfícies dentinárias vestibulares de incisivos foram tratadas com o adesivo one-step, após condicionamento ácido total e não-condicionamento da dentina, variando os tempos de condicionamento e variando tempos de lavagem. Cilindros com resina composta foram confeccionados e a resistência de união foi obtida. Os dados de resistência de união foi bastante consistente ao longo de uma ampla variedade de condições. A resistência de união variou de 23-29 MPa em dentina, e comparou-se favoravelmente com o desempenho do sistema adesivo às superfícies de esmalte condicionado.

Da mesma maneira, Miyazaki, Hirohata, Takagaki, Onose, Moore, 1999, realizaram um estudo para determinar a influência tempo de secagem dos sistemas autocondicionantes e sua força de união ao esmalte. Três sistemas autocondicionantes de *primers*, Bond Fluoro (FB, Shofu Inc.), Liner Bond II (LB, Kuraray Co.) e Mac Bond 2 (MB, Tokuyama Co.) foram empregados. Incisivos bovinos inferiores foram montados em resina autopolimerizável e as superfícies do esmalte foram desgastadas com lixas abrasivas com número 600. Seguindo a aplicação do *primer*, a superfície do esmalte foi seca com ar comprimido, durante 0, 2, 5, 10, 20, e 30 s, utilizando uma seringa de triplice. Os adesivos foram aplicados e compósitos foram condensados em um molde de Teflon (4 x 2 mm), colocado sobre o esmalte e fotopolimerizado com luz. Dez amostras de cada grupo de teste foram armazenadas em água de 37°C durante 24 h, em seguida, testado a uma velocidade de 1,0 mm/min⁻¹. One-way ANOVA seguido por teste de Duncan ($p < 0,05$) foram feitos. Os resultados mostram que a resistência de união variou com diferentes tempos de secagem. As médias foram: 8,2 ±3,2 ; 17,4±3,0 MPa para LB, 10,9±2,8-16,3±3,3 MPa para FB, e 17,5±2,5 -19,4 ±2,2 MPa para MB. Para LB e FB, parecia haver um tempo mínimo de secagem de 10 s. LB foi a mais afetada pelo tempo de secagem, enquanto MB não mudou. Os dados sugerem que a resistência de união do esmalte destes sistemas de união podem ser influenciada pelo tempo de secagem do *primer* aplicado antes da aplicação do agente de união e a tendência foi diferente entre os sistemas estudados.

Além do modo de aplicação, Miyazaki *et al.*, em 1995, demonstrou a importância da intensidade da luz de cura na resistência de união em dentina, em cinco diferentes sistemas adesivos. A intensidade de luz utilizada para polimerizar

os espécimes foi feita com 100, 200, 400, 600, 800 e 1000 W/m². A superfície vestibular de incisivos inferiores foi desgastada, expondo a dentina. Após aplicação do *primer*, os agentes de união foram aplicados, e após foram restaurados com resina composta. Foi realizado o teste de microtração. Os resultados demonstram que todos os sistemas diminuem a resistência de união com intensidades menores de luz.

Da mesma forma, Unterbrink e Muessner, em 1995, relatam que fotopolimerizadores de alta intensidade são recomendados universalmente, com base em medições de profundidade de cura. Assim, dois sistemas restauradores foram examinados com duas intensidades de luz em relação a quatro propriedades; contração de polimerização, módulo de flexão e força, dureza Vickers, e adaptação marginal em cavidades de dentina. A variação na intensidade da luz não afetou significativamente a contração de cura e perfil de dureza a uma profundidade de 4,5mm para os compósitos de resina. Diferenças significativas foram encontradas no módulo de flexão, com ambos os restauradores; único material demonstrou uma influência relacionada com a intensidade de luz na resistência à flexão. Formação de fenda marginal aumentou em cada agente de união / resina composta com intensidade crescente. A relevância clínica na espessura da camada híbrida, a cura de uma resina composta com uma luz de maior intensidade podem demonstrar desvantagens significativas, devido ao estresse de contração de polimerização aumentada.

A cinética de polimerização é complexo, onde a hipótese é que o grau de cura, resistência à flexão, módulo de flexão são influenciadas não só pela densidade de energia, mas também pela densidade da potência por si só. Assim, Peutzfeldt e Asmussen, 2005, tiveram como objetivo verificar se as propriedades dos compósitos de resina fotopolimerizável são determinadas pela densidade de energia, por causa da reciprocidade entre a densidade de potência da sua exposição e duração. Um compósito de resina convencional foi curado em três densidades de energia (4, 8, e 16 J / cm²) por seis combinações de densidade de potência (50, 100, 200, 400, 800, e 1000 mW / cm²) e duração de exposição. Grau de cura, resistência à flexão, módulo de flexão aumentou com o aumento da densidade de energia. Para cada densidade de energia, o grau de cura diminuí com

o aumento da densidade de energia. A resistência à flexão e módulo de flexão demonstrou um máximo a densidade de potência intermédia. Dentro de densidade de potência clinicamente relevantes, a densidade de energia teve influência significativa sobre as propriedades da resina composta, melhorando suas propriedades.

Os diferentes sistemas adesivos produzem camadas híbridas com morfologias diferentes. Já em 1991, Nakabayashi, Nakamura e Yasuda relatam que os mecanismos mecânicos e químicos têm sido propostos como sendo a causa de aderência da dentina. A pesquisa extensiva no Japão, tem mostrado que duráveis e resistentes ligações entre resina e dentina se formarão quando um monômero, tal como 4-META, que contém grupos químicos hidrofílicos e hidrofóbicos, penetra o tecido e polimeriza *in situ*. Esta resina de impregnação, cria uma camada de transição "híbrida", que não é apenas resina, nem apenas dente, mas um híbrido dos dois. A fina camada de resina reforçada com dentina bloqueia as duas substâncias diferentes em conjunto a um nível molecular, selando a superfície contra infiltrações e um elevado grau de resistência ao ácido.

Chappell, Cobb, Spencer, Eick, 1996, investigaram a formação de *tags* resinosos dentro de túbulos dentinários e anastomose de canais laterais na microscopia eletrônica de varredura. As seguintes marcas de adesivos foram aplicados à superfície da dentina preparada de terceiros molares inclusos humanos: Scotchbond Multipurpose, C & B Metabond, All-Bond 2, ambos condicionados e sem condicionamento, e XR-Bond. As amostras foram descalcificadas e preparadas para exame em microscopia eletrônica de varredura. Muitos *tags* de resina, com ramificação lateral foram observados. Os ramos de resina foram o resultado de *primer*, adesivo, ou ambos, inserindo canais laterais e comunicando com túbulos adjacentes. A polimerização do adesivo em canais laterais foram mais prevalente com os sistemas adesivos Scotchbond, C & B Metabond, e ALL-BOND 2. A rede de *tags* resinosos interligados formados com estes materiais pode ser fundamental para o desenvolvimento de uma resistência de união mais forte em dentina / resina.

Ferrari e Davidson, 1996, o íntimo contacto da dentina condicionada e do *primer* é crítico na resistência união da resina composta à dentina. Neste estudo, dois diferentes sistemas adesivos foram testados *in vivo*, um com condicionamento ácido separado (Scotchbond) e outro autocondicionante (Clearfill Liner bond 2). A

formação de ramos laterais de tags tubulares foi investigada para comprovar a eficácia de infiltração como uma contribuição para a retenção. Microscopia eletrônica de varredura revelou a formação de uma zona de interdifusão resina-dentina e penetração nos canais laterais dos túbulos para ambos os *primers*. Os *tags* de resina com ramos laterais foram observadas principalmente no assoalho das cavidades de classe II. Eficácia in vivo do sistema auto-condicionante foi demonstrado.

Assim, Vargas, Cobb e Denehy, em 1997, tiveram como objetivo: 1) caracterizar através da análise de MEV da interface resina-dentina produzida por adesivo de frasco único e um sistema de três componentes [Scotchbond Multi Purpose (3M Dental)] e 2) avaliar a resistência a união de dentina destes sistemas adesivos. Foi utilizado superfícies planas de dentina de terceiros molares (n = 15). Foi aplicado sistema adesivo de frasco único: [Bond 1 (Jeneric / Pentron), Single Bond (3M Dental Products); One Step (Bisco Inc.), OptiBond Solo (Kerr Corp), Prime & Bond 2.1 (LD Caulk-Dentsply) , Syntac único componente (Ivoclar-Vivadent), Quik Posse com flúor (Den-Mat)] foram utilizados de acordo com as instruções dos fabricantes e restaurados com resina composta. Todas as amostras foram termociclados 300x. Doze amostras de cada grupo foram utilizadas para medir a resistência de união e três amostras foram utilizadas para avaliar a morfologia da interface no MEV. One-way ANOVA e da Teste de tukey foram utilizados para avaliar os resultados. A média de resistência de união em MPa \pm DP dos grupos variou de 22,27 \pm 4,5 MPa para o Single Bond para 7,6 \pm 3,9 MPa para Syntac Componente Único. A análise estatística indicou que o Single Bond produzido significativamente maior ($p < 0,001$) do que Syntac , Prime & Bond 2.1, Bond 1 e Quik. Resistência de união para Syntac foram significativamente menores do que One-Step, Solo OptiBond, Scotchbond de Bond Multi-Purpose Plus e único. Análise SEM revelaram claramente a formação de uma camada híbrida diferente de todos os sistemas adesivos, no entanto, pequenas variações na ultraestrutura cda camada híbrida existiam entre os produtos.

Da mesma maneira, Soares, Rocha, Raggio, Sadek e Cardoso, em 2005, tiveram como objetivo: (1) comparar a resistência de união de diferentes sistemas adesivos à dentina primária e permanente por meio do teste de microtração, e (2)

avaliar a interação destes materiais à dentina primária e permanente, por meio de microscopia eletrônica de varredura. Foi utilizados 18 molares permanentes, divididos aleatoriamente, de acordo com o seu sistema de adesivo, em 3 grupos (n = 6 por grupo): (1) Clearfill SE Bond (SE); (2) One Up Bond F (OU), e (3) Single Bond (SB). Em seguida, foram construídos blocos compósitos de 5mm de altura. Depois da adesão, os dentes foram armazenados em água destilada a 37°C durante 24h, antes da preparação das amostras. Para o teste de microtração, os dentes (n = 5 por grupo) foram seccionados longitudinalmente em dois eixos de feixe tornando-os espécimes que foram coladas com dispositivos especiais, os quais foram montados numa máquina de teste universal para ser carregado sob uma velocidade de 1mm / min até a fratura. Um dente de cada grupo foi preparado para MEV. Valores de resistência de união (MPa) para dentina primária / permanente foram: (1) SE = 60.0/61.4; (2) OU = 54.5/53.3, e (3) SB = 70.1/64.9. ANOVA não mostrou diferenças significativas ($p > 0,05$) para os valores de resistência de união entre os grupos de dentina decíduos e permanentes. MEV de SE e SB mostrou uma bem definida, uniforme, e camada híbrida contínua. Uma camada híbrida uniforme, no entanto, não foi encontrada para OU. Conclui-se que a resistência de união e características micromorfológicas dos sistemas adesivos não foram influenciadas pelo substrato

Assim, Sundfeld, Valentino, de Alexandre, Briso e Sundfeld, 2005, tiveram como objetivo empregar a microscopia óptica para medir a espessura da camada híbrida e a penetração (*tags*) de um sistema adesivo autocondicionante. Foram realizadas cavidades oclusais em 40 molares humanos extraídos. Os dentes preparados foram divididos aleatoriamente em quatro grupos experimentais com 10 espécimes cada. O sistema autocondicionante Adper Prompt L-Pop foi aplicada à superfície da dentina como se segue: Grupo 1: ângulo cavo-superficial do esmalte foi condicionado durante 60s e a dentina por 20s com gel de ácido fosfórico 35%, imediatamente seguido da aplicação do adesivo autocondicionante com um pincel a toda a cavidade, durante 15s; grupos 2, 3 e 4: nenhum pré-condicionamento foi realizado, e que o adesivo autocondicionante foi aplicado a ambos esmalte e dentina, por 15, 30 e 45 s, respectivamente, . Após a cura, as cavidades foram preenchidas com resina composta Z250. Posteriormente, os dentes foram descalcificados e as restaurações foram cuidadosamente removidos para posterior

incorporação em parafina. Os espécimes foram seccionados a 6 microns de espessura e sequencialmente montados em lâminas de vidro. Estas secções foram coradas para posterior análise e medição da camada híbrida e *tags* de resina em um microscópio óptico com uma ocular micrométrica 40/075. Os resultados foram submetidos à análise de variância ao nível de 5%. O teste de Tukey foi aplicado no nível de 5%, com diferença estatística. Os espécimes que receberam aplicação de condicionamento ácido antes do adesivo autocondicionante exibiram uma maior espessura da camada híbrida; por outro lado, as amostras que receberam apenas a aplicação do adesivo autocondicionante na dentina para 15, 30 e 45 segundos exibiram espessura semelhante da camada híbrida. Quanto aos *tags* de resina, não houve diferenças estatisticamente significativas entre os grupos de estudo. Pode concluir-se que o aumento do tempo de aplicação do adesivo Adper Prompt L-Pop não influenciou significativamente a formação e a espessura da camada híbrida, bem como a sua penetração na superfície de dentina.

Com isso, Moura, Santos e Ballester, 2006, avaliaram as características morfológicas da interface dente / adesivo usando diferentes sistemas adesivos em restaurações MOD, por microscopia eletrônica de varredura (MEV). A hipótese testada foi a de que a morfologia da interface adesiva poderia variar nas diferentes regiões da cavidade MOD para os três sistemas adesivos. Cavidades MOD foram preparadas em 12 terceiros molares humanos extraídos e restaurados com resina Filtek Z250 composto e um dos seguintes sistemas adesivos: ABF experimentais (n = 4), Clearfil SE Bond (n = 4) autocondicionantes *primers* e Single Bond (n = 4). Após 24h de armazenamento em água destilada a 37°C, os dentes foram seccionados e preparados para MEV. A morfologia da interface pode variar dependendo do sistema adesivo e com a área avaliada. A hipótese nula foi aceita, porque a morfologia da interface dente / adesivo reflete as características de ambos: substrato dental e sistemas adesivos.

Fritz, Diedrich, Finger, 2001, tiveram o objetivo de realizar um estudo *in vitro* para avaliar a capacidade de ligação de três *primers* autocondicionantes (Clearfil SE Bond [SE], Clearfil Liner de Bond 2V [CLB], Novabond [Nova]) ao esmalte. Dois sistemas adesivos com condicionamento ácido fosfórico (Gluma Comfort Bond [GLU], Kurasper F [KU]) serviram como controles. 60 incisivos humanos foram

utilizados para avaliar resistência a microtração de cilindros de resina composta com adesão ao esmalte. Os resultados mostram que foram encontradas diferenças significativas entre os grupos ($p < 0,001$). O valor médio para os grupos de GLU, KU, CLB e SE era de 24 MPa. A resistência de união registados para o sistema Novabond foi significativamente mais baixa (17 MPa). Conclui-se que os resultados da presente investigação indica que a ligação do esmalte, especialmente com o auto-condicionante CLB e SE é tão eficaz quanto a condicionamento convencional com ácido fosfórico.

Em 2004, Kiremitçi, Yalçın, Gökalp realizaram um estudo para investigar a efetividade de três diferentes sistemas adesivos dentinários na resistência de união em esmalte e dentina. Foram selecionados 60 molares humanos, divididos em seis grupos, conforme tipo de adesivo e tipo de substrato (esmalte / dentina). Os adesivos testados foram Prime & Bond NT, Clearfill SE Bond, e Prompt L-Pop. Os adesivos foram aplicados de acordo com o fabricante e restaurados com resina composta TPH Spectrum. Os resultados mostram que não se observou diferenças estatisticamente significativas entre os diferentes adesivos em dentina. Em esmalte, o adesivo Prompt L-Pop apresentou diferença estatisticamente significativa em relação aos demais adesivos. Estes materiais aparentam serem promissores por seus resultados e pela simplificação da técnica.

Armstrong, em 2001, teve o objetivo em determinar o modo de falha entre dentina-adesivo, adesivo e métodos de ensaio de microtração. Assim, oitenta dentes foram selecionados aleatoriamente armazenados em cloramina T 0,5% a 37°C até que a carga estática do teste falhasse em 30 e 180 dias. Foi aplicado o sistema adesivo e restaurado com resina composta, e levado ao teste de microtração. Os modos de falha foram categorizados por Microscopia eletrônica de varredura e testado com o teste exato de Fisher. A resistência à fratura característica, a 30 e 180 dias de armazenamento foi de 0,82 e 0,87MPa, enquanto que o módulo de Weibull (m) para as distribuições de falha, foi 4,60 e 4,56, respectivamente. Nenhuma diferença significativa foi demonstrada nas distribuições de falha entre os grupos ($p = 0,45$). A resistência à tração característica em 30 e 180 dias de armazenamento foi de 52,53 e 14,71MPa com uma m de 3,04 e 1,56, respectivamente. Distribuições de falha para grupos foram significativamente

diferentes ($p < 0,001$). Modos K (IVM) falha, independentemente do tempo de armazenamento, estavam dentro da junta adesiva com 30 dias, principalmente através da região superior da camada híbrida (THL), e depois de 180 dias, envolvendo a parte inferior da camada híbrida (BHL). O grupo de 30 dias demonstrado uma propensão a fraturar em dentina ou resina substratos compostos, mas depois de armazenamento de 180 dias a falha novamente envolveu a BHL. Assim, conclui-se que as ligações fracas na dentina-adesivo, podem ser as regiões de interfase entre a THL e a resina adesiva e o BHL e dentina.

Tay e Pashley, em 2001, examinaram, com a utilização de microscopia eletrônica de transmissão, a agressividade de três adesivos autocondicionantes na penetração da *smear layer* dentinária com diferentes espessuras. Discos de dentina foram produzidos a partir de terceiros molares humanos extraídos. Para o grupo controle, a superfície de dentina era desprovida de *smear layer*. Os dentes foram polidos com lixas de granulação #600 ou #60 para produzir camadas de esfregaço fino e grosso. Foi utilizado dos três sistemas autocondicionantes: Clearfill Mega Bond (Kuraray), Non-Rinse Conditioner e Prime & Bond NT (Dentsply DeTrey) e Prompt L Pop (ESPE). As amostras hibridizadas foram desmineralizadas e embebidos em resina epóxi para exame MEV. Para Bond Mega, finas camadas de camada híbrida autêntica entre 0,4-0,5 μm foram encontrados. *Smear layer* e *smear plugs* foram retidos como parte do complexo hibridizado. Para non-Rinse Conditioner / Prime & Bond NT, as camadas híbridas foram entre 1,2-2,2 μm de espessura. Camada de *smear layer* e *smear plugs* foram completamente dissolvidos em dentina, com camadas finas de *smear layer*, mas foram parcialmente retidos como parte do complexo hibridizado naqueles com camadas espessas de esfregaço. Para Prompt L-Pop, autênticas camadas híbridas foram 2,5-5 μm de espessura e camada de *smear layer* e *smear plugs* foram completamente dissolvidos mesmo em dentina. Com isso pode-se dizer que sistemas autocondicionantes podem ser classificados como leve, moderado e agressivo na sua capacidade de penetrar as camadas de *smear layer* dentinária e sua profundidade de desmineralização na subsuperfície da dentina. O sistema mais agressivo solubiliza completamente a camada de *smear layer* e *smear plugs* e formaram camadas híbridas com uma espessura que mais se aproxima ao condicionamento ácido total em dentina.

Pashley e Tay, 2001, mostram a agressividade de 3 sistemas adesivos autocondicionantes no esmalte, examinando sua ultraestrutura e resistência de união a microtração. Para microscopia eletrônica de varredura, o esmalte coronário de pré-molares extraídos humanos foram condicionados com Clearfill Mega bond (Kuraray), um agente condicionador não lavável (NRC; Dentsply DeTrey) e Prompt L Pop (ESPE). Aqueles do grupo de controle foram condicionados com ácido fosfórico 32% (Bisco) por 15s. Todos foram lavados. Para microscopia eletrônica de varredura, os adesivos autocondicionantes foram usados como recomendado. O esmalte tratado com NRC foi condicionado com Prime & Bond NT (Dentsply), enquanto os do grupo controle foram condicionados com All-Bond 2 (Bisco). Completamente desmineralizada, réplicas de resina foram embebidos em resina epóxi para análise da infiltração de resina. Para a avaliação de microtração, os espécimes foram primeiro gravado e hibridizados com os adesivos autocondicionantes. Um segundo grupo de amostras foi gravado com os adesivos autocondicionantes, enxaguado e realizado a adesão com um adesivo controle. Após a restauração com Z100 (3M Dental Products), eles foram seccionados em feixes de uniformes áreas transversais e submetidos ao teste de falha. Os resultados mostram que os padrões do esmalte aprismático, como revelado por microscopia eletrônica de varredura, mostra que a morfologia e subsuperfície da camada híbrida variou de acordo com a agressividade dos adesivos autocondicionantes. Clearfil Mega Bond exibiu padrões mais brandos de desmineralização, enquanto Prompt L Pop-produziu um efeito que se aproximou do grupo de controle de condicionamento total. Microtração dos três grupos experimentais foram todos significativamente mais baixo do que o grupo de controle, mas não diferiram uma da outra. Quando os adesivos autocondicionantes foram substituídos com o adesivo de controle, a resistência de união de NRC / Prime & Bond NT e Prompt L Pop-não foi significativamente diferente daquela do grupo de controle, mas foi significativamente maior do que a de Clearfil Mega Bond. A importância deste estudo é que mostra a eficácia da resistência de união das camada híbrida.

Swift, Wilder, Maio, Waddell, 1997, avaliou o efeito de múltiplas aplicações de sistemas adesivos de frasco único Prime & Bond, One-Step e Quik Posse na resistência a microtração à dentina. Além disso, o estudo examinou os efeitos da

umidade na resistência de união em dentina. Foi utilizada dentina oclusal de molares humanos extraídos. As amostras do grupo de controle receberam apenas duas aplicações do sistema adesivo, tal como recomendado pelos fabricantes. Dois grupos experimentais de cada sistema recebeu um número maior de aplicações adesivas. Nos demais grupos experimentais, foram feitas modificações na umidade da superfície no método de hibridização. Resistência de união foi determinada utilizando uma máquina universal de ensaios Instron. A resistência de união média do grupo controle Prime & Bond era significativamente maior do que a dos outros dois grupos de controle. Várias aplicações de adesivo diminuiu a resistência de união de cada sistema, mas a diferença foi significativa apenas para quatro aplicações de uma etapa. O método de remoção de umidade (ar comprimido ou com algodão) não teve efeito sobre a resistência de união de uma etapa. A resistência de união do Posse Quik não foi afetado pelo tipo de compósito utilizado. Prime & Bond tinha valores de resistência significativamente mais elevados do que qualquer adesivo utilizado de um passo ou Quik Posse. Tanto o Prime & Bond e One-Step teve resistência de união significativamente maior do que Quik Posse.

Triolo e Swift, em 1992, realizou um estudo in vitro que testou a resistência de união a tração de nove terceira geração de sistemas adesivos dentinários. Todos estes sistemas tiveram maiores resistência de união quando comparado aos seus controles, um agente de segunda geração. Amalgambond e All-Bond teve os mais fortes laços à dentina, $23,3 \pm 5,7$ e $19,3 \pm 5,6$ MPa, respectivamente. Clearfill Bond e Prisma Universal de Bond 3 teve a força de união intermediários (aproximadamente 13 MPa). Gluma, PowerBond, Scotchbond 2, Posse e XR-Bond todos tinham significativa resistência de união foi menos de 8 MPa.

Jacobsen, Söderholm, 1998, avaliaram a resistência de união de sistemas adesivos a base de acetona ou à base de água aplicados com ou sem agitação, com dentina molhada ou seca. Quarenta e oito molares humanos livres de cárie foram incluídos em superfícies de gesso e uma superfície plana de dentina foi preparada. Os dentes foram aleatoriamente divididos em oito grupos, com seis espécimes cada. Após condicionamento ácido, o *primer* HEMA a base de acetona (Ac) ou *primer* HEMA a base de água (Wa) foram aplicados em dentina seca (D) ou úmida (W). O *primer* foi aplicado com (Y) ou sem (N) de agitação de acordo com as

seguintes combinações: Grupo 1: D-Ac-Y, Grupo 2: D-Ac-N; Grupo 3: D-Wa-Y; Grupo 4: D-Wa-N; Grupo 5: W-Ac-Y; Grupo 6: W-Ac-N; Grupo 7: W-Wa-Y; Grupo 8: W-Wa-N. A superfície preparada foi seca, coberta com uma resina fotopolimerizada. A resistência de união foi determinada após 30 dias em água. Os resultados mostram as médias e desvios padrão, expressa em MPa, foram: Grupo 1: 13,1 + / - 3,42; Grupo 2: 15,9 + / - 4,84; Grupo 3: 19,8 + / - 6,64; Grupo 4: 18,6 + / - 5,18; Grupo 5 : 16,5 + / - 5,25; Grupo 6: 25,5 + / - 4,79; Grupo 7: 21,9 + / - 4,94; Grupo 8: 17,4 + / - 4,50. Os resultados foram analisados por ANOVA e Waller-Duncan K t- teste. O *primer* à base de acetona deu a maior resistência de união na dentina úmida sem agitação. Quando o *primer* à base de acetona foi usado em dentina seca uma diminuição significativa na resistência de união ocorreu ($p < 0,05$). Não houve diferença significativa ($p > 0,05$) foi encontrada para o *primer* à base de água sobre a dentina úmida ou seca. A agitação melhora a resistência de união para o *primer* à base de água, mas diminuiu a resistência de união para o *primer* à base de acetona.

Dias, Pereira, Swift, 2004, tiveram o objetivo de comparar a resistência à microtração de três sistemas adesivos para esmalte, preparados com brocas e com lixa de carbetto #600. Trinta e seis dentes bovinos foram divididos aleatoriamente em três grupos de tratamento e condicionados com um sistema adesivo de condicionamento ácido total (Single Bond, 3M ESPE), um sistema adesivo auto-condicionante (Clearfil SE Bond, Kuraray) e um adesivo autocondicionante (One-Up Bond F, Tokuyama). Após o condicionamento, foi aplicado resina composta e as amostras foram armazenadas em água por um dia, a 37°C. As amostras foram seccionadas em placas de 0,7 mm de espessura, cortadas para uma área de secção transversal de 1 mm², e levado a falha no teste de microtração, a uma velocidade de 1 mm / min, utilizando um aparelho de mesa (EZ-Test, Shimadzu). Dados de força de microtração foram analisados por ANOVA e Exato de Fisher ($\alpha = 0,05$). Como resultados mostrou-se que a resistência de união de cada sistema autocondicionante foi menor quando o esmalte foi preparado com broca de diamante e não com lixa#600. Diferenças na microtração entre as lixa de carboneto e broca de diamante não foram significativas. O método de preparação de superfície não afetou o sistema de condicionamento ácido total. Conclui-se assim que os instrumentos de preparação diferentes não capazes de afetar a resistência de união entre esmalte-resina.

Cavalcante, Erhardt, Castro, Pimenta, Ambrosano, em 2006, realizaram um estudo para investigar o comportamento de dois sistemas adesivos: um sistema adesivo autocondicionante Clearfil Liner Bond e de condicionamento ácido total Single Bond, submetidos a dois testes de resistência de união: cisalhamento e microtração. Foram utilizados dentina vestibular de incisivos bovinos e realizada a aplicação dos sistemas adesivos em ambos os grupos. Após, foi realizada a inserção de resina composta de forma incremental. As amostras foram, em seguida, cortados em placas de 1 milímetro paralelas ao eixo longitudinal do dente. Metade das amostras de cada grupo foram cortadas em forma de haltere e, na outra metade do grupo, os fragmentos foram cortados em palitos com um a seção transversal de 1 mm² de área. As amostras foram submetidas ao teste de microtração. Para cisalhamento, as amostras foram incluídos em resina deixando a superfície de dentina exposta para adesão. Após, foram realizados os procedimentos de adesão e restaurador. Os espécimes foram mantidos em água por 24 h antes do teste. Os testes foram realizados em uma máquina universal de ensaios. Valores MPa foram analisados pelo teste de Tukey ($p < 0,05$), two-way ANOVA e Student t-test. Observou-se que os valores médios em MPa foram: Single Bond/microtração: 42,6 (15,1), Single Bond / Cisalhamento: 35,4 (6,8), clearfill / microtração: 14,3 (10,3) e Clearfill / cisalhamento: 27,0 (7,9). As espécimes que utilizaram o Clearfill apresentaram os menores resultados. Single bond não apresentou diferenças estatísticas entre os grupos. Os resultados mostraram que o teste de resistência ao cisalhamento parecia não ter a sensibilidade necessária para detectar diferenças entre os agentes de união.

Proença, Polido, Osorio *et. al*, em 2007, realizaram um estudo para avaliar a resistência de união de sistemas adesivos autocondicionante e sistemas de condicionamento ácido total em diferentes regiões da dentina. Foram realizados preparos cavitários em dentina que se estende da coroa ao ápice da raiz. Dentro do mesmo dente, foi realizada a hibridização utilizando sistema autocondicionante de dois passos (Clearfill SE Bond), sistema autocondicionante de um passo (Etch & Prime 3.0, One-Up Bond, Prompt L-Pop/PLP, e Futurabond / FUT) e mais dois grupos hibridizados com sistemas adesivos de condicionamento ácido total (Single Bond / SB e Prime & Bond NT / PBNT). As amostras foram restauradas com resina de forma incremental para realizar o teste de microtração. As diferentes regiões da

dentina foram identificadas por pintura com cores diferentes no topo do compósito de resina. As amostras foram cortadas em feixes e testados em microtração. ANOVA e testes de comparação múltipla foram utilizados ($p < 0,05$). Os resultados mostram que independentemente da região de dentina testada, o grupo Single Bond alcançou os maiores valores de microtração, onde a dentina coronal: 42.7 MPa, Os valores de resistência de união nos demais adesivos são semelhantes para as diferentes regiões de dentina.

Cavalcanti, em 2008, avaliou a resistência de união em preparos Classe II. Terceiros molares humanos receberam preparos MOD com as margens em dentina. Os dentes foram divididos aleatoriamente em 18 grupos ($n = 5$) de acordo com a combinação da parede da cavidade (axial, oclusal e gengival), sistema adesivo (Single Bond Plus, Clearfil SE Bond e Adper Prompt) e a ocorrência de ciclagem termomecânica. Restaurações foram realizados com resina Z250. Amostras foram seccionadas de acordo com a respectiva cavidade de parede, e a interface de adesivo foi cortado em forma de ampulheta (1 mm^2). As amostras foram testados sobre tensão, e o modo de ruptura foi observada em MEV. Dados de resistência de união foram analisados com ANOVA e teste de Tukey. Como resultados os sistemas adesivos Single Bond Plus e Clearfil SE Bond obtiveram resultados semelhantes na maioria das condições experimentais. Single Bond, além disso, apresentou uma força de união semelhante nas três paredes da cavidade, independentemente das condições de envelhecimento. Clearfil SE Bond apresentou diferenças significativas entre as paredes da cavidade: a parede oclusal apresentou médias mais elevadas em ambas as condições de envelhecimento. Paredes gengivais de dentes jovens e paredes axial de dentes idosos renderam menores médias. Dentina jovem com o adesivo Adper Prompt produziu uma resistência de união semelhantes nas três paredes da cavidade. Depois de ciclagem termomecânica, a parede gengival apresentou médias mais baixas. Concluindo, o efeito nas paredes da cavidade depende do sistema de união e ciclagem termomecânica. Adper Prompt demonstrou resistência de união inferior ao Single Bond Plus e Clearfil SE Bond na maioria das condições experimentais.

Villela, Gonçalves, Orsi e Miani, em 2001, tiveram objetivo em seu estudo de avaliar a resistência de união da dentina de quatro sistemas adesivos (Adper Single

Bond 2, Adper Prompt L-Pop, Magic Bond DE e autocondicionante Bond Etch) em dentina. Quarenta terceiros molares tiveram suas raízes removidas e as coroas seccionadas no sentido mesio-distal. As superfícies vestibular e lingual foram fixadas em um anel de PVC e foram divididos em grupos vestibular e lingual atribuídos a cada adesivo selecionado. Os mesmos espécimes foram preparados para avaliação da resistência de união para avaliar as diferentes profundidades de dentina. Os espécimes foram identificados e desgastados em profundidades de 0,5, 1,0, 1,5 e 2,0 mm. Cada profundidade foi avaliada pela norma ISO TR 11405 utilizando uma máquina EMIC-2000 regulada a 0,5 mm / min, com uma célula de carga de 200 Kgf. Foram realizadas análises estatísticas dos resultados (ANOVA, Tukey e Scheffé). Os dados revelaram diferenças estatísticas ($p < 0,01$) na variação adesiva e profundidade, bem como interações entre adesivos / profundidade. O Adper Single Bond 2 demonstrou os maiores valores médios de resistência de união. O produto Prompt L-Pop, um adesivo autocondicionante, revelou maiores valores médios em comparação ao Magic Bond DE e autocondicionante Bond Etch, um adesivo total e autocondicionante respectivamente. Pode-se concluir que a resistência de união da dentina é dependente de material (sistema adesivo), a profundidade do substrato e da interação adesivo / profundidade.

Preocupados com a influência das forças de contração desenvolvido durante a polimerização dos compósitos, Davidson, Gee, Feilzer, 2004 realizaram um estudo na resistência de união à dentina, utilizando uma resina química microparticulada e outra fotopolimerizada. Foram utilizados modelos lineares e modelos 3D. O modelo linear consistia de um arranjo montado em um tensilometro em que os compósitos eram aplicados a uma superfície de dentina plana, fixada numa extremidade e à célula de carga na outra extremidade. O aumento da resistência de união foi medida em diferentes intervalos de tempo desde o início da mistura e foi comparado com a força de contração em desenvolvimento. Durante todo o processo de uma polimerização completa, a adesão foi maior do que o estresse da contração, o que se explica pelo relaxamento do fluxo, o que pode ocorrer nesta configuração de modelo. No modelo tridimensional, os compósitos estão ligados a mais do que duas paredes de dentina. Nesta situação, o fluxo é muito limitada, e os valores de tensão de contração pode exceder a resistência de união, levando a uma separação. Isto foi demonstrado em cavidades Classe V. A

forma da cavidade é considerado como sendo de grande importância na conservação da união resina composta-dentina.

4. MATERIAIS E MÉTODOS

4.1. Materiais

Foi utilizado neste estudo um sistema de união de frasco único (Adper Single Bond 2, 3M/ESPE, St. Paul, MN, EUA), recomendado para uso em esmalte e dentina, juntamente com o Scotchbond condicionador ácido fosfórico 37% (3M/ESPE, St. Paul, MN, EUA) e um sistema autocondicionante (Clearfill SE Bond, LB. KURAKAY Co. Osaka, Japão). Em combinação com o sistema de união, foi utilizada resina composta micro-híbrida Charisma A2 (Heraeus Kulzer, South Bend, IN, EUA). A descrição dos sistemas adesivos e da resina composta, bem como a composição e respectivo lote destes materiais, pode ser visualizada na Tabela 1.

Tabela 1. Materiais utilizados no estudo.

Material	Composição
Adper Single Bond 2 3M/ESPE, St. Paul, MN, EUA Lote # 7MG	Etanol, Bis-GMA, carga de sílica tratada com silano, 2-hidroxietilmetacrilato, glicerol 1, 3 dimetacrilato, copolímero de ácido acrílico e ácido itacônico e diuretano dimetacrilato
ClearFil SE Bond LB. KURAKAY Co. Osaka, Japan. <i>Primer</i> Lote # 00760 ^A Adesivo Lote # 01094-A	<i>Primer</i> : MDP, HEMA, monômero dimetacrilato, água, fotoiniciador <i>Adesivo</i> : MDP, HEMA, monômero dimetacrilato, micropartícula, fotoiniciador
Charisma A2 Heraeus Kulzer, South Bend, IN, EUA Lote #6MD	Resina composta micro-híbrida, Bis GMA, TEGDMA, partículas inorgânicas de vidro, flúor, bário silanizados, de tamanho médio 1 micron e sílica coloidal de tamanho 0,04 microns e sílica nanométrica. 60% carga inorgânica em volume.
Scotchbond Condicionamento ácido 3M/ESPE, St. Paul, MN, EUA Lote #3NM	Ácido Fosfórico 37%

4.2. Método

A pesquisa foi aprovada pelo Comitê de ética e Pesquisa da Faculdade da PUCRS (CEP), com protocolo de pesquisa registro CEP 10/05026. Foram selecionados 24 terceiros molares extraídos hígidos, obtidos do banco de dentes da Faculdade de Odontologia da PUCRS, conforme em anexo, divididos randomicamente em oito grupos, classificados de acordo com o tipo de adesivo e método de aplicação destes (Tabela 2).

Tabela 2. Tipo de adesivo e método de aplicação.

Grupo	Tipo Adesivo	Método Aplicação	n
Grupo 1	Adper Single Bond 2	Controle	3
Grupo 2	Clearfill SE Bond	Controle	3
Grupo 3	Clearfill SE Bond	Vibração Sônica	3
Grupo 4	Adper Single Bond 2	Vibração Sônica	3
Grupo 5	Adper Single Bond 2	Vibração de Protótipo Sônico	3
Grupo 6	Clearfill SE Bond	Vibração Protótipo Sônico	3
Grupo 7	Adper Single Bond 2	Vibração Ultrassônica	3
Grupo 8	Clearfill SE Bond	Vibração Ultrassônica	3

4.2.1. Confecção do cilindro

Cada dente foi incluído em resina acrílica autopolimerizável Jet (Clássico, São Paulo, SP, Brasil), com auxílio de uma matriz cilíndrica de 30mm de diâmetro, onde apenas a raiz ficou imersa na resina acrílica. Após a polimerização, o aspecto do conjunto foi um cilindro acrílico com a parte coronária do dente voltada para a sua parte superior (Fig. 1).

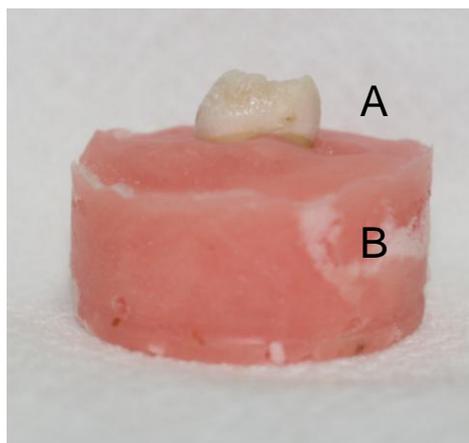


Figura 1. A) Porção coronária do dente. B) Cilindro de resina acrílica.

4.2.2. Preparo da superfície oclusal

Em seguida, cada cilindro de acrílico foi fixado ao suporte metálico, medindo 6cm de altura, 6cm de largura por 3cm de espessura (Fig. 2), de uma Politriz Struers DPU-10 (Panambra, São Paulo, SP, Brasil) (Fig. 3), utilizando uma sequência decrescente de abrasividade lixas de carbeto de silício, de granulação #220, #400 e #600, montado num polidor circular, refrigerado por água corrente (Fig. 4). Assim, foi realizada a abrasão e remoção do esmalte, preparando uma superfície dentinária lisa.



Figura 2 . Suporte metálico para padronização do desgaste das amostras.



Figura 3. Politriz Struers DPU-10.



Figura 4. Suporte metálico sendo utilizado para desgaste das amostras na politriz sob-refrigeração de água.

4.2.3. Tratamento dentinário adesivo

A seguir, cada sistema adesivo utilizado foi aplicado de acordo com a descrição dos grupos. Os grupos podem ser exemplificados na tabela 2. Para fins de padronização de posicionamento das peças de mão dos aparelhos sônico (SonicBorden), aparelho ultrassônico e protótipo sônico, foi utilizado para todos os

grupos um dispositivo posicionador adaptado sob uma base de microscópio óptico descrito na figura 5.

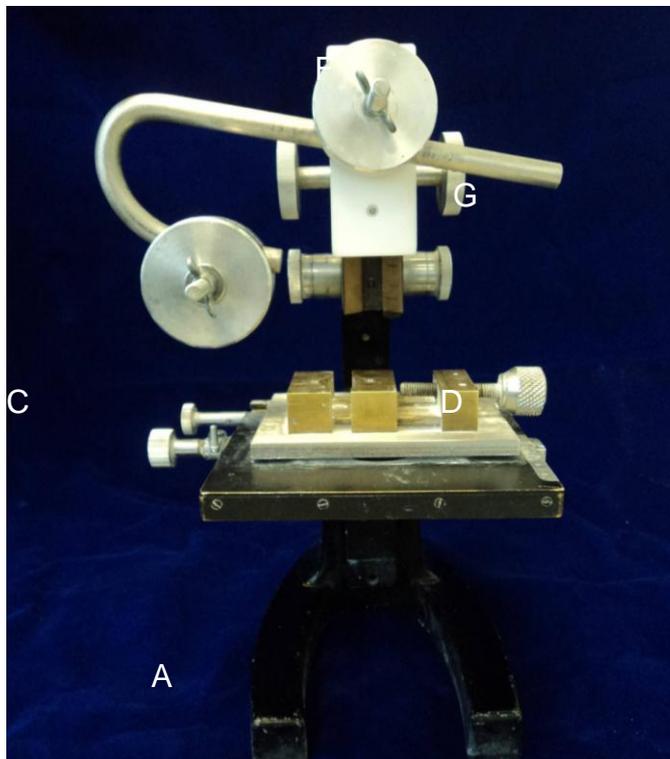


Figura 5. Dispositivo posicionador. A) Base do dispositivo. B) Parafuso de movimentação eixo z. C) Parafuso de movimentação eixo x. D) Parafuso de prensão do cilindro. E) Presilha lateral. F) Presilha central. G) Estrutura de sustentação da caneta.

Neste dispositivo foram fixadas todas as amostras na base de fixação. Na parte superior do dispositivo posicionador foram posicionadas as peças de mão dos aparelhos sônico, ultrassônico e protótipo sônico na estrutura de sustentação de caneta, que foram reguladas pelas presilhas central e lateral, as quais serviram para posicionar de forma a coincidir perpendicularmente a ponta do pincel *microbrush* na superfície dentinária do cilindro. Assim, seguiu-se a técnica adesiva.

Grupo 1 – Adper Single Bond 2 Controle – A dentina foi condicionada por 15 segundos de ácido fosfórico 37% e lavada com água por 15 segundos. Foi retirada a umidade com algodão (Fig. 6).

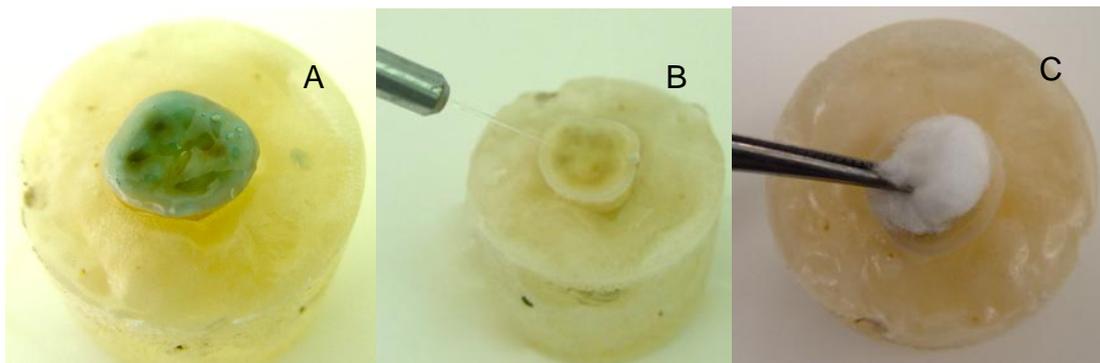


Figura 6. A) Condicionamento ácido 15 segundos. B) Lavagem 15 segundos. C) Remoção da umidade com algodão.

Após, duas gotas do adesivo foram aplicados no pincel *microbrush*, em seguida foi levado a dentina, esfregando manualmente o adesivo por 10 segundos. A dentina foi levemente seca por jato de ar comprimido por 5 segundos para a evaporação do solvente. Esta manobra foi realizada duas vezes consecutivas. Após, foi fotoativado por 20 segundos por uma unidade de luz halógena XL 3000 (3M / ESPE, Alemanha) a uma intensidade entre 400-420 mW/cm² (Fig. 7).

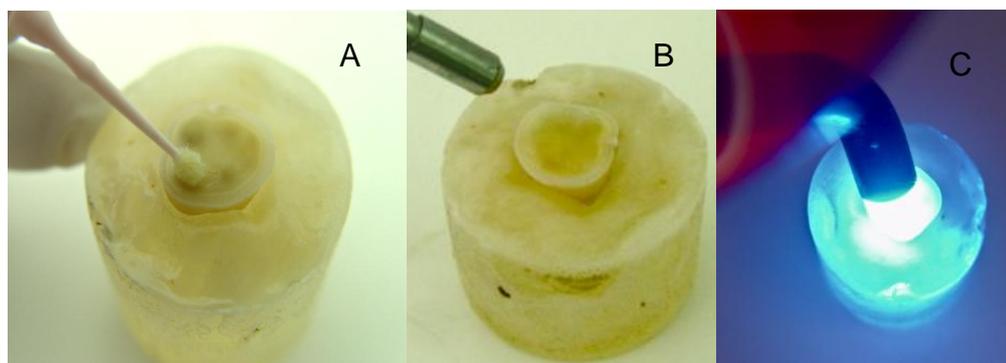


Figura 7. A) Aplicação do Sistema Adesivo. B) Secagem do sistema adesivo. C) Polimerização do Sistema Adesivo.

Grupo 2 – Clearfill SE Bond Controle – Foi aplicado *primer* ácido com pincel *microbrush*, esfregando manualmente por 20 segundos e seco por um leve jato de ar por 2 segundos. Em seguida, foi aplicado o adesivo, esfregando manualmente

por 10 segundos, seco por mais 2 segundos, e fotopolimerizado por 20 segundos (Fig. 8).

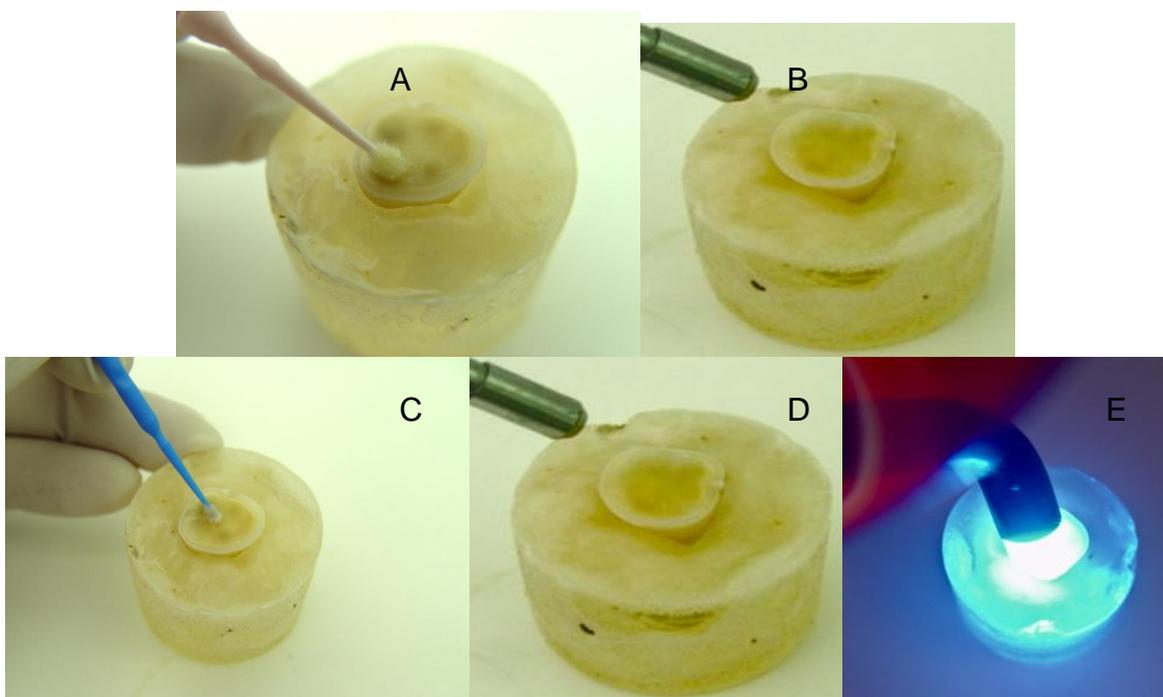


Figura 8. A) Aplicação do *primer* ácido. B) Secagem com jato de ar. C) Aplicação do adesivo. D) Secagem com jato de ar. E) Polimerização do adesivo.

Grupo 3 - Clearfill SE Bond com vibração sônica – Utilizando um dispositivo patenteado⁴³ PI0805029-5 (Fig. 9) acoplado ao aparelho sônico (Kavo SonicBorden, Kavo do Brasil, Joinville, SC. BR) (Fig. 10), foi aplicado o *primer* ácido no pincel *microbrush*, acoplado a este dispositivo, esfregando-o sob a vibração sônica por 20 segundos na dentina e seco por um leve jato de ar por 2 segundos. Em seguida, foi aplicado o adesivo, esfregando sob a mesma vibração por 10 segundos, seco por mais 2 segundos, (esta manobra foi realizada duas vezes consecutivas) e fotopolimerizado por 20 segundos (Fig. 11).



Figura 9. Dispositivo patentado PI0805029-5.

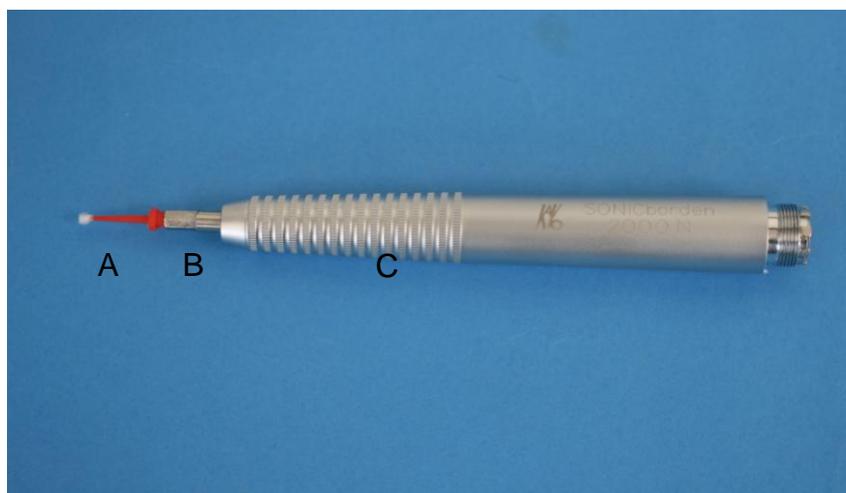


Figura 10. Dispositivo montado na caneta sônica, servindo de intermediário para *microbrush*. A) *Microbrush*. B) Dispositivo intermediário. C) Caneta sônica.

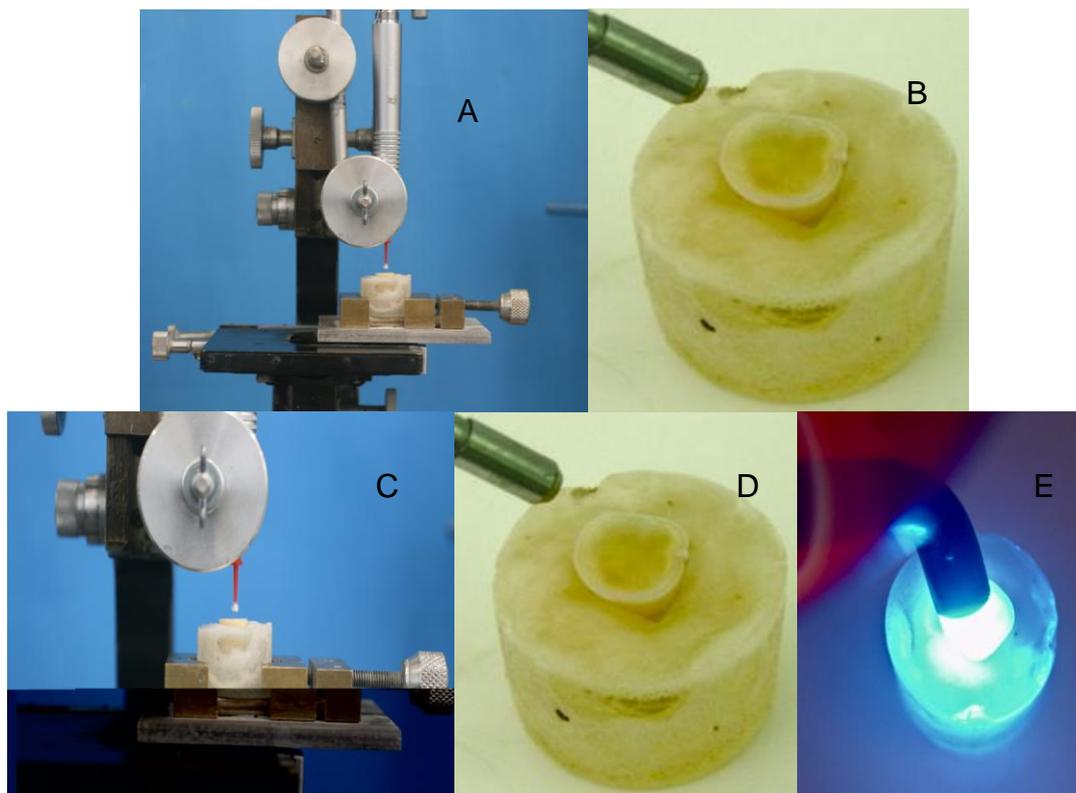


Figura 11. A) Aplicação *primer* ácido com caneta sônica no dispositivo posicionador. B) Secagem com jato de ar. C) Aplicação do adesivo com caneta sônica no dispositivo posicionador. D) Secagem com jato de ar. E) Polimerização sistema adesivo.

Grupo 4 – Adper Single Bond 2 com vibração sônica - A dentina foi condicionada, lavada e seca conforme o Grupo 1 (Fig. 6). Após, utilizando o dispositivo patenteado⁴³ PI0805029-5 no aparelho sônico (Kavo SonicBorden, Kavo do Brasil, Joinville, SC. BR), duas gotas do adesivo foram aplicados no pincel *microbrush* acoplado ao dispositivo. Foi esfregado o pincel na dentina sob a vibração do aparelho sônico Kavo SonicBorden sem água por 10 segundos. A dentina foi levemente seca por jato de ar comprimido por 5 segundos para a evaporação do solvente. Após, o adesivo foi fotoativado por 20 segundos (Fig. 12).

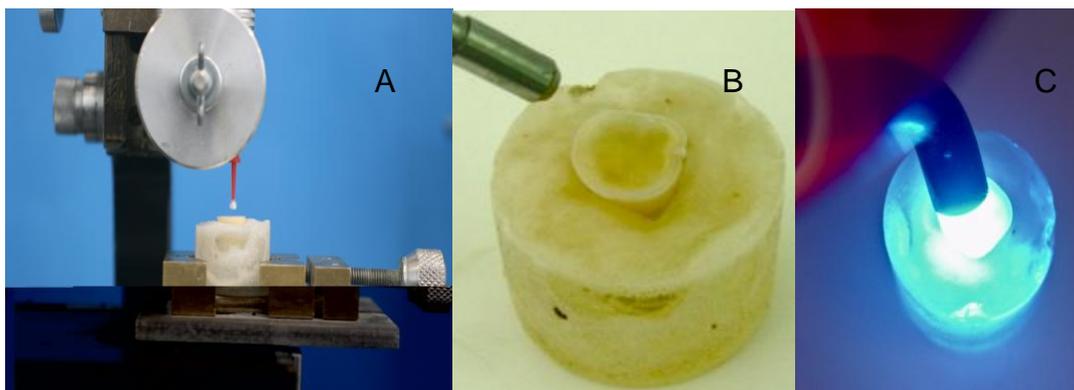


Figura 12. A) Aplicação do Single Bond 2 com aparelho sônico acoplado ao dispositivo posicionador. B) Secagem com jato de ar. C) Polimerização sistema adesivo.

Grupo 5 – Adper Single Bond 2 com vibração de um protótipo de produto sônico - A dentina foi condicionada, lavada e seca conforme o Grupo 1 (Fig. 6). Após, utilizando um protótipo de produto sônico⁴⁴ patenteado PI1000996-5 (Fig. 13), duas gotas do adesivo foram aplicados no pincel *microbrush* acoplado ao dispositivo (Fig. 14). Foi esfregado o pincel na dentina sob a vibração do protótipo sem água 10 segundos. A dentina foi levemente seca por jato de ar comprimido por 5 segundos para a evaporação do solvente. Esta manobra foi repetida duas vezes consecutivas. Após, o adesivo foi fotoativado por 20 segundos (Fig. 15).

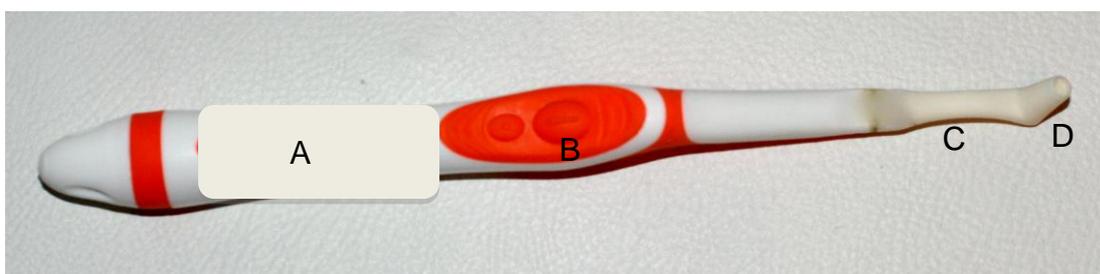


Figura 13. Protótipo Sônico: A) Corpo do protótipo. B) Botão Liga/Desliga. C) Cabeça do protótipo. D) Orifício adaptador.

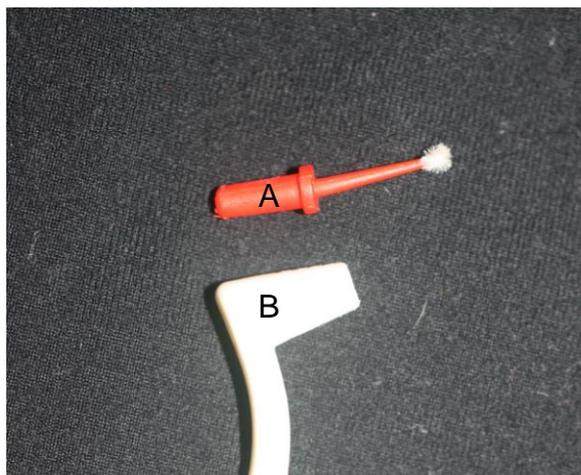


Figura 14. A) Pincel *microbrush*. B) cabeça do protótipo sônico.

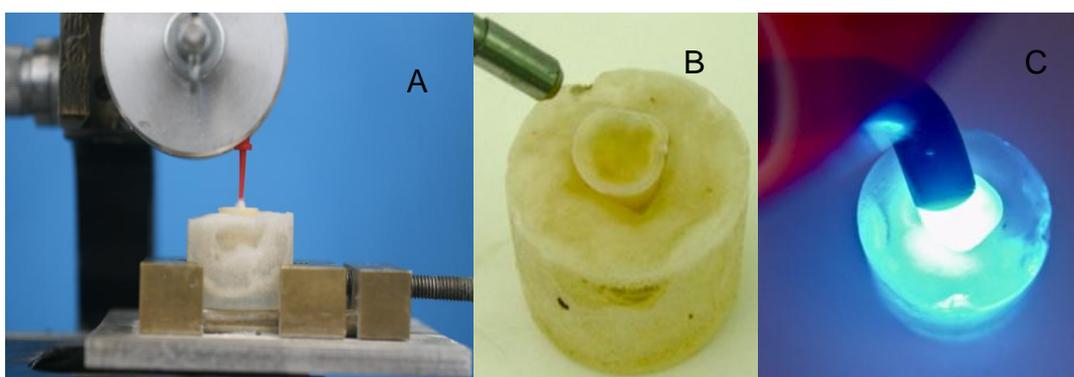


Figura 15. A) Aplicação do Adper Single Bond 2 através de protótipo sônico acoplado ao dispositivo posicionador. B) Secagem com jato de ar. C) Polimerização do sistema adesivo.

Grupo 6 - Clearfill SE Bond com vibração de protótipo de produto sônico - Foi aplicado *primer* ácido no pincel *microbrush* acoplado ao protótipo de produto sônico patenteado⁴⁴ PI1000996-5, esfregando-o sob a vibração sônica por 20 segundos na dentina e seco por um leve jato de ar por 2 segundos. Em seguida, foi aplicado o adesivo, esfregando sob a mesma vibração por 10 segundos, seco por mais 2 segundos, e fotopolimerizado por 20 segundos (Fig. 16).

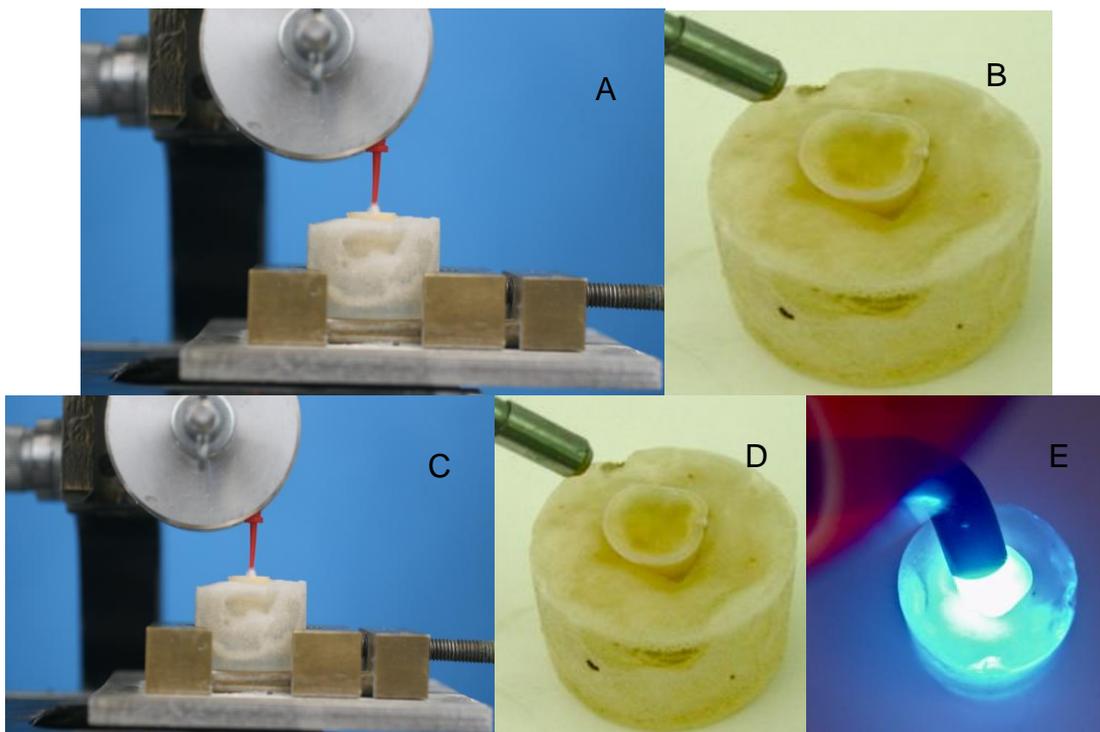


Figura 16. A) Aplicação do *primer* ácido através do protótipo sônico acoplado ao dispositivo posicionador. B) Secagem com jato de ar. C) Aplicação do adesivo com protótipo sônico acoplado ao dispositivo posicionador. D) Secagem com jato de ar. E) Polimerização do sistema adesivo.

Grupo 7 – Adper Single Bond 2 com vibração ultrassônica – A dentina foi condicionada, lavada e seca conforme o Grupo 1 (Fig. 6). Foi utilizado um dispositivo patenteado⁴³ PI0805029-5 para acoplar pincel *microbrush* no aparelho ultrassônico (Dabi Atlante, Ribeirão Preto, SP, BR) (Fig. 17). Assim, duas gotas do adesivo foram aplicadas no pincel *microbrush* acoplado ao aparelho ultrassônico através do dispositivo, esfregando o pincel na dentina sob a vibração do aparelho ultrassônico sem água por 10 segundos. A dentina foi levemente seca por jato de ar comprimido por 5 segundos para a evaporação do solvente. Esta manobra foi realizada duas vezes consecutivas. Após, o adesivo foi fotoativado por 20 segundos (Fig. 18).

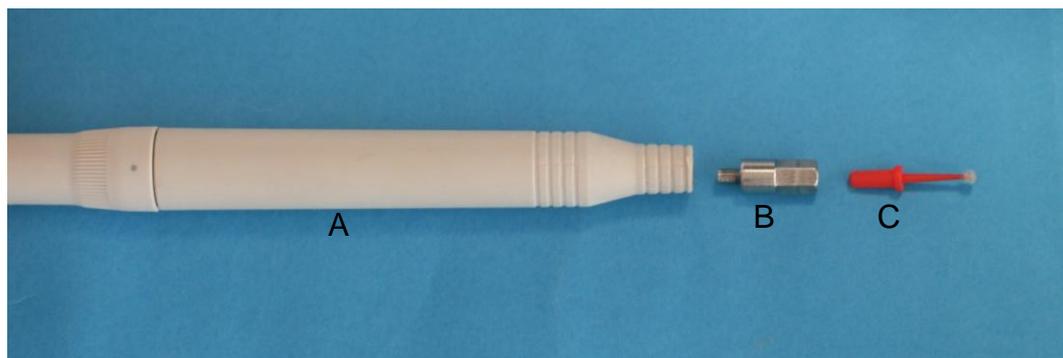


Fig 17 – Dispositivo a ser acoplado no aparelho ultrassônico. A) Aparelho ultrassônico. B) Dispositivo adaptador. C) *Microbrush*.

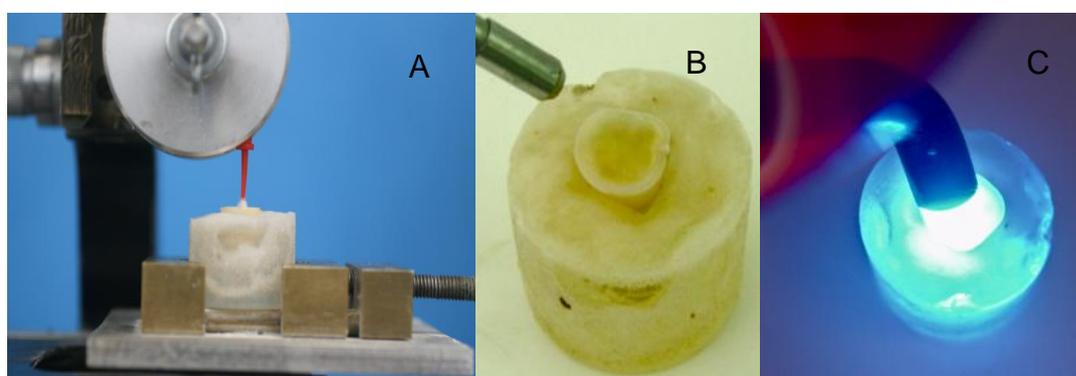


Figura 18. A) Aplicação do Adper Single Bond 2 através de aparelho ultrassônico acoplado ao dispositivo posicionador. B) Secagem com jato de ar. C) Polimerização do sistema adesivo.

Grupo 8 – Clearfill SE Bond com vibração ultrassônica – Foi aplicado *primer* acídico no pincel *microbrush* acoplado ao aparelho ultrassônico, através do dispositivo patenteado⁴³ PI0805029-5, esfregando-o sob a vibração ultrassônica por 20 segundos na dentina e seco por um leve jato de ar por 2 segundos. Em seguida, foi aplicado o adesivo, esfregando sob a mesma vibração por 10 segundos, seco por mais 2 segundos, e fotopolimerizado por 20 segundos (Fig. 19).

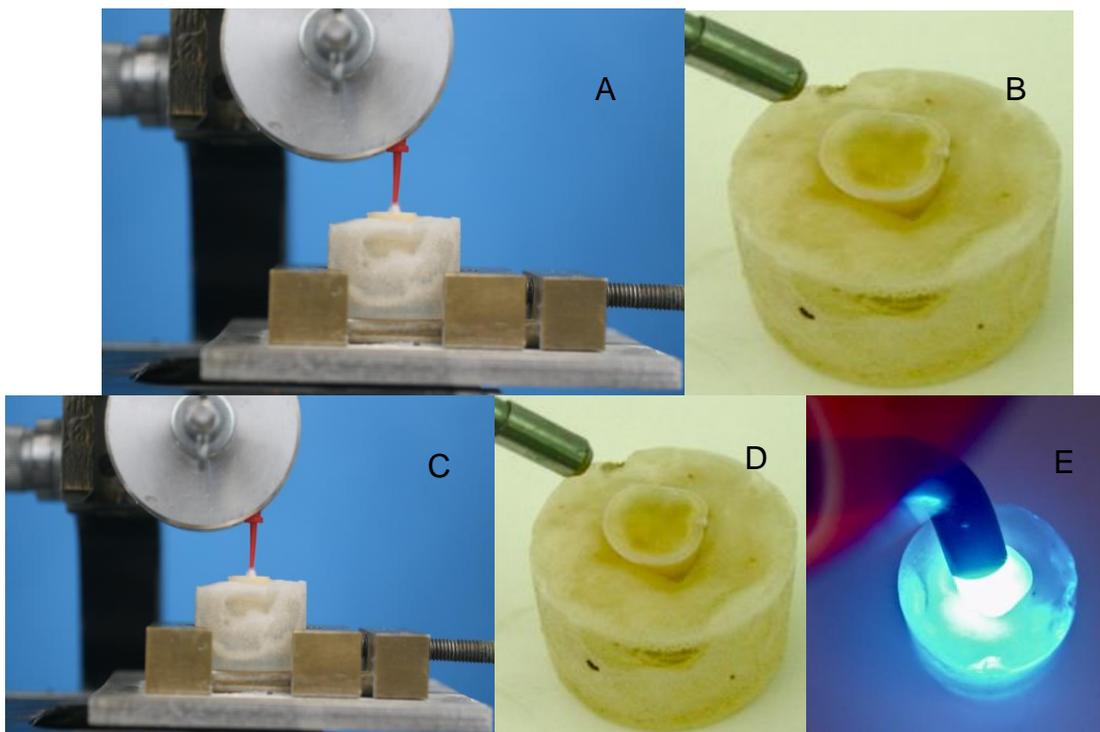


Figura 19. A) Aplicação do *primer* ácido através do aparelho ultrassônico acoplado ao dispositivo posicionador. B) Secagem com jato de ar. C) Aplicação do adesivo com aparelho ultrassônico acoplado ao dispositivo posicionador. D) Secagem com jato de ar. E) Polimerização do sistema adesivo.

4.2.4. Confeção dos blocos de resina composta

Após a técnica adesiva, foi aplicada resina composta charisma A2 (Heraeus Kulzer, South Bend, IN, EUA) em 3 incrementos de aproximadamente 2 milímetros de espessura (Fig. 20), até atingir uma altura de 6mm na região da coroa. Cada incremento foi polimerizado por 20 segundos, conforme orientação do fabricante, por uma unidade de luz halógena XL 3000 (3M-ESPE, Alemanha) a uma intensidade entre 400-420 mW/cm², conferida por um radiômetro analógico (Demetron Kerr Corporation, Orange, CA, EUA).

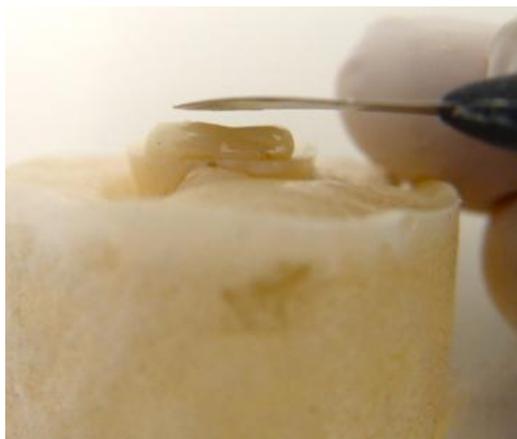


Figura 20. Aplicação de resina composta.

4.2.5. Confeção das barras para microtração

Os cilindros de resina acrílica foram, então, armazenados em água destilada em uma estufa de cultura a 37°C, por 24h, e só então, após este período, cada grupo foram submetidos a cortes seriados em uma máquina de corte (Labcut 1010, Extec, Inglaterra) (Fig. 21) que utiliza um disco diamantado dupla face com 102mm de diâmetro e 0,3mm de espessura (Buehler, Illinois, EUA) a uma velocidade média de 500 rpm e sob constante irrigação de água destilada.



Figura 21. Máquina de corte Labcut 1010.

Foram feitos cortes seriados perpendiculares a interface adesiva, com espessura de aproximadamente 0,8 mm nos sentidos vestibulo-lingual e mésio-distal (Fig. 22). Ao finalizar esta secção, foram obtidos corpos-de-prova com formato de barra (Fig. 23), em média 20 corpos de prova por amostra, constituídos de resina composta, adesivo e dentina, armazenadas em água destilada em uma estufa de cultura a 37°C, também por 24h, e só então, após este período, foram submetidas ao teste de resistência à união por microtração.



Figura 22. Cortes seriados perpendiculares à interface adesiva.



Figura 23. Corpo de prova com formato de barra.

4.3. Ensaio de Resistência à Microtração

4.3.1. Procedimento pré microtração

Previamente ao teste de resistência, os corpos de prova tiveram sua área adesiva mensurada em mm² por um paquímetro digital (Mitutoyo, Suzano, SP, Brasil) (Fig. 24). Cada barra foi afixada individualmente, pelas suas extremidades, ao dispositivo de microtração com adesivo a base de cianocrilato (Super Bonder gel, Locite, São Paulo, SP, Brasil) e um catalisador (Zip Kicker, Pacer, Rancho Cucamonga, CA, EUA). A área adesiva foi posicionada perpendicularmente ao longo eixo da tensão de tração (Fig. 25).



Figura 24. Paquímetro digital.



Figura 25. Área adesiva posicionada perpendicularmente ao longo eixo.

4.3.2. Execução do teste de microtração

A partir da montagem do dispositivo de microtração na máquina universal de ensaios EMIC DL-2000 (EMIC, São José dos Pinhais, PR, Brasil) (Fig. 29) com célula de carga de 50N, foi dado o comando desencadeador da operação por computador através do *software Mtest*, a uma velocidade de carregamento de 0,5 mm/min. Os resultados foram obtidos em Newtons (N) e convertidos em Megapascal (MPa), dividindo o valor máximo em Newton registrado pela área transversal do corpo de prova (mm²) e levados à análise estatística.



Figura 26. Montagem do dispositivo na máquina universal de ensaio.

4.4. Preparo dos corpos de prova para análise em MEV

A montagem dos corpos-de-prova nos dispositivos de fixação amostral (*stubs*) ocorreu como auxílio de uma fita adesiva de cobre dupla face 3M (3M do Brasil, 3M Matriz Sumaré, SP, Brasil) e fita adesiva dupla face 3M, onde permitiu que a região fraturada de cada corpo de prova ficasse voltada para cima.

Posterior à fixação das amostras nos *stubs*, o conjunto foi dessecado no dispositivo a vácuo Primatec modelo 131A (Primatec Ind. E Com. LTDA, Itu, SP) por 7 dias e cobertas com aproximadamente 30nm de espessura de liga ouro/paládio em máquina *Sputter Coater* BAL-TEC SCD 005 (BAL-TEC AG, Liechtenstein, Alemanha). A liga foi depositada nas amostras em um nível de vácuo

de 5×10^{-2} mbar. Após este procedimento, as amostras foram analisadas em microscópio eletrônico de varredura com detector de elétrons secundários Phillips modelo XL30 (Phillips Electron Optics B.V., Eindhoven, Holanda) para determinar o tipo de falha ocorrida em todas as amostras.

4.5. Análise do Padrão de Fratura

As amostras foram analisadas em MEV e observadas em magnificação de 200x ampliando até 2000x para os casos de dúvida.

4.6. Classificação das fraturas

Através dos arquivos de imagem digital MEV, o tipo de falha tem parte de sua conceituação baseada na classificação proposta por Armstrong *et al.* nos seguintes tipos: interfacial (coesiva na base ou topo da camada híbrida, coesiva no adesivo), coesiva em dentina, coesiva em resina composta e mista²¹. A falha tipo mista corresponde à presença de mais de um tipo de falha conceitual citada acima na mesma superfície analisada.

Para a análise das áreas relativas de cada corpo de prova, foi realizada uma grade (4 linhas por 4 colunas) sobre a imagem digital MEV de magnificação variando de 170 a 200x de modo que cada quadrado possibilite determinar o tipo de falha pelo material predominante remanescente (adesivo, resina composta ou dentina), com cada quadrado representando 6,25% de área total da figura (Fig. 27). O registro dos dados individuais de cada falha relativa à área analisada foi transcrito conforme exemplificado na Figura 28.

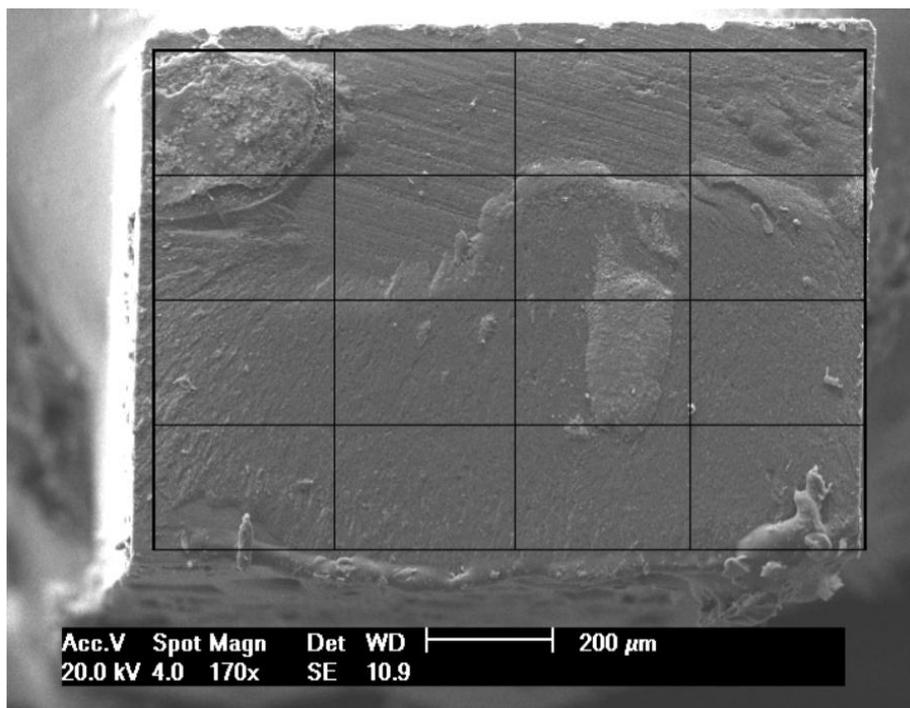


Figura 27. Gradeamento sobre imagem digital em MEV.

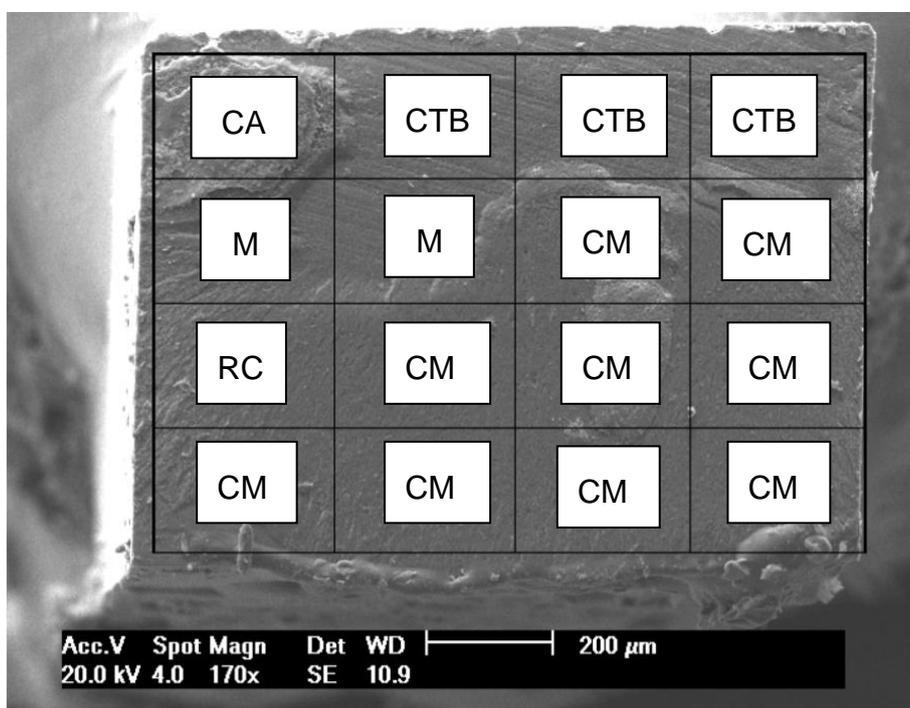


Figura 28. Registro individual de falha. ** **CM** – Falha coesiva em resina composta. **CTB** – Falha interfacial coesiva na base ou topo da camada híbrida. **CA** – Falha interfacial coesiva adesiva. **M** – Falha mista: presença de mais de um tipo de falha. **CD** -Falha coesiva em dentina.

4.7. Análise Estatística dos Dados

A normalidade dos resultados foi verificada através do teste de *Kolmogorov-Smirnov* ($p=0,02$). Em seguida, os dados foram submetidos à ANOVA de duas vias e teste de comparação múltiplo de Tukey, ao nível de significância de 5%, e a fractografia foi feita por porcentagem.

5. RESULTADOS

5.1. Resistência de união à microtração

Houve diferença estatisticamente significativa entre os dados ($p=0,001$) (Tabela 3).

Tabela 3. ANOVA de duas vias

MPa

	Soma dos Quadrados	Graus de liberdade	Quadrado Médio	F	Significância
Entre grupos	15537,52	7	2219,64	25,56	0,001
Dentro dos grupos	13199,34	152	86,83		
Total	28736,86	159			

A fim de comparação entre os grupos, o teste de Tukey foi aplicado e este apresentado na tabela 4.

Tabela 4. Tabela descritiva dos resultados

MPa			
Grupo	Média	n	Desvio Padrão
1 – Adper Single 2 Bond Controle	33,54 ^b	20	10,10
2 – Clearfill SE Bond Controle	22,63 ^c	20	8,51
3 – Clearfill SE Bond Sônico	34,76 ^b	20	11,30
4 – Adper Single Bond 2 Sônico	48,29 ^a	20	16,82
5 – Adper Single Bond 2 Protótipo	21,34 ^c	20	4,48
6 – Clearfill SE Bond Protótipo	16,80 ^c	20	4,96
7 – Adper Single Bond 2 ultrassônico	23,53 ^c	20	6,53
8 – Clearfill SE Bond ultrassônico	19,53 ^c		4,65

*** Médias seguidas por letras distintas apresentam diferenças estatisticamente significantes ao ANOVA/Tukey ($p < 0,05$)

Com base na tabela acima, observa-se que ambos os sistemas adesivos, independente se recebeu condicionamento ácido total ou autocondicionante, que receberam tratamento sônico são estatisticamente significantes quando comparados aos seus Grupos Controles (aplicados de acordo com as especificações do fabricante).

O Grupo 2 (Clearfill Controle) apresentou uma média de 22,63 MPa, enquanto uma média de resistência de união de 34,76 MPa foram registrados após o tratamento com a vibração sônica. O Grupo 1 (Single Bond Controle), que apresentava uma média de 33,54 MPa foram registrados 48,29 MPa após esta mesma metodologia. Assim, quando se é comparada a média para estes grupos em conjuntos homogêneos, conclui-se que os diferentes tratamentos são estatisticamente diferentes entre si com um nível de significância menor de 5%.

O Grupo 2 (Clearfill SE Bond Controle), Grupo 5 (Adper Single Bond 2 Protótipo), Grupo 6 (Clearfill SE Bond Protótipo), Grupo 7 (Adper Single Bond 2 ultrassônico) e Grupo 8 (Clearfill SE Bond ultrassônico), não apresentaram diferenças estatisticamente diferentes entre si. Estes possuem valores menores quando comparados ao Grupo 1 (Adper Single Bond 2 Controle) e os Grupos 3 (Clearfill SE Bond sônico) e Grupo 4 (Adper Single Bond 2 sônico).

O Grupo 1 (Adper Single Bond 2 Controle), Grupos 3 (Clearfill SE Bond sônico) e Grupo 4 (Adper Single Bond 2 sônico) são estatisticamente diferentes em relação ao Grupo 2 (Clearfill Controle), Grupo 5 (Adper Single Bond 2 Protótipo), Grupo 6 (Clearfill SE Bond Protótipo), Grupo 7 (Adper Single Bond 2 ultrassônico) e o Grupo 8 (Clearfill SE Bond ultrassônico), com $p \leq 0,05$.

5.2. Fractografia

Em relação à análise da fractografia, observa-se que os Grupos 1 e 2 (Controle) obtiveram maior falha coesiva na camada híbrida em relação aos demais grupos.

Os Grupos 3 e 4 (que receberam tratamento Sônico), Grupos 5 e 6 (tratamento com protótipo sônico) e os Grupos 7 e 8 (que receberam tratamento ultrassônico) e observaram-se maior falha coesiva em resina. Dados demonstrados na tabela 4.

Tabela 5. Estatística descritiva dos percentuais observados nos padrões de falha para cada grupo

	Grupo 1	Grupo 2	Grupo 3	Grupo 4	Grupo 5	Grupo 6	Grupo 7	Grupo 8
CM	9%	13%	71%	64%	65%	66%	57%	70%
CTB	68%	78%	18%	29%	9%	5%	13%	3%
CA	22%	8%	10%	7%	24%	28%	28%	22%
MISTA	1%	1%	1%	0%	1%	1%	2%	4%
CD	0%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	0%

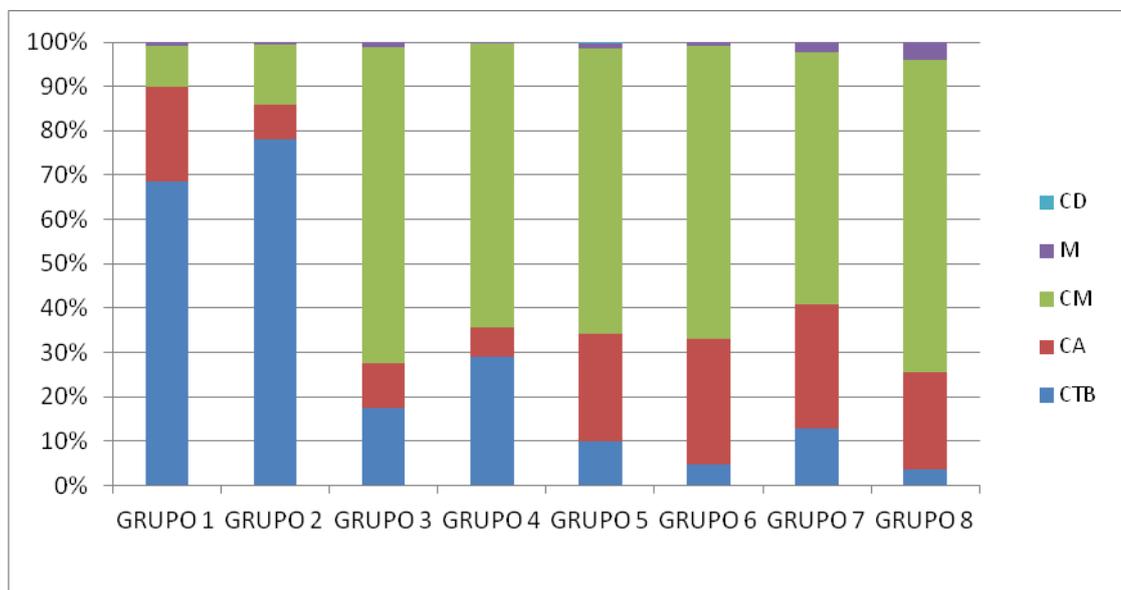
** **CM** – Falha coesiva

em resina composta. **CTB** – Falha interfacial coesiva na base ou topo da camada híbrida. **CA** – Falha interfacial coesiva adesiva. **MISTA** – Presença de mais de um tipo de falha. **CD** -Falha coesiva em dentina.

*** **Grupo 1** – Adper Single Bond Controle. **Grupo 2** – Clearfill SE Bond Controle. **Grupo 3** – Clearfill SE Bond Sônico. **Grupo 4** – Adper Single Bond 2 Sônico. **Grupo 5** – Adper Single Bond Protótipo. **Grupo 6** – Clearfill SE Bond Protótipo. **Grupo 7** – Adper Single Bond 2 ultrassônico. **Grupo 8** – Clearfill SE Bond ultrassônico.

Observa-se, no gráfico 1, grandes diferenças percentuais entre as falhas coesiva em resina (**CM**) e coesiva da camada híbrida (**CTB**) entre os grupos controle e os grupos que receberam tratamento.

Gráfico 1. Diferenças percentuais: Tipo de falha x Grupos



** **CM** – Falha coesiva em resina composta. **CTB** – Falha interfacial coesiva na base ou topo da camada híbrida. **CA** – Falha interfacial coesiva adesiva. **MISTA** – Presença de mais de um tipo de falha. **CD** -Falha coesiva em dentina.

*** **Grupo 1** – Adper Single Bond Controle. **Grupo 2** – Clearfill SE Bond Controle. **Grupo 3** – Clearfill SE Bond Sônico. **Grupo 4** – Adper Single Bond 2 Sônico. **Grupo 5** – Adper Single Bond Protótipo. **Grupo 6** – Clearfill SE Bond Protótipo. **Grupo 7** – Adper Single Bond 2 ultrassônico. **Grupo 8** – Clearfill SE Bond ultrassônico.

6. DISCUSSÃO

O tratamento sônico, quando comparado ao tratamento padronizado pela aplicação sugerida pelo fabricante (controle) e aos demais tratamentos mecanizados que utilizam o ultrassom e o protótipo sônico, promove um aumento significativo de resistência à união do sistema adesivo ao substrato dentinário. Rejeitam-se, assim, parcialmente as hipóteses experimentais, pois os resultados mostraram diferença estatisticamente significativa entre os grupos estudados ($p=0,01$). Logo, o tratamento sônico proposto pelos autores deve ser considerado como uma alternativa à aplicação manual (procedimento padrão) para otimização da resistência de união dos sistemas adesivos.

O método de aplicação dos sistemas adesivos é um dos fatores mais importantes dentre os que interferem na resistência de união^{1, 8-14}. Os fabricantes recomendam a aplicação dinâmica dos sistemas, através da agitação manual do pincel na cavidade, com o objetivo de garantir uma difusão do monômero ambifílico dentinário (HEMA) para dentro das zonas de fibras colágenas e zonas parcialmente desmineralizada. Miyazaki *et al.*¹ sugerem que a resistência de união é maior quando se utiliza a agitação mecânica dos sistemas adesivos de 3º geração estudados, apesar de não conseguir demonstrar diferenças estatisticamente significantes. Os resultados do presente estudo confirmam esta observação no grupo que recebeu tratamento sônico. Foi possível observar um aumento significativo da resistência de união nos sistemas de frasco único e autocondicionantes com diferenças estatisticamente significantes entre os grupos. Uma possível explicação para tal comportamento está nos sistemas adesivos utilizados, que foram distintos entre os trabalhos. Miyazaki utilizou Scotchbond Multiuso e Imperva Bond, que são sistemas adesivos de condicionamento ácido total com *primer* e adesivo em frascos distintos, enquanto no presente estudo foi

utilizado Adper Single Bond 2 e Clearfill SE Bond. Um estudo semelhante de Uno e Finger, 1996, também não demonstraram melhora quando se utilizava a agitação mecânica manual, comparado à ausência de agitação, nos sistemas adesivos Gluma e Gluma 2000, que são sistemas adesivos diferentes e com forma distinta de agitação do utilizado no presente estudo. A evolução nos sistemas adesivos pode por si só responder pelos melhores resultados do presente estudo.

O sistema adesivo Adper Single Bond 2 apresentou melhora significativa na resistência de união quando utilizada a vibração sônica em relação aos controles, indo ao encontro dos resultados obtidos por Kim *et al.*⁹, Lee *et al.*¹² e Gokce *et al.*³⁸, que realizaram a aplicação de vibração ultrassônica nos sistemas adesivos de frasco único e autocondicionante, resultando em aumentada resistência de união e formação de *tags* resinosos mais profundos, com um grande número de ramos laterais. Para futuros estudos, sugere-se análise de microscopia eletrônica de varredura da camada híbrida.

Castro *et al.*¹³ e Finger e Tani¹⁴ relatam que não existe melhora realizando os passos clínicos com agitação dinâmica manual do sistema adesivo. No entanto, a maior parte da literatura concorda que a aplicação dinâmica (com agitação manual) dos sistemas adesivos permite uma maior penetração do *primer* no interior da subsuperfície desmineralizada de esmalte e dentina, aumentando a resistência de união destes^{9,10,36-39}.

Triolo e Swift²⁶ e Swift *et al.*²⁷ sugeriram que a penetração dos adesivos na superfície de dentina condicionada é fundamental para uma maior resistência de união, pois a baixa difusão do monômero resinoso está associada a baixa resistência de união em dentina. Um estudo realizado por Jacobsen e Söderholm²⁸ mostra que o monômero ambifílico (HEMA) a base de acetona possui uma alta resistência de união quando a agitação não é aplicada, pois, quando agitado, ocorreria uma rápida evaporação da acetona, formando uma estrutura gelatinosa que não se difunde tão fácil como uma solução de HEMA diluída. Utilizou-se aqui a vibração sônica por um período de tempo semelhante ao indicado pelo fabricante para agitação dinâmica, não excedendo o tempo de agitação dos sistemas adesivos, diminuindo as chances de evaporação do solvente. Portanto, o uso de

vibração sônica e ultrassônica poderiam ter efeitos deletérios sobre adesivos a base de acetona, promovendo maior volatilização do solvente.

Ambos os grupos que receberam tratamento sônico apresentaram aumento significativo na resistência de união em relação ao grupo controle. Isto pode ser considerado como resultado da vibração sônica, onde os efeitos vibratórios de 6000 Hz de frequência e amplitude de movimento de 0,002 mm do aparelho sônico (SonicBorden) pode ter colaborado para uma otimização na penetração da resina na região de dentina condicionada e intertubular, tendo em vista que os demais passos são iguais entre os grupos. Chappell *et al*²² e Ferrari e Davidson²³ sugerem que a trama interconectada destes *tags* pode ser fundamental para a desenvolvimento de uma resistência de união resina/dentina significativa. A união micromecânica dos materiais restauradores resinosos à superfície dentinária é uma forma segura e efetiva empregada na Odontologia. Entretanto, esta união se mostra difícil, principalmente porque a estrutura histológica da dentina varia muito, dependendo da área a ser analisada^{36,40}. A espessura e a quantidade de mineralização são importantes para se conseguir adesão segundo Pashley *et al*.¹³

O adesivo autocondicionante Clearfill SE Bond é um sistema de agressividade moderada, que preserva tanto a *smear layer* e os *smear plugs*, incorporando-os como parte do processo de hibridização^{24,25}. O grupo controle deste adesivo apresentou resistência de união de 22,63 MPa, que se enquadra nos valores já estabelecidos na literatura^{18,26,32}. Quando se aplica a vibração sônica como forma de ativação do sistema, este valor aumenta, passando a 34,80 MPa, estatisticamente diferente, potencializando a resistência de união. Isto está de acordo com Miyazaki *et al*¹⁰, onde demonstrou-se que a aplicação dinâmica destes tipos de sistemas mostram maiores valores de resistências de união quando comparadas à aplicações inativas. Do mesmo modo, Chan *et al*¹¹ demonstraram que a aplicação dinâmica de diferentes sistemas autocondicionantes produziu valores maiores de resistência de união, formando camadas híbridas mais espessas. Quando se aplicou a vibração ultrassônica e vibração com protótipo sônico a resistência de união diminuiu, passando a 19,53 MPa e 16,80 MPa respectivamente, sem diferenças estatisticamente significativas. Estes resultados

vão contra aos estudos de Kim et al⁰⁹ e Lee et al²³ onde a vibração ultrassônica aumentou significativamente a resistência de união em dentina.

Analisando os grupos controle entre si, observa-se que os grupos Adper Single Bond 2 e Clearfill SE Bond apresentaram diferenças estatisticamente significativas no estudo, como já demonstrado previamente^{18,19,29-33}, onde a resistência de união permaneceu com os resultados semelhantes encontrados na literatura nos diferentes grupos. O grupo que utilizou o sistema Adper Single Bond 2 apresentou valores estatisticamente maiores de resistência de união comparado ao grupo que utilizou o sistema autocondicionante Clearfill SE Bond. Sistemas que recebem tratamento com condicionamento total apresentam maiores valores de resistência de união, quando realizado teste de microtração, do que os sistemas que não utilizam esta técnica^{25,28}. No entanto, neste estudo não houve diferenças significativas ($p < 0,05$) entre os grupos Adper Single Bond 2 controle e Clearfill SE Bond sônico. Logo, o tratamento sônico supera as limitações da falta do condicionamento ácido, sugerindo assim, uma nova perspectiva da união micromecânica em odontologia.

Nakabayashi²⁰ e Pashey²⁵ relataram que se a falha ocorre entre o topo da camada híbrida e a camada de adesivo ou se a falha ocorre dentro da camada híbrida, a dentina ainda permanece selada e protegida, não havendo riscos de desmineralização, invasão bacteriana, sensibilidade dentinária e irritação pulpar [13]. Assim, apesar dos grupos que receberam tratamento ultrassônico e com protótipo sônico apresentarem diminuição na resistência de união, sem diferenças estatisticamente significativa em relação ao controle, estes grupos apresentaram na fractografia maiores fraturas em resina composta. Assim, pode-se sugerir o tratamento mecanizado otimiza a camada híbrida, fazendo com que a fratura ocorra na sua maioria em resina composta, promovendo uma melhoria na longevidade da restauração e na vitalidade da estrutura dentária. Sugere-se, para trabalhos futuros, análise de microscopia eletrônica de varredura da camada híbrida.

Em relação a análise descritiva dos padrões de fratura na microscopia²¹, os grupos controle Adper Single Bond 2 e Clearfill SE Bond obtiveram percentuais maiores de falhas coesiva em camada híbrida, 68% e 78%, respectivamente. Este tipo de falha se ocorrer prematuramente ocasiona recorrência de lesões de cárie,

limitando ainda mais a longevidade clínica de uma restauração, levando ao consequente ciclo restaurador repetitivo. Esse ciclo é acompanhado de um inevitável enfraquecimento dentário e pela desnecessária perda de tecido dental, podendo chegar aos níveis de lesões pulpares ou perda do elemento dental³⁴. Um estudo feito por Braga, Meira e Xavier em 2010, utilizando análise de elemento finito, mostra que as fraturas quebram em média 44% falha adesiva, 31% falha mista e 25% falha coesiva em resina composta ou substrato dentinário. Estes dados diferem dos resultados encontrados neste trabalho⁴⁵.

Os grupos que receberam tratamento sônico (Adper Single Bond 2, 64% e Clearfill SE Bond, 71%), ultrassônico (Adper Single Bond 2, 65% e Clearfill SE Bond, 66%) e com protótipo sônico (Adper Single Bond 2, 57% e Clearfill SE Bond, 70%) tiveram maior percentual de falhas coesivas em resina composta. Esta diferença ocorreu nos diferentes grupos de ambos sistemas adesivos Adper Single Bond 2 e Clearfill SE Bond, demonstrando que a união da camada híbrida foi tão efetiva que esta foi maior do que a coesão da dentina e resina composta. Quando aplicado o tratamento sônico, ultrassônico e com protótipo sônico, a fratura ocorre em resina composta quando o teste de microtração foi realizado. Assim, pode-se concluir que a aplicação dos tratamentos propostos promove uma otimização na camada híbrida nos diferentes sistemas, o que ocasionaria a diminuição de recorrência de lesões de cárie, aumentando a longevidade das restaurações. Esta otimização pode-se dar pela velocidade que o ultrassom exerce na dentina, como relata estudo de Payne, Cartledge e Ferguson, em 1989. Para dentina, o valor significativo da velocidade do ultrassom é de 4050 ± 30 m/s. Moura *et al*³⁴ e Sundfed *et al*³⁵ relatam que a morfologia da interface de união varia de acordo com o tipo de sistema adesivo, onde os sistemas autocondicionantes produzem camadas híbridas mais finas e menores quantidades de *tags* resinosos comparados aos sistemas de condicionamento total. Assim, aumentando a velocidade de penetração dos sistemas adesivos com o ultrassom, sugere-se que se consigam camadas híbridas mais espessas e maiores quantidades de *tags* resinosos. O mesmo pode ser relacionado com a velocidade exercido pela caneta sônica e protótipo sônico.

Para aperfeiçoar a resistência de união em dentina, os diferentes sistemas adesivos devem possuir uma habilidade de se infiltrar à zona

desmineralizada de colágeno.¹⁵ Isso pode ser conseguido não apenas melhorando as qualidades de molhamento do adesivo, mas também pela retenção na malha de colágeno expandida durante a infiltração dos adesivos, sugerindo que esta infiltração possa ser aumentada com a vibração dos tratamentos propostos pelos autores.

A modificação do tipo de aplicação dinâmica dos sistemas adesivos dentários propostos pelos autores sugere uma melhoria nas propriedades clínicas do material, o que pode influenciar de forma significativa na longevidade da restauração dentária e minimizar o risco de infiltração marginal, já que uma verdadeira adesão micro-mecânica poderá ser estabelecida na interface dente/sistema adesivo. Estudo clínico com acompanhamento a médio e longo prazo é o passo seguinte a ser realizado para demonstrar a real eficácia do dispositivo proposto e da técnica em pacientes.

A evolução natural da presente linha de pesquisa consiste na aplicabilidade clínica do presente experimento, através da avaliação dos mesmos parâmetros em pacientes, demonstrando o benefício ou não da aplicação sônica e ultrassônica em condições reais e com influência de outros fatores próprios do paciente. Assim, sugere avaliar a resistência de união em longo prazo, após o envelhecimento da união a fim de observar se existe ou não aumento na resistência de união.

Além disso, o desenvolvimento de produtos com maior acessibilidade econômica causa grande impacto no meio científico, pois contempla aplicações biológicas. O protótipo desenvolvido neste estudo poderá ser difundido na prática odontológica, em diversas áreas da Odontologia.

7. CONCLUSÃO

Conclui-se que a aplicação sônica é um método eficaz para a otimização da resistência de união em dentina. Os sistemas adesivos Adper Single Bond 2 e Clearfill apresentam aumento significativo na resistência de união à microtração ($p < 0,001$). As utilizações do tratamento ultrassônico e do protótipo sônico sugerem melhora na união da camada híbrida, onde se observou que o processo de hibridização foi maior do que a coesão da resina composta. Assim, outros estudos propostos por este trabalho devem ser realizados, para que este novo método possa ser empregado como rotina na prática clínica.

8. PROPOSTA PARA TRABALHOS FUTUROS

A presente linha de pesquisa visa viabilizar a aplicabilidade clínica do presente experimento para a rotina do cirurgião dentista. A avaliação dos mesmos em pacientes demonstraria o real benefício da aplicação sônica e ultrassônica em condições reais, com as influências de outros fatores próprios do paciente. Assim, sugere-se avaliar a resistência de união em longo prazo, após o envelhecimento da união a fim de observar se existe ou não aumento na resistência de união.

9. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. 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.
2. Miyazaki M, Hirohata N, Takagaki K, Onose H, Moore BK. *Influence of self-etching primer drying on enamel bond strength of resin composites*. J Dent. 1999 Mar; 27(3):203-7.
3. Retief DH, Wendt SL, Bradley EL. *Effect os adhesive thickness on the shear Bond strenght of Scotchbond 2/Silux to dentin*. Am J of Dentistry. 1989 Dec; 2(6):341-4.
4. Hilton TJ, Schwartz RS. *The effect of air thinning on dentin adhesive Bond strenght*. Oper Dent. 1995 Jul-Aug;20(4):133-7.
5. Uterbrink GL, Muessner, R. *Influence of light intensity on two restotative systems*. J Dent. 1995 Jun;23(3):183-9
6. Miyazaki M, Hinoura K, Onose H, Moore Bk. *Influence of light intensity on shear Bond strength to dentin*. Am J Dent. 1995 Oct;8(5):245-8.
7. Peutzfeldt A, Asmussen E. *Resin composite properties and energy density of light cure*. J Dent Res. 2005 Jul;84(7):659-62.
8. Uno S, Finger WJ. *Effect of mode of conditioning treatment of efficacy of dentin bonding*. Oper Dent. 1996 Jan-Feb;21(1):31-5.
9. Kim JW, Jang KT, Lee SH, Kim CC, Hahn SH. *Effect of ultrasonic vibration on resin-dentin bonding: SEM study*. J Dent Res. 2002;81:A-248 (Abstr 1905).

10. Miyazaki H, Hinoura K, Honjo G, Onose H. *Effect of self-etching primer application method on enamel bond strength*. Am J Dent. 2002 Dec;15(6):412-6.
11. Chan KM, Tay FR, King NM, Imazato S, Pashey DH. *Bonding of mild self-etching primers/adhesives to dentin with thick smear layers*. Am J Dent. 2003 Oct;16(5):340-6.
12. Lee J, Jang KT, Kim JW, Lee SH, Hahn SH, Kim CC. *Effect of ultrasonic vibration on dentin bond strength and resin infiltration*. Am J Dent. 2003 Dec;16(6):404-8.
13. Castro PS, Nunes MF, Pereira PNR. *Effect of application mode of self-etching primers on dentin bond strength*. J Dent Res. 2002;81:A-161 (Abstr 1146).
14. Finger WJ, Tani C. *Effect of application mode on bonding performance of self-etching adhesives*. Am J Dent. 2005 Feb;18(1):41-4.
15. Kanca J. *One step bond strength to enamel and dentin*. Am J Dent. 1997 Feb;10(1):5-8.
16. Vargas MA, Cobb DS, Denehy GE. *Interfacial micromorphology and shear bond strength of single-bottle primer/adhesives*. Dent Mater. 1997 Sep;13(5):316-24.
17. Nakabayashi N, Nakamura N, Yasuda N. *Hybrid layer as dentin bonding mechanism*. J Esthet Dent. 1991. Jul-Aug;3(4):133-8.
18. Fritz UB, Diedrich P, Finger WJ. *Self-etching primers: An alternative to the conventional acid etch technique?* J Orofac Orthop. 2001 May;62(3):238-45.
19. Kiremitçi A, Yalçın F, Gökalp S. *Bonding to enamel and dentin using self-etching adhesive systems*. Quintessence Int. 2004 May;35(5):367-70.
20. Nakabayashi N, Nakamura N, Yashuda N. *Hybrid layer as dentin bonding mechanism*. J Esthet Dent. 1991 Jul-Aug;3(4):133-8.

21. Armstrong SR, Keller JC, Boyer DB. *Mode of failure in the dentin-adhesive resin-resin composite bonded joint as determined by strength-based (μ TBS) and fracture-based (CNSB) mechanical testing.* Dent Mater. 2001 May;17(3):201-10.
22. Chappell RP, Cobb CM, Spencer P, Eick JD. *Dentinal tubule anastomosis: A potential factor in adhesive bonding?* J Prosthet Dent. 1994 Aug;72(2):183-8.
23. Ferrari M, Davidson CL. *In vivo resin-dentin interdiffusion and tag formation with lateral branches of two adhesives systems.* J Prosthet Dent. 1996 Sep;76(3):250-3.
24. Tay FR, Pashley DH. *Aggressiveness of contemporary self-etching adhesives. Part I: Depth of penetration beyond dentin smear layers.* Dent Mater. 2001 Jul;17(4):296-308.
25. Pashley DH, Tay FR. *Aggressiveness of contemporary self-etching adhesives. Part II: etching effects on unground enamel.* Dent Mater. 2001 Jul;17(5):430-44.
26. Swift EJ, Wilder AD Jr, May KN Jr, Waddell SL. *Shear bond strengths of one bottle dentin adhesives using multiple applications.* Oper Dent. 1997 Sep-Oct;22(5):194-9.
27. Triolo PT Jr, Swift EJ Jr. *Shear bond strength of ten dentin adhesives systems.* Dent Mater. 1992 Nov;8(6):370-4.
28. Jacobsen T, Söderholm KJ. *Effect of primer solvent, primer agitation and dentin dryness on the shear bond strength to dentin.* Am J Dent. 1998 Oct;11(5):225-8.
29. Dias WR, Pereira PN, Swift EJ Jr. *Effect of surface preparation on microtensile bond strength of three adhesive systems to bovine enamel.* J Adhes Dent. 2004 Winter;6(4):279-85.

30. Soares FZ, Rocha RO, Raggio DP, Sadek FT, Cardoso PE. *Microtensile bond strength of different adhesive systems to primary and permanent dentin*. *Pediatric Dent*. 2005 Nov-Dec;27(6):457-62.
31. Cavalcante LM, Erhardt MC, Bedran AK, Pimenta LA, Ambrosano GM. *Influence of different tests used to measure the bond strength to dentin of two adhesive systems*. *Am J Dent*. 2006 Feb;19(1):37-40.
32. Proença JP, Polido M, Osorio E, Erhardt MC, Aguilera FS, Garcia F, Osorio R, Toledan M. *Dentin regional bond strength of self-etch and total-etch adhesive systems*. *Dent Mater*. 2007 Dec;23(12):1542-8.
33. Cavalcanti AN, Mitsui FH, Ambrosano GM, Mathias P, Marchi GM. *Dentin bonding on different walls of class II preparation*. *J Adhes Dent*. 2008 Feb;10(1):17-23.
34. Moura SK, Santos JF, Ballester RY. *Morphological characterization of the tooth/adhesive interface*. *Braz Dent J*. 2006;17(3):179-85.
35. Sundfed RH, Valentino TA, de Alexandre RS, Briso AL, Sundefeld ML. *Hybrid layer thickness and resin tag length of self-etching adhesive bonded to sound dentin*. *J Dent*. 2005 Sep;33(8):675-81.
36. Villela-Rosa AC, Gonçalves M, Orsi IA, Miani PK. *Shear bond strength of self-etch and total-etch bonding systems at different dentin depths*. *Braz Oral Res*. 2011. Mar-Apr; 25(2): 109-15.
37. Tewari S, Goel A. *Effect of placement agitation and drying time on dentin shear bond strength: an in vivo study*. *Oper Dent*. 2009. Sep-Oct;34(5):524-30.
38. Gokce K, Aykor A, Ersoy M, Ozel E, Soyman M. *Effect of phosphoric acid etching and self-etching primer application methods on dentinal shear bond strength*. *J Adhes Dent*. 2008. Oct;10(5):345-9.

39. Ando S, Watanabe T, Tsubota K, Yoshida T, Irokawa A, Takamizawa T, Kurokawa H, Miyazaki M. *Effect of adhesive application methods on bond strength to bovine enamel*. J Oral Sci. 2008 Jun;50(2):181-6.
40. 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.
41. Caneppele TM, Torres CR, Sasaki A, Valdetaro F, Fernandes RS, Prieto de Freitas C, Batista GR. *Effects of surface hydration state and application method on the bond strength of self-etching adhesives to cut enamel*. J Adhes Dent. 2012 Feb;14(1):25-30.
42. Payne PA, Cartledge NA, Ferguson MW. *Determination of ultrasonic velocity in human enamel and dentin*. Arch Oral Biol. 1989;34(5):341-5.
43. Cavazzola FDCM, Oshima HMS, Burnett LH, Mota EG. União Brasileira de Educação e Assistência – Mantenedora da PUCRS. Int. Cl.: A61K 6/00 A61C 13/225 A61C 8/00 A61B 8/00 A61N 7/00. Dispositivo e processo de aplicação de materiais odontológicos. BR. Pat. PI0805029-5, 27 de ago de 2010. 1p.
44. Cavazzola FDCM, Oshima HMS, Burnett LH, Mota EG. União Brasileira de Educação e Assistência – Mantenedora da PUCRS. Int. Cl.: A61C 1/07. Dispositivo e processo de aplicação de materiais odontológicos. BR. Pat. PI1000996-5, 29 de Nov de 2011. 1p.
45. Braga R, Meira JBC, Boaro LC, Xavier TA. . Adhesion to tooth structure: A critical review of macro test methods. Dental Materials. 2010;26(2):38-49.

10. ANEXOS

10.1. Carta CEP



Pontifícia Universidade Católica do Rio Grande do Sul
PRÓ-REITORIA DE PESQUISA E PÓS-GRADUAÇÃO
COMITÊ DE ÉTICA EM PESQUISA

OF.CEP-698/10

Porto Alegre, 15 de julho de 2010.

Senhor Pesquisador,

O Comitê de Ética em Pesquisa da PUCRS apreciou e aprovou seu protocolo de pesquisa registro CEP 10/05026 intitulado "**Efeito da vibração sônica e ultra-sônica em um adesivo a base de condicionamento ácido total e um adesivo autocondicionante na resistência de união em dentina**".

Salientamos que seu estudo pode ser iniciado a partir desta data.

Os relatórios parciais e finais deverão ser encaminhados a este CEP.

Atenciosamente,

10.2. Carta CEFO

 *Comissão Científica e de Ética
Faculdade da Odontologia da PUCRS*

Porto Alegre 29 de dezembro de 2009

O Projeto de: Tese

Protocolado sob n°: 0064/09

Intitulado: Efeito da vibração sônica e ultra-sônica em um adesivo a base de condicionamento ácido total e um adesivo autocondicionante na resistência de união em dentina

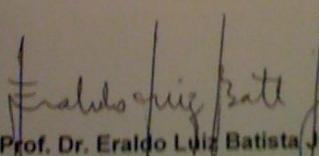
Pesquisador Responsável: Prof. Dr. Eduardo Gonçalves Mota

Pesquisadores Associados: Fernanda de Cassia Mortari Cavazzola, Paula Mortari, Priscila K. Mallmann Martins

Nível: Doutorado

Foi *aprovado* pela Comissão Científica e de Ética da Faculdade de Odontologia da PUCRS em 23 de dezembro de 2009.

Este projeto deverá ser imediatamente encaminhado ao CEP/PUCRS


Prof. Dr. Eraldo Luiz Batista Júnior
Presidente da Comissão Científica e de Ética da
Faculdade de Odontologia da PUCRS

Av. Ipiranga, 6681, Prédio 06 sala 209
Porto Alegre /RS - Brasil - Cx. Postal 1429
90619-900

Fone/Fax: (51) 3320-3538
e-mail: odontologia-pe@pucrs.br

10.3. Artigo

Effect of sonic and ultrasonic vibration of a self-etching *primer* and single bottle system on the micro-tensile bond strength in dentin

Fernanda de C. M. Cavazzola, DDS, MDS, Post-Graduate Program in Dentistry, Dental School, Pontifical Catholic University of Rio Grande do Sul, PUCRS

Adress: Rua Montenegro 163/802, Porto Alegre, RS, Brazil. Zip Code: 90460-160.

Phone 5555133887946. fermortari@gmail.com

Eduardo Gonçalves Mota, DDS, MDS, PhD, Clinical Department, Post-Graduate Program in Dentistry, Dental School, Pontifical Catholic University of Rio Grande do Sul, PUCRS

Adress: Av. Ipiranga, 6681, Porto Alegre, RS, Brazil. Zip Code: 90619-900. Phone

555133203500. eduardo.mota@pucrs.br

Corresponding author:

Fernanda de C. M. Cavazzola

Adress: Antônio Carlos Berta 475/605, Porto Alegre, RS, Brazil. Zip Code: 90460-

160. Phone 5555133881028. fermortari@gmail.com

Abstract

Purpose: Investigate the influence of bonding systems application activated through a sonic and ultrasonic vibration and a sonic prototype on micro-tensile bond strength in dentin. *Materials and Methods:* Twenty-four extracted caries-free intact human molar teeth were embedded in a self-cured acrylic resin. Each adhesive system (self-etching *primer* and a single bottle total etch) was applied according to the manufacturer's instructions. Then, the groups were classified according to the type and method of application of bonding systems. After the adhesive technique, resin composite was condensed and light-cured for 20s. Afterwards, all specimens were completely included in a self-cured acrylic resin to stabilize the restorative material and the adhesive interface for the serial sections in a cutting machine. These cylinders were stored in distilled water at room temperature 37°C for 24h. The specimens were stressed in the interface between the composite and the dental surface until fracture occurred. The values were recorded in MPa, and submitted to statistical analysis. Data were submitted to Kolmogorov-Smirnov normality test. Two-way ANOVA and Tukey's Test for pairwise multiple comparisons were used ($p < 0.05$). The failure modes were recorded in percentages. *Results:* The micro tensile bond strengths with sonic vibration were higher than the other groups, showing statistically significant differences. The sonic, ultrasonic and prototype group had more cohesive failure in resin compared to the control group, which had more cohesive failures of the hybrid layer. *Conclusion:* The application with a sonic vibration is an effective method for the optimization of bond strength in dentin.

Key-words: micro-tensile bond strength, adhesive systems, dentin

Introduction

The demand for esthetic dental materials has generated the development of many bonding systems that provide bonding ability both to enamel and dentin, with a lower number of clinical steps. The clinical success of adhesive systems depends on technical sensitive factors, such as air blowing the ambiphilic monomer on the surface of dentin^{1,2}, the thickness of the bonding agents^{3,4}, the light intensity of curing unit⁵⁻⁷, and the application method of bonding systems^{1, 8-14}.

Single bottle systems represent a clinical advance over previous systems because it combines the ambiphilic monomer (HEMA) and the hydrophobic resin monomer (BIS-GMA) in the same bottle, reducing the components and steps, allowing a similar treatment of enamel and dentin simultaneously¹⁵. These type of systems show similar shear bond strength and hybrid layer to those found in conventional three-component adhesive systems¹⁶.

Most of self-etching *primer* adhesives are two-component systems, with a self-etching *primer* solution and a bonding resin. For many self-etching products the two components are mixed before being applied to the tooth surface. The advantage of this system is that it is not rinsed off, in contrast to conventional etchants, such as phosphoric acid. So, these systems are generally less technique sensitive compared with systems that use separate conditioning and rinsing steps, preventing the collapse of collagen fibers, where the dentin is simultaneously demineralized and polymerized in situ¹⁷.

Fritz et al¹⁸ and Kitemitçi et al¹⁹ reported similar bond strength in both systems: Single Bond and Clearfill SE Bond®. The clinical protocol of these bonding systems, according to the manufacturer's recommendations, is the active application, rubbing the dentin with a soaked brush. The active application might better disperse or dissolve the smear layer due to increase diffusion at the interface¹⁴. Nakabayashi²⁰ defined that the dentin bonding mechanism is primarily micromechanical, as the result of infiltration of the resin into tooth structure.

Active application of bonding systems has generated apparent conflict between the manufacture's instruction and the poor access to some cavities, which may make it impossible to do so. Though the application of bonding systems plays an important role in getting good bond strength, the influence of the application mode is controversial. The purpose of this study was to investigate the influence of bonding systems application activated through the vibration of a sonic device on shear bond strength in dentin. The null hypothesis of this study is that the sonic, ultrasonic and prototype vibration has no effect on the micro-tensile bond strength in dentin.

Materials and Methods

Twenty-four extracted caries-free intact human molars teeth were utilized in this study. The teeth were supplied by the teeth's bank of the University of Dentistry of PUCRS and divided randomly into 8 groups. The groups were classified according to the type and method of application of bonding systems. The materials used are presented in table 1.

Table 1 – Materials, composition and batch numbers.

Material	Composition*
Adper Single Bond 2 3M/ESPE, St. Paul, MN, EUA Batch# 7MG	ethanol, water, hydroxyethyl methacrylate (HEMA), polyalkenoic acid copolymer, bisphenol glycidylmethacrylate (Bis-GMA) and a photoinitiator.
ClearFil SE Bond LB. KURAKAY Co. Osaka, Japan. <i>Primer</i> Batch # 00760 ^A Bond Batch # 01094-A	<i>Primer</i> : MDP, HEMA, dimethacrylate monomer, water, catalyst Bond : MDP, HEMA, dimethacrylate monomer, microfiller, catalyst
Charism A2 Heraeus Kulzer, South Bend, IN, EUA Batch #6MD	Microhibrid composite resin
Acid etch 3M/ESPE, St. Paul, MN, EUA Batch # 6NP	Phosphoric Acid etching gel 37%

Each tooth was embedded in a self-cured acrylic resin (Clássico, São Paulo, SP, Brazil), using a 30mm diameter cylindrical ring as a mold, where the root was immersed in the acrylic resin.

Each specimen was fixed to a metallic support of an Isomet low-speed saw DPU-10 (Panambra, São Paulo, SP, Brasil). The samples were subsequently polished with wet #220, and #600-grit abrasive papers. The enamel was removed, preparing a smooth surface of dentin. Then, each adhesive system was applied according to the manufacturer's instructions.

Group 1 - Adper Single Bond 2 control - The dentin was etched for 15 seconds with 37% phosphoric acid, rinsed with water for 15 seconds and dried with cotton pellets. Two coats of Single Bond were applied with a saturated brush for 10 seconds. The dentin was gently air-dried with oil-free compressed air for 5 seconds to evaporate the solvent and light-cured for 10 seconds.

Group 2 - Clearfill SE Bond control – The dentin was primed with a brush for 20 seconds, gently air-dried with oil-free compressed air for 2 seconds, bond application for 20 seconds, dried for another 2 seconds and light-cured for 10 seconds.

Group 3 - Clearfill SE Bond with sonic vibration - Using a brush attached to sonic equipment (Kavo SonicBorden, Kavo do Brasil, Joinville, SC. BR), the dentin was priming through the sonic vibration without water for 20 seconds, gently air-dried with oil-free compressed air for 2 seconds. At the same way, the adhesive was applied with the same vibration, gently air-dried with oil-free compressed air for 2 seconds and polymerized for 10 seconds.

Group 4 - Adper Single Bond 2 with sonic vibration - The dentin was etched, rinsed and dried as the same way as with group 1. Two coats of Single Bond were applied in a brush attached to sonic equipment. This was activated through the sonic vibration for 10 seconds without water. After, the adhesive was light-cured for 10 seconds.

Group 5 - Adper Single Bond 2 with prototype vibration - The dentin was etched, rinsed and dried as the same way as with group 1. Two coats of Single Bond were applied in a brush attached to the prototype equipment. This application was activated through the prototype vibration for 10 seconds without water. After, the adhesive was light-cured for 10 seconds.

Group 6 - Clearfill SE Bond with prototype vibration - Using a brush attached to the prototype equipment, the dentin was priming through the prototype vibration without water for 20 seconds, gently air-dried with oil-free compressed air for 2 seconds. At the same way, the adhesive was applied with the same vibration, gently air-dried with oil-free compressed air for 2 seconds and polymerized for 10 seconds.

Group 7 - Adper Single Bond 2 with ultrasonic vibration - The dentin was etched, rinsed and dried as the same way as with group 1. Two coats of Single Bond were applied in a brush attached to ultrasonic equipment (Dabi Atlante, Ribeirão Preto, SP, BR). This application was activated through the ultrasonic vibration for 10 seconds without water. After, the adhesive was light-cured for 10 seconds.

Group 8 - Clearfill SE Bond with ultrasonic vibration - Using a brush attached to ultrasonic equipment, the dentin was priming through ultrasonic vibration without water for 20 seconds, gently air-dried with oil-free compressed air for 2 seconds. At the same way, the adhesive was applied with the same vibration, gently air-dried with oil-free compressed air for 2 seconds and polymerized for 10 seconds.

After the adhesive technique, the surface was filled with resin composite (Z250, 3M / ESPE, St. Paul, MN, USA) in 3 increments of approximately 2 mm. Each increment was light-cured for 20 seconds, using a visible-light curing unit XL 3000 (3M-ESPE, Germany) at an intensity of 400-420 mW / cm², given for a analog radiometer (Demetron Kerr Corporation, Orange, CA, USA). Afterwards, all specimens were again repositioned at the cylindrical ring of 30mm diameter and the restorative material was completely included in a cold-cured acrylic resin to stabilize

the restorative material and the adhesive interface for the serial sections. After that, these cylinders were stored in distilled water at room temperature (Fanem, model 002CB, São Paulo, SP, Brazil) at 37 ° C for 24 hours.

After 24 hours, each group was subjected to serial sections in a cutting machine (Labcut 1010, Extec, England) using a diamond double-sided disc with 102mm diameter and 0.3mm thick (Buehler, Illinois, USA) at an average speed of 500 rpm, under constant irrigation with distilled water. Serial sections were made perpendicular to adhesive interface, with a thickness of approximately 0.8 mm in the bucal-lingual directions and mesial-distal, which were measured in mm² with a digital caliper (Mitutoyo, Suzano, SP, Brazil). For each group were prepared 21 specimens for micro-tensile bond strength testing. After that, the bond strength were measured using a universal testing machine EMIC DL-2000 (EMIC, São José dos Pinhais, PR, Brazil) with load cell of 500N, and a 0.5mm/min cross-head speed. The specimens were stressed by the machine at the interface between the composite and the dental surface until fracture occurred. The values were recorded in MPa, and sent to statistical analysis.

After this test, each individual bar was named for identification purposes in scanning electron microscope (SEM) to determine the failure mode between dentin-adhesive resins. For processing and analysis of these data was used the software SPSS (Statistical Package for the Social Science) version 10.0 (SPSS, Chicago, IL, USA).

SEM examination

The specimens were analyzed in SEM (Philips Electron Optics B.V., Eindhoven, Holand) and observed at 200x magnification, increasing to 2000x in cases of doubt. It was performed a morphological examination through the digital image files from SEM. The image was sheared into 4 rows by 4 columns, where each square represented 6.25% of total area of the figure (Figure 1). The failure areas conceptualization were based on the classification proposed by Armstrong²¹ on the following types: interfacial cohesive on base or top of the hybrid layer, cohesive in the adhesive, cohesive in dentin, cohesive in composite resin and mixed. The mixed failure mode corresponds to the presence of more than one mode of conceptual failure in the same surface analyzed. Representative locations as used in data recording during SEM fractographic analysis are demonstrated in Fig. 1.

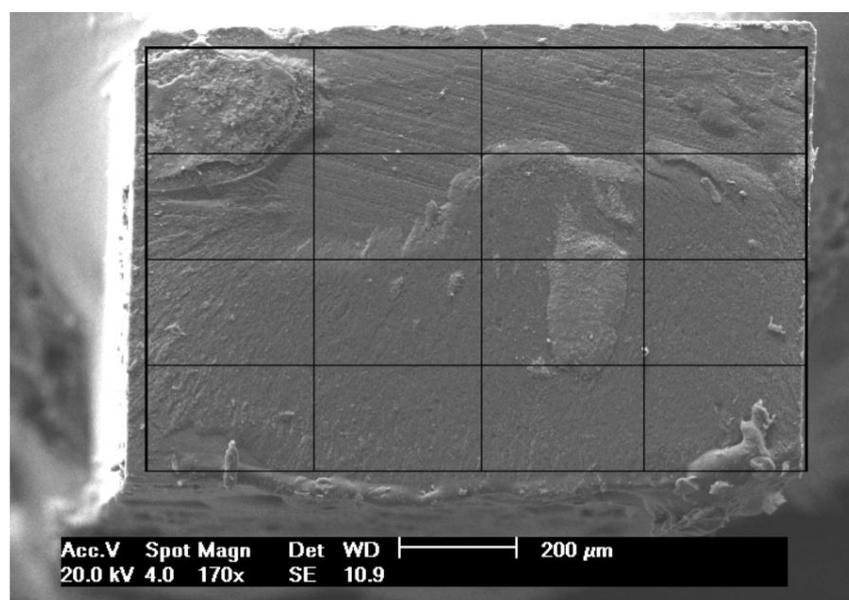


Figure 1- Representative locations in data recording during SEM fractographic analysis.

Data were submitted to the verification test of normality with Kolmogorov-Smirnov. Two-way ANOVA and Tukey's Test for pairwise multiple comparisons were used for statistical analysis of the data ($p < 0.05$). The failure modes were recorded in percentage.

Results

The Kolmogorov-Smirnov test showed normality. All results were considered significant at a level of 5% ($p \leq 0.05$). Two-way ANOVA shows that the interaction between groups and within each group is significant ($p = 0.001$). This result is shown in Table 2.

MPa

	Sum of Squares	df	Mean Square	F	Sig.
Between Groups	15537,52	7	2219,64	25,56	0,001
Within Groups	13199,34	152	86,83		
Total	28736,86	159			

Table 2: Two-way ANOVA.

The results of the micro-tensile bond strength are shown in Table 3.

MPa

Group	Mean Difference	n	Standard Deviation
1 – Adper Single 2 Bond Control	33,54 ^b	20	10,10
2 – Clearfill SE Bond Control	22,63 ^c	20	8,51
3 – Clearfill SE Bond Sonic	34,76 ^b	20	11,30
4 – Adper Single Bond 2 Sonic	48,29 ^a	20	16,82
5 – Adper Single Bond 2 Prototype	21,34 ^c	20	4,48
6 – Clearfill SE Bond Prototype	16,80 ^c	20	4,96
7 – Adper Single Bond 2 ultrasonic	23,53 ^c	20	6,53
8 – Clearfill SE Bond ultrasonic	19,53 ^c	20	4,65

Table 3 – Shear Bond strength results. The mean difference is significant at the .05 level.

The bond strengths with sonic application were higher than the other groups. There were significant differences between the means for the two application procedures, with a significance level of $p < 0.05$. Group 3 (Clearfill control) showed shear bond strengths of 22.63 MPa, while 34.76 MPa were recorded after treatment

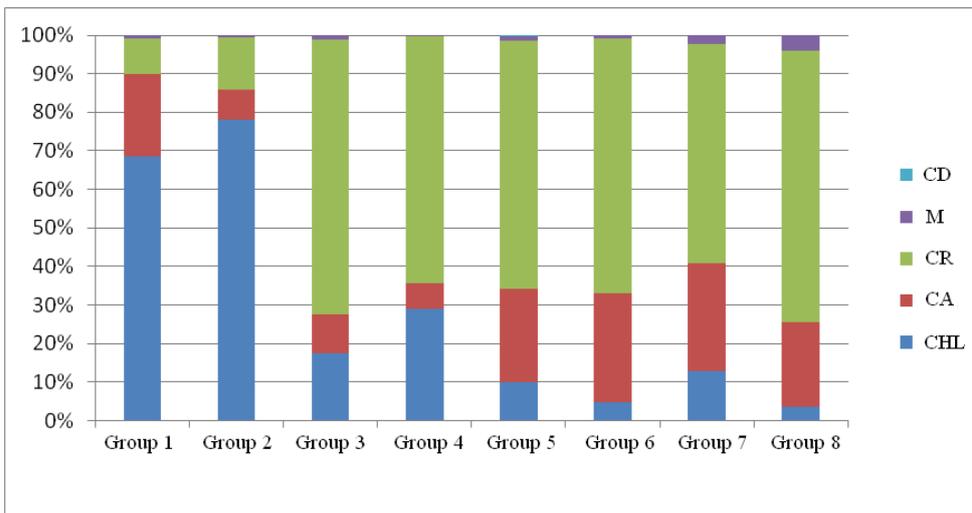
with sonic vibration. Group 1 (Single Bond control), which had a bond strength of 33.54 MPa showed 48.29 MPa after the same methodology. The bond strength of each control bonding system was lower than the groups that received the sonic treatment. The results of SEM observation are displayed in Table 4.

	Group 1	Group 2	Group 3	Group 4	Group 5	Group 6	Group 7	Group 8
CR	9%	13%	71%	64%	65%	66%	57%	70%
CHL	68%	78%	18%	29%	9%	5%	13%	3%
CA	22%	8%	10%	7%	24%	28%	28%	22%
M	1%	1%	1%	0%	1%	1%	2%	4%
CD	0%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	0%

Table 4 - Results of SEM observation.

** *CHL* (interfacial cohesive on base or top of the hybrid layer), *CA* (cohesive in the adhesive), *CD* (cohesive in dentin) *CR* (cohesive in composite resin) *M* (mixed).

The failure mode were as follow: the control groups (group 1 e group 2) had more interfacial cohesive failures at the hybrid layer, and the groups that received the sonic, ultrasonic and prototype vibration showed more cohesive failure in composite resin. These results are presented in graphic 1.



Graphic 1 – Failures modes in percentage.

* *CHL (interfacial cohesive on base or top of the hybrid layer), CA (cohesive in the adhesive), CD (cohesive in dentin) CR (cohesive in composite resin) M (mixed).*

** **Group 1** – Adper Single Bond Control. **Group 2** – Clearfill SE Bond Control. **Group 3** – Clearfill SE Bond Sonic. **Group 4** – Adper Single Bond 2 Sonic. **Group 5** – Adper Single Bond Prototype. **Group 6** – Clearfill SE Bond Prototype. **Group 7** – Adper Single Bond 2 ultrasonic. **Group 8** – Clearfill SE Bond ultrasonic.

Discussion

The sonic treatment, when compared to standard treatment by application suggested by the manufacturer (control) and the other treatments that use mechanized ultrasonic and sonic prototype, promotes a significant increase in resistance to the union of the adhesive system to dentin. Reject the null hypotheses, because the results showed a statistically significant difference between groups ($p = 0.01$). Therefore, the sonic treatment is proposed by the authors to be considered as

an alternative to manual application (standard procedure) for optimum bond strength of adhesive systems.

The application mode of adhesives systems is one of the factors involved in the micro-tensile bond strength in dentin^{1, 8-14}. Some manufacturers recommend agitating the *primer* on the dentin surface before the bonding agent application, rubbing the brush in the cavity to ensure the diffusion of the amphiphilic monomer (HEMA) into areas collagen-rich and into partially demineralized zone. Miyazaki et al¹ suggests that the shear bond strength is higher using a dynamic application on 3rd generation adhesive systems. However, no significant differences were observed between the two types of *primer* application procedures. The results of this study confirm these findings partially. It was observed a significant increase on the shear bond strength in one-bottle systems and self-etching *primer* with statistically significant differences between groups. A possible explanation for this behavior was that Miyazaki used Scotchbond Multi purpose and Imperva Bond, while this study used Single Bond and Clearfill SE Bond. A similar study of Uno and Finger, 1996, also showed no improvement using the dynamic application of the adhesives systems on Gluma and Gluma 2000 (Bayer, Leverkusen, Germany), which are adhesive systems with different and distinct form of agitation used in this study.

Castro et al¹³ and Finger and Tani¹⁴ report that there is no improvement with the dynamic manual application of the adhesive system, in disagreement with the results obtained in this study, where the dynamic application was done by the vibration of the sonic, ultrasonic and prototype device. The dynamic application may help to ensure the penetration of the *primer* into subsurface enamel and dentin substrate, increasing the bond strength^{9, 10}.

The Single Bond system also showed significant improvement in bond strength when used with the sonic vibration. The results go through the results obtained by Kim et al.⁹ and Lee et al.¹², who performed the application with an ultrasonic vibration in one-bottle and self-etching *primers* systems, resulting in an increase of the micro-tensile bond strength and the formation of deeper resin tags, with a large number of branches. Triolo and Swift²⁶ and Swift et al.²⁷ suggested that the penetration of adhesive into the etched dentin surface is crucial for achieving a high dentin bonding strength, because a lower monomer resin diffusion is associated with a weak dentin bond strength. Jacobsen and Söderholm²⁸ found that there was no difference between an acetone-based *primer* applied to a wet dentin using agitation and a water-based *primer* applied to either dry or wet surfaces using agitation. However, agitation decreases the bond strength for an acetone-based *primer*. They suggest that this is related to the faster evaporation of the solvent, as a result of agitation. This forms a gelatinous HEMA structure that does not spread as easily as a diluted solution of HEMA. That is the reason why this study used the sonic, ultrasonic and prototype vibration for the period indicated by the manufacturer, not exceeding the time of agitation of the adhesive systems, reducing the chances of evaporating the solvent.

Both groups that received the sonic treatment showed a significant increase in the bond strength. This can be considered as a result of the transmission of sonic vibration, where the effects of 6000 Hz of frequency and an amplitude of movement of 0,002 mm of the sonic equipment (SonicBorden, KaVo, Joinville, SC) may have contributed to optimizing the penetration of resin into the peritubular and intertubular dentin, since the other steps are the same between groups. Chappell et al.²² and

Ferrari and Davidson²³ suggest that the network of interconnected adhesive tags might be crucial to the development of a stronger resin-dentin bond.

Clearfill SE Bond is a system of moderate aggressiveness, which preserves both the smear layer and smear plugs, incorporating them as part of hybridization process^{24 25}. The control group showed the bond strength of 22.63 MPa, which the values have already established in literature¹⁸. When applying the sonic vibration as a means of activating the system, this figure has increased to 34.80 MPa, statistically different, increasing the strength of union. This is according to Miyazaki et al¹⁰, where they found that the bond strengths after *primer* application were higher than after static application. Similarly, Chan et al¹¹ reported that the dynamic application of different adhesive systems produced higher values of shear bond strength. Under continuous agitation, the smear layers were completely disperse or dissolved and thicker hybrid layers were observed. When applying the ultrasonic and the prototype vibration the bond strength decrease, without statistic difference. The results go against Kim et al⁹ and Lee et al¹², resulting in increase of the shear bond strength in dentin. Moura et al³⁴ and Sundfed et al³⁵ reported that the morphology of the interface of union varies with the type of adhesive system, where the self-etchin *primer* produced hybrid layers thinner and smaller amounts of resin tags compared to total conditioning systems.

Analyzing the control groups together, it is observed that the groups Clearfill SE Bond and Single Bond were not statistically significant different in this study, as already shown previously^{18,19,29-33}, where the bond strength has similar results found in literature in different groups. The group using the Single Bond system showed higher values of micro-tensile bond strength compared to the group

using Clearfil system. Bonding systems that require dentin conditioning treatment have the highest bond strength, in contrast to bonding systems that do not use this step²⁵. In dentistry, there is a consensus that the bonding systems that receive the etching step present values of micro-tensile bond strength higher than that of the self-etching *primers*. However, in this study there were no significant differences ($p < 0.05$) between groups Single Bond control and Clearfill sonic. Therefore, the sonic treatment overcomes the limitations of the self-etching *primers*, suggesting therefore, a new micromechanics union in dentistry.

For microscopy analysis, the treatment and control groups had differences in the fracture modes, showing that with the sonic, ultrasonic and prototype vibration, the groups fracture most on composite resin. The control groups fracture most on base or top of the hybrid. The fracture mode on composite resin of the Single Bond and Clearfill sonic, ultrasonic and prototype show that the union of the hybrid layer was so effective that it was higher than the cohesion of resin when applied to the sonic treatment. Thus we can conclude that the application of sonic vibration promotes an optimization in the hybrid layer.

The sonic treatment, compared to the standard treatment by the manufacturers (control), promotes higher levels of shear bond strength in dentin. It rejects the null hypothesis because the results showed a statistically significant difference between groups ($p < 0.05$). The sonic treatment proposed by the authors should be considered as an alternative to optimize the bond strength in dentin.

Conclusion

We conclude that the use of sonic application is an effective method for the optimization of micro-tensile bond strength in dentin. The adhesive Single Bond and Clearfill show significant increase in the bond strength ($p < 0.001$).

Clinical Relevance

The use of sonic devices can improve dentin bond strength for total etch and self-etching *primers* in comparison to manual application of both adhesive systems.

References

1. 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.
2. Miyazaki M, Hirohata N, Takagaki K, Onose H, Moore BK. *Influence of self-etching primer drying on enamel bond strength of resin composites*. J Dent. 1999 Mar; 27(3):203-7.
3. Retief DH, Wendt SL, Bradley EL. *Effect of adhesive thickness on the shear Bond strength of Scotchbond 2/Silux to dentin*. Am J of Dentistry. 1989 Dec; 2(6):341-4.
4. Hilton TJ, Schwartz RS. *The effect of air thinning on dentin adhesive Bond strength*. Oper Dent. 1995 Jul-Aug;20(4):133-7.
5. Uterbrink GL, Muessner, R. *Influence of light intensity on two restorative systems*. J Dent. 1995 Jun;23(3):183-9

6. Miyazaki M, Hinoura K, Onose H, Moore Bk. *Influence of light intensity on shear Bond strength to dentin*. Am J Dent. 1995 Oct;8(5):245-8.
7. Peutzfeldt A, Asmussen E. *Resin composite properties and energy density of light cure*. J Dent Res. 2005 Jul;84(7):659-62.
8. Uno S, Finger WJ. *Effect of mode of conditioning treatment of efficacy of dentin bonding*. Oper Dent. 1996 Jan-Feb;21(1):31-5.
9. Kim JW, Jang KT, Lee SH, Kim CC, Hahn SH. *Effect of ultrasonic vibration on resin-dentin bonding: SEM study*. J Dent Res. 2002;81:A-248 (Abstr 1905).
10. Miyazaki H, Hinoura K, Honjo G, Onose H. *Effect of self-etching primer application method on enamel bond strength*. Am J Dent. 2002 Dec;15(6):412-6.
11. Chan KM, Tay FR, King NM, Imazato S, Pashey DH. *Bonding of mild self-etching primers/adhesives to dentin with thick smear layers*. Am J Dent. 2003 Oct;16(5):340-6.
12. Lee J, Jang KT, Kim JW, Lee SH, Hahn SH, Kim CC. *Effect of ultrasonic vibration on dentin bond strength and resin infiltration*. Am J Dent. 2003 Dec;16(6):404-8.
13. Castro PS, Nunes MF, Pereira PNR. *Effect of application mode of self-etching primers on dentin bond strength*. J Dent Res. 2002;81:A-161 (Abstr 1146).
14. Finger WJ, Tani C. *Effect of application mode on bonding performance of self-etching adhesives*. Am J Dent. 2005 Feb;18(1):41-4.
15. Kanca J. *One step bond strength to enamel and dentin*. Am J Dent. 1997 Feb;10(1):5-8.
16. Vargas MA, Cobb DS, Denehy GE. *Interfacial micromorphology and shear bond strength of single-bottle primer/adhesives*. Dent Mater. 1997 Sep;13(5):316-24.

17. Nakabayashi N, Nakamura N, Yasuda N. *Hybrid layer as dentin bonding mechanism*. J Esthet Dent. 1991. Jul-Aug;3(4):133-8.
18. Fritz UB, Diedrich P, Finger WJ. *Self-etching primers: An alternative to the conventional acid etch technique?* J Orofac Orthop. 2001 May;62(3):238-45.
19. Kiremitçi A, Yalçın F, Gökalp S. *Bonding to enamel and dentin using self-etching adhesive systems*. Quintessence Int. 2004 May;35(5):367-70.
20. Nakabayashi N, Nakamura N, Yashuda N. *Hybrid layer as dentin bonding mechanism*. J Esthet Dent. 1991 Jul-Aug;3(4):133-8.
21. Armstrong SR, Keller JC, Boyer DB. *Mode of failure in the dentin-adhesive resin-resin composite bonded joint as determined by strength-based (μ TBS) and fracture-based (CNSB) mechanical testing*. Dent Mater. 2001 May;17(3):201-10.
22. Chappell RP, Cobb CM, Spencer P, Eick JD. *Dentinal tubule anastomosis: A potential factor in adhesive bonding?* J Prosthet Dent. 1994 Aug;72(2):183-8.
23. Ferrari M, Davidson CL. *In vivo resin-dentin interdiffusion and tag formation with lateral branches of two adhesives systems*. J Prosthet Dent. 1996 Sep;76(3):250-3.
24. Tay FR, Pashley DH. *Aggressiveness of contemporary self-etching adhesives. Part I: Depth of penetration beyond dentin smear layers*. Dent Mater. 2001 Jul;17(4):296-308.
25. Pashley DH, Tay FR. *Aggressiveness of contemporary self-etching adhesives. Part II: etching effects on unground enamel*. Dent Mater. 2001 Jul;17(5):430-44.
26. Swift EJ, Wilder AD Jr, May KN Jr, Waddell SL. *Shear bond strengths of one bottle dentin adhesives using multiple applications*. Oper Dent. 1997 Sep-Oct;22(5):194-9.

27. Triolo PT Jr, Swift EJ Jr. *Shear bond strength of ten dentin adhesives systems*. Dent Mater. 1992 Nov;8(6):370-4.
28. Jacobsen T, Söderholm KJ. Effect of *primer* solvent, *primer* agitation and dentin dryness on the shear bond strength to dentin. Am J Dent. 1998 Oct;11(5):225-8.
29. Dias WR, Pereira PN, Swift EJ Jr. *Effect of surface preparation on microtensile bond strength of three adhesive systems to bovine enamel*. J Adhes Dent. 2004 Winter;6(4):279-85.
30. Soares FZ, Rocha RO, Raggio DP, Sadek FT, Cardoso PE. *Microtensile bond strength of different adhesive systems to primary and permanent dentin*. Pediatr Dent. 2005 Nov-Dec;27(6):457-62.
31. Cavalcante LM, Erhardt MC, Bedran AK, Pimenta LA, Ambrosano GM. *Influence of different tests used to measure the bond strength to dentin of two adhesive systems*. Am J Dent. 2006 Feb;19(1):37-40.
32. Proença JP, Polido M, Osorio E, Erhardt MC, Aguilera FS, Garcia F, Osorio R, Toledan M. *Dentin regional bond strength of self-etch and total-etch adhesive systems*. Dent Mater. 2007 Dec;23(12):1542-8.
33. Cavalcanti AN, Mitsui FH, Ambrosano GM, Mathias P, Marchi GM. *Dentin bonding on different walls of class II preparation*. J Adhes Dent. 2008 Feb;10(1):17-23.
34. Moura SK, Santos JF, Ballester RY. *Morphological characterization of the tooth/adhesive interface*. Braz Dent J. 2006;17(3):179-85.
35. Sundfed RH, Valentino TA, de Alexandre RS, Briso AL, Sundefeld ML. *Hybrid layer thickness and resin tag length of self-etching adhesive bonded to sound dentin*. J Dent. 2005 Sep;33(8):675-81.
36. Villela-Rosa AC, Gonçalves M, Orsi IA, Miani PK. *Shear bond strength of self-etch and total-etch bonding systems at different dentin depths*. Braz Oral Res. 2011. Mar-Abr; 25(2): 109-15.

37. Tewari S, Goel A. *Effect of placement agitation and drying time on dentin shear bond strength: an in vivo study*. Oper Dent. 2009. Sep-Oct;34(5):524-30.
38. Gokce K, Aykor A, Ersoy M, Ozel E, Soyman M. *Effect of phosphoric acid etching and self-etching primer application methods on dentinal shear bond strength*. J Adhes Dent. 2008. Oct;10(5):345-9.
39. Ando S, Watanabe T, Tsubota K, Yoshida T, Irokawa A, Takamizawa T, Kurokawa H, Miyazaki M. *Effect of adhesive application methods on bond strength to bovine enamel*. J Oral Sci. 2008 Jun;50(2):181-6.
40. 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.
41. Caneppele TM, Torres CR, Sasaki A, Valdetaro F, Fernandes RS, Prieto de Freitas C, Batista GR. *Effects of surface hydration state and application method on the bond strength of self-etching adhesives to cut enamel*. J Adhes Dent. 2012 Feb;14(1):25-30.
42. Payne PA, Cartledge NA, Ferguson MW. *Determination of ultrasonic velocity in human enamel and dentin*. Arch Oral Biol. 1989;34(5):341-5.
43. Cavazzola FDCM, Oshima HMS, Burnett LH, Mota EG. União Brasileira de Educação e Assistência – Mantenedora da PUCRS. Int. Cl.: A61K 6/00 A61C 13/225 A61C 8/00 A61B 8/00 A61N 7/00. Dispositivo e processo de aplicação de materiais odontológicos. BR. Pat. PI0805029-5, 27 de ago de 2010. 1p.
44. Cavazzola FDCM, Oshima HMS, Burnett LH, Mota EG. União Brasileira de Educação e Assistência – Mantenedora da PUCRS. Int. Cl.: A61C 1/07. Dispositivo e processo de aplicação de materiais odontológicos. BR. Pat. PI1000996-5, 29 de Nov de 2011. 1p.

10.2. Email de submissão a revista Journal of Adhesive dentistry



Fernanda Mortari <fermortari@gmail.com>

manuscript - Submission confirmation

Journal of Adhesive Dentistry <jad@manuscriptmanager.com>
To: fermortari@gmail.com

Mon, Jan 7, 2013 at 10:07 AM

Manuscript title: Effect of sonic and ultrasonic vibration of a

self-etching primer and single bottle system on the micro-tensile bond strength in dentin

Automatic email

The above manuscript has been successfully submitted online. You will receive a further receipt email directly from the journal's editorial office when your submission has been checked and your manuscript files verified.

DOWNLOAD FORM:

jad.quintessenz.de/index.php?jid=jad&doc=authorguidelines_jad

FAX TO: [+49-\(0\)30/ 761 80-694](tel:+49-03076180694)

Attention: Juliane Richter

or email a scanned copy of the completed form to:

richter@quintessenz.de



Fernanda Mortari <fermortari@gmail.com>

manuscript 1771 - Receipt - Journal of Adhesive Dentistry

Journal of Adhesive Dentistry <jad@manuscriptmanager.com>
To: fermortari@gmail.com

Fri, Jan 11, 2013 at 1:53 PM

Manuscript title: Effect of sonic and ultrasonic vibration of a self-etching primer and single bottle system on the micro-tensile bond strength in dentin

Dear Mrs Mortari Cavazzola

Thank you very much for submitting your paper to the Journal of Adhesive Dentistry. The paper is in the process of being reviewed. You will be contacted as soon as a decision has been made.

Please inform us, by return of email, if this version does not correspond with the version that was submitted.

The progress of your paper can be followed from your user account accessed from the journals homepage.

Yours sincerely,

The Editorial Office