



## Investigação original

# Permeabilidade dentinária e morfologia da interface adesiva de diferentes sistemas adesivos<sup>☆</sup>



Sara Rodrigues, Nádia Oliveira\*, Filipa Chasqueira, Jaime Portugal e Sofia Arantes-Oliveira

Faculdade de Medicina Dentária da Universidade de Lisboa; UICOB - unidade I&D n.º 4062 da FCT

### INFORMAÇÃO SOBRE O ARTIGO

#### Historial do artigo:

Recebido a 10 de agosto de 2014

Aceite a 22 de janeiro de 2015

On-line a 11 de março de 2015

#### Palavras-chave:

Sistema adesivo universal

Permeabilidade

Interface adesiva

Camada híbrida

### R E S U M O

**Objetivos:** Comparar a permeabilidade dentinária de vários sistemas adesivos com e sem camada hidrófoba. Analisar a influência da pressão pulpar na morfologia da interface adesiva.

**Métodos:** No ensaio de permeabilidade, os espécimes foram distribuídos aleatoriamente por quatro grupos (n=9), de acordo com os sistemas adesivos estudados: Futurabond U (Voco) *self-etch*; Futurabond U *etch-and-rinse*; Scotchbond 1 XT (3M-Espe); Easybond (3M-Espe), com posterior aplicação de resina hidrófoba [Adhesive; sistema Scotchbond Multipurpose (3M-Espe)]. A condutância hidráulica de cada espécime foi medida num dispositivo de permeabilidade. Para caracterização da morfologia da interface adesiva, em microscópio eletrónico de varredura, foram usados três espécimes de cada grupo submetido a pressão pulpar e novos espécimes (n=3) foram preparados sem pressão pulpar com os mesmos sistemas adesivos, que formaram os quatro grupos descritos. A permeabilidade dos diferentes sistemas adesivos foi comparada com Anova e *post hoc* segundo Tukey (p<0,05). A permeabilidade antes e após a camada de resina hidrófoba foi comparada com o teste T emparelhado, de medições repetidas.

**Resultados:** A permeabilidade foi significativamente menor com o Futurabond U versão *self-etch* em comparação com os grupos *etch-and-rinse* (p<0,05), tanto antes como após a aplicação da resina hidrófoba. A camada hidrófoba reduziu significativamente (p<0,05) os valores de permeabilidade, para todos os adesivos. Não se identificou camada híbrida nos grupos *self-etch*, contrariamente aos grupos *etch-and-rinse*. Constataram-se alterações na interface quando aplicada pressão pulpar.

**Conclusões:** A camada de resina hidrófoba reduziu os valores de permeabilidade em todos os sistemas adesivos. A feitura do procedimento adesivo sob pressão pulpar originou defeitos estruturais em todos os grupos.

© 2015 Sociedade Portuguesa de Estomatologia e Medicina Dentária. Publicado por Elsevier España, S.L.U. Este é um artigo Open Access sob a licença de CC BY-NC-ND (<http://creativecommons.org/licenses/by-nc-nd/4.0/>).

<sup>☆</sup> Menção honrosa do Prémio de Investigação SPEDM 2014.

\* Autor para correspondência.

Correio eletrónico: [nadyoli@gmail.com](mailto:nadyoli@gmail.com) (N. Oliveira).

<http://dx.doi.org/10.1016/j.rpem.2015.01.001>

1646-2890/© 2015 Sociedade Portuguesa de Estomatologia e Medicina Dentária. Publicado por Elsevier España, S.L.U. Este é um artigo Open Access sob a licença de CC BY-NC-ND (<http://creativecommons.org/licenses/by-nc-nd/4.0/>).

## Dentine permeability and adhesive interface morphology from several adhesive systems

### A B S T R A C T

#### Keywords:

Universal adhesive system  
Permeability  
Adhesive interface  
Hybrid layer

**Objective:** Compare dentine permeability of different adhesive systems with and without hydrophobic resin. Analyze the influence of pulpal pressure on the morphology of the adhesive interface.

**Methods:** For the permeability assay, teeth were randomly allocated in 4 groups (n=9), according to the adhesive systems: Futurabond U (Voco) self-etch; Futurabond U etch-and-rinse; Scotchbond 1XT (3M-Espe); Easybond (3M-Espe) with subsequent application of an hydrophobic resin [Adhesive; Scotchbond Multipurpose system (3M-Espe)]. Hydraulic conductance of each specimen was measured on a permeability apparatus. To characterize the morphology of the adhesive interface in scanning electron microscope, 3 specimens from each group subjected to pulpal pressure were used, and new specimens (n=3) were prepared without pulpal pressure, according to the same adhesive system, forming the 4 groups described before. Permeability of the different adhesive systems was compared with Anova and Tukey post-hoc (p<0.05). Permeability before and after the hydrophobic resin layer was compared with a paired t student test for repeated measures.

**Results:** Permeability was significantly lower with Futurabond U self-etch when compared to the etch-and-rinse groups (p<0.05), both before and after hydrophobic resin layer application. Hydrophobic resin layer lead to a significant reduction on the permeability for all adhesive systems (p<0.05). Hybrid layer was not identified on the self-etch groups as opposed to the etch-and-rinse groups. Adhesive interface had alterations when the pulpal pressure was applied.

**Conclusion:** Hydrophobic resin layer reduced the permeability in all adhesive systems tested. Structural defects were present in all groups when the adhesive procedures were performed under pulpal pressure.

© 2015 Sociedade Portuguesa de Estomatologia e Medicina Dentária. Published by Elsevier España, S.L.U. This is an open access article under the CC BY-NC-ND license (<http://creativecommons.org/licenses/by-nc-nd/4.0/>).

## Introdução

Os sistemas adesivos promovem a adesão à estrutura dentária e substituem parcialmente o substrato dentário por uma resina sintética.<sup>1</sup>

A classificação mais usada atualmente divide os sistemas adesivos em *etch-and-rinse* e *self-etch*, de acordo com a sua interação com a estrutura dentária. Com os sistemas *etch-and-rinse*, o substrato é condicionado com ácido, que na dentina remove a *smear-layer* e a hidroxiapatite superficial e expõe a rede de fibrilas de colagênio. Posteriormente ocorre a infiltração da resina com consequente formação da camada híbrida, principal responsável pela ligação entre adesivo e estrutura dentinária.<sup>2,3</sup> Esses sistemas estão disponíveis em dois ou três passos.<sup>1</sup> Os sistemas *self-etch*, disponíveis em um ou dois passos, surgiram numa tentativa de simplificar o procedimento clínico e ultrapassar algumas dificuldades sentidas pelos sistemas *etch-and-rinse*.<sup>1</sup> Esses sistemas contêm monômeros ácidos, pelo que a *smear-layer* não é removida e a infiltração da resina ocorre simultaneamente ao processo de desmineralização. Assim evitam-se alguns erros de manipulação, notadamente na secagem do substrato após a lavagem do ácido.<sup>4-6</sup>

A dentina apresenta túbulos onde circula fluido dentinário, sob pressão pulpar constante, que mantém a superfície desse

substrato permanentemente úmida e dificulta a adesão.<sup>7-12</sup> Nos sistemas *self-etch*, visto que a *smear-layer* não é completamente removida, os túbulos permanecem parcialmente obstruídos e, conseqüentemente, a superfície dentinária é menos suscetível aos efeitos da pressão pulpar.<sup>13,14</sup> Esses sistemas apresentam menor permeabilidade na interface adesiva.<sup>15</sup>

A pressão pulpar varia com diferentes situações clínicas e fisiológicas e condiciona a permeabilidade dentinária, que é quantificada pelo movimento de fluido através da dentina.<sup>16,17</sup> A permeabilidade, por sua vez, sofre alterações consoante o grupo etário, processos patológicos como a cárie, área de superfície de difusão dentinária (resultado do número e diâmetro dos túbulos), espessura da dentina, temperatura e proximidade da polpa.<sup>18,19</sup>

Os sistemas adesivos *etch-and-rinse* de dois passos e *self-etch* de um passo têm maior quantidade de monômeros hidrofílicos e não incluem uma camada de resina com monômeros hidrófobos.<sup>20</sup> Dessa forma, a camada híbrida funciona como uma membrana semipermeável, deixa passar água que interfere com a polimerização do adesivo, promove a hidrólise dos monômeros e compromete a adesão.<sup>21-23</sup> A água que leva a essa degradação pode provir da margem da cavidade preparada, do sistema adesivo após a evaporação do solvente ou do substrato dentinário, devido ao gradiente de pressão pulpar que existe nos túbulos dos dentes vitais.<sup>15,18,24,25</sup>

Estudos demonstram que a aplicação de uma camada de resina hidrófoba sobre o adesivo diminui a permeabilidade dentinária e a nanoinfiltração e aumenta simultaneamente as forças de resistência adesiva dos sistemas adesivos simplificados.<sup>18,26</sup> Esse procedimento torna a camada híbrida menos permeável por reduzir os domínios hidrofílicos e por aumentar o grau de conversão e a concentração dos monômeros hidrófobos dentro da camada híbrida.<sup>27-30</sup>

Recentemente surgiram novos sistemas adesivos designados universais ou *multi-mode* que se destinam a promover a adesão a diversos substratos e, segundo os respectivos fabricantes, podem ser aplicados na estrutura dentária com diferentes técnicas (como *etch-and-rinse* de dois passos, *self-etch* de um passo ou *self-etch* precedido por condicionamento seletivo do esmalte).<sup>31-35</sup> A maioria desses sistemas contém monômeros fosfatados, como o MDP (monômero metacrilóxidecilo fosfato), que interagem quimicamente com a hidroxiapatite e formam uma nanocamada e, consequentemente, uma interface adesiva estável.<sup>36-38</sup> Tal como sucedia com os sistemas adesivos simplificados, o uso adicional de uma camada de resina hidrófoba nos sistemas adesivos universais parece aumentar o grau de conversão e as forças de resistência adesiva e diminuir a nanoinfiltração de alguns sistemas adesivos universais estudados.<sup>26</sup> O fato de esses adesivos favorecerem uma adesão química ao tecido dentário levanta questões, notadamente se a permeabilidade dentária com esses sistemas adesivos é menor do que com os sistemas não universais e se a aplicação de uma camada de resina

hidrófoba reduz a permeabilidade dentinária dos sistemas universais, da mesma forma que nos sistemas não universais.

Assim, este estudo foi dividido em dois objetivos. Primário: avaliar a permeabilidade dentinária de diferentes sistemas adesivos com e sem a aplicação de uma camada adicional de resina hidrófoba, com as seguintes hipóteses nulas: 1) os valores de permeabilidade dentinária não são influenciados pelo sistema adesivo testado; 2) a aplicação de uma camada adicional de resina hidrófoba não altera a permeabilidade dos sistemas adesivos testados. Secundário: a morfologia da interface adesiva não é alterada pela presença de uma pressão pulpar positiva.

## Material e métodos

Foram usados 48 molares humanos íntegros, armazenados em 0,5% cloramina T a 4 °C. A recolha dos dentes foi executada sem identificação dos doadores e aprovada pela comissão de ética da instituição.

As raízes e a superfície oclusal foram removidas com um disco de corte diamantado (Lapcraft, EUA) numa máquina de corte Isomet 1000 (Buehler, Lake Bluff, EUA). Após remoção da polpa, a superfície oclusal em dentina foi polida com lixa de grão 600 (Buehler, Lake Bluff, EUA) com o objetivo de se obter a espessura de 2 mm desde o corno pulpar até a superfície oclusal.

**Tabela 1 – Composição e modo de aplicação dos materiais usados**

Material	Composição	Modo de aplicação
Adper™ Easy Bond (3M Espe, Alemanha) Lote: 453793 Validade: 10/2013	Bis-GMA, Hema, ésteres fosfóricos metacrilados, 1,6 dimetacrilato hexanediol, metacrilatos, ácido polialquenoico, sílica, etanol, água, canforoquinona, estabilizadores	Aplicar o adesivo 20 seg; Secar 5 seg; Fotopolimerizar 10 seg;
Adper™ Scotchbond™ 1 XT (3M Espe, EUA) Lote: N286534 Validade: 06/2014	Bis-GMA, Hema, dimetacrilatos, etanol, água, fotoiniciador, copolímero de metacrilato de ácidos poliacrílico e polialquenoico, sílica de 5 nm de diâmetro	Ácido fosfórico a 35% 15 seg; Lavar 10 seg; Secar com <i>pellet</i> de algodão; Aplicar o adesivo 15 seg; secar 5 seg; Fotopolimerizar 10 seg;
Futurabond® U Singledose (Voco, Alemanha) Lote: 1308456 Validade: 05/2014	2-hidroxietil metacrilato, Bis-GMA, Hedma, monômero adesivo ácido, uretano dimetacrilato (Udma), catalisador, etanol, iniciador	<i>Self-etch</i> : Aplicar 20 seg; secar 5 seg; Fotopolimerizar 10 seg; <i>Etch&amp;rinse</i> : Ácido fosfórico a 35% 15 seg; Lavar 10 seg; Secar com <i>pellet</i> de algodão; Aplicar o adesivo 20 seg; secar 5 seg; Fotopolimerizar 10 seg;
GrandioSO, cor A3 (Voco, Alemanha) Lote: 1049310 Validade: 07/2015	Bisgma (2,5-5%), Tegdma (2,5-5%)	Aplicar em incrementos de 2 mm e fotopolimerizar 20 seg
Unitek™ EtchingGel (3M Unitek, EUA) Lote: N300404 Validade: 07/2014	Água (55-65%); ácido fosfórico (30-40%); espessante de sílica (5-10%)	
Adper™ Scotchbond™ Multi-purpose (3M Espe, EUA) Lote: N254988 Validade: 03/2014	3º Passo - camada de resina hidrófoba: Bisgma (60-70%), Hema (30-40%), trifenilantimônio (< 0,5%).	Aplicar adesivo, Remover excessos com <i>microbrush</i> ; Fotopolimerizar 10 seg

Para o ensaio de permeabilidade foi usado um dispositivo de permeabilidade baseado nos elaborados por Sauro et al.<sup>10,39</sup> O cálculo da condutância hidráulica ( $L_p$ ) baseou-se na seguinte equação:<sup>40</sup>  $L_p = J_v / A \Delta P t$ .

[ $L_p$  = condutância hidráulica ( $\mu\text{Lcm}^{-2} \cdot \text{min}^{-1} \cdot \text{cmH}_2\text{O}^{-1}$ );  $J_v$  = movimento do fluido ( $\mu\text{L}$ );  $A$  = área de superfície dentinária ( $\text{cm}^2$ , definida como  $1 \text{ cm}^2$  para todos os espécimes);  $\Delta P$  = gradiente de pressão hidrostática ( $\text{cmH}_2\text{O}$ );  $t$  = tempo (min)].

A movimentação do fluido de cada espécime foi representada pela média de três medições efetuadas durante 10 minutos.

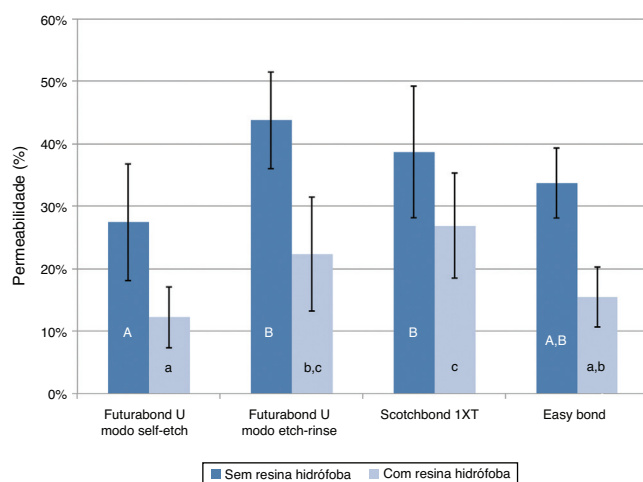
No ensaio de permeabilidade os espécimes foram distribuídos de forma aleatória por quatro grupos experimentais ( $n=9$ ), de acordo com os sistemas adesivos em estudo: Futurabond® U (Voco, adesivo universal) versão *self-etch*; Futurabond® U versão *etch-and-rinse*; Adper™ Scotchbond™ 1XT (3M-Espe, adesivo *etch-and-rinse* de dois passos); Adper™ Easybond (3M-Espe, adesivo *self-etch* de um passo) (tabela 1). Após a aplicação do sistema adesivo e respectiva medição de permeabilidade foi aplicada, em cada espécime, uma camada de resina hidrófoba [camada de Adhesive do sistema Adper™ Scotchbond™ Multipurpose (3M-Espe)] e foi novamente medida a permeabilidade em cada espécime. Para o estudo da morfologia da interface adesiva foram usados três espécimes de cada grupo submetido a pressão pulpar e novos espécimes foram preparados sem pressão pulpar com os mesmos sistemas adesivos ( $n=3$ ), o que formou os quatro grupos experimentais descritos anteriormente.

A criação de uma *smear-layer* padronizada foi feita com recurso a uma lixa de grão 320<sup>41</sup> (Buehler, Lake Bluff, IL, EUA). Cada espécime foi colado a uma placa de acrílico, com a câmara pulpar voltada para essa placa, com cianoacrilato (Loctite Super Cola 3, Henkel, Alverca, Portugal). A câmara pulpar foi ligada a um sistema de pressão hidráulica a  $77 \text{ cmH}_2\text{O}$  por intermédio de uma agulha de 18G. A *smear-layer* foi removida com ácido ortofosfórico 35% (Unitek Etching Gel, 3M, Unitek),

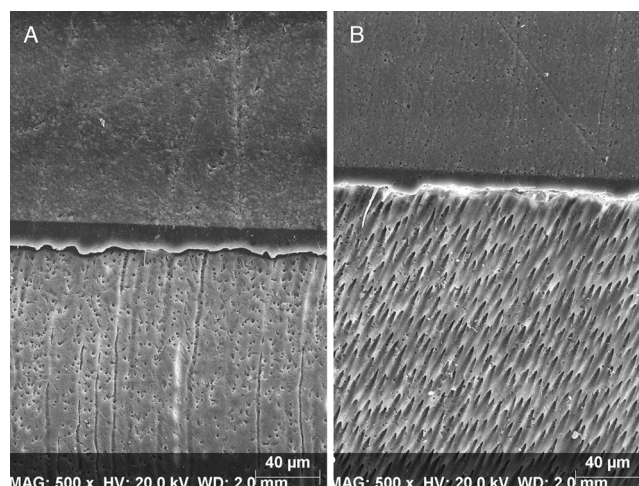
aplicado 15 segundos e lavado com água destilada durante cinco segundos. Uma bolha de ar foi introduzida no capilar de vidro (0,7 mm de diâmetro) e foi calculada a condutância hidráulica, definida como 100% de permeabilidade. A *smear-layer* foi recriada com lixa de grão 320 e o sistema adesivo foi aplicado e fotopolimerizado ( $880 \text{ mw/cm}^2$ , Ortholux™, LED curing light, 3M, Unitek GMDH, Seefeld, Alemanha) segundo recomendações do fabricante. Fez-se novo cálculo da condutância hidráulica. Por fim, a camada de resina hidrófoba foi aplicada e fotopolimerizada durante 10 segundos, na mesma amostra, e foi efetuado novo cálculo da condutância hidráulica.

A percentagem de permeabilidade dentinária de cada espécime nos dois momentos em estudo, após aplicação do adesivo e após aplicação da camada de resina hidrófoba, foi calculada segundo a fórmula:  $\%P = L_{p \text{ após adesivo ou após camada hidrófoba}} / L_{p \text{ após ácido fosfórico}} \times 100$ .

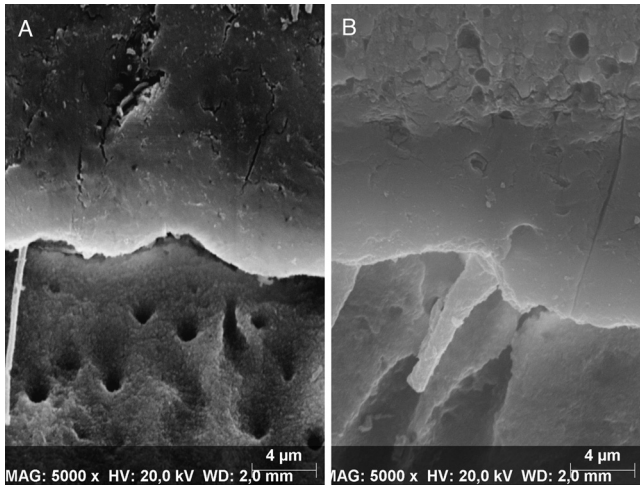
Para caracterização da interface adesiva, os espécimes foram fabricados com os quatro sistemas adesivos atrás referidos, sempre seguido da aplicação de camada hidrófoba adicional nos grupos referidos. Foram criados oito grupos experimentais ( $n=3$ ) de acordo com o sistema adesivo usado e a presença ou ausência de pressão pulpar (sem pressão pulpar; com pressão pulpar). Nos grupos com pressão pulpar foram usados os espécimes do estudo da permeabilidade que, ainda no dispositivo de permeabilidade, foram restaurados com dois incrementos de 2 mm de resina composta nano-híbrida (GrandioSO – Voco), fotopolimerizados durante 20 segundos. Os restantes espécimes foram preparados da mesma forma, apenas com diferença de não terem sido sujeitos a pressão pulpar. Os discos de dentina restaurados foram seccionados longitudinalmente na máquina de corte, fixados em glutaraldeído durante 24 horas, a  $4^\circ\text{C}$ , e submersos por uma hora em três banhos sucessivos de 0,1M de cacodilato de sódio. A superfície com a interface adesiva de cada espécime foi polida com lixas



**Figura 1 – Valores médios (desvio padrão) de permeabilidade dentinária, para os sistemas adesivos em estudo antes e após da aplicação de camada de resina hidrófoba (letras diferentes representam diferenças estatisticamente significativas).**

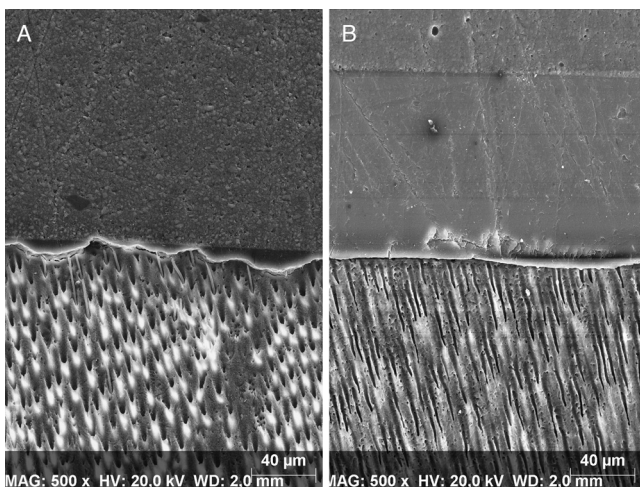


**Figura 2 – Sistema adesivo Futurabond® U versão self-etch (A) - Grupo A: sistema adesivo e camada de resina hidrófoba; (B) - Grupo B: sistema adesivo, camada de resina hidrófoba e pressão pulpar; Imagens de SEM. Ampliação 500x.**



**Figura 3 – Sistema adesivo Futurabond® U versão self-etch (A) - Grupo A: sistema adesivo e camada de resina hidrófoba; (B) - Grupo B: sistema adesivo, camada de resina hidrófoba e pressão pulpar; Imagens de SEM. Ampliação 5000x.**

(Buehler, Lake Bluff, EUA) e com suspensões de diamante (Meta Di® Monocrystalline Diamond Suspension, Buehler, Lake Bluff, EUA) de abrasividade decrescente até 1 µm. Para expor a camada híbrida, os espécimes foram tratados com 0,1M de ácido hidroclorídrico por 90 segundos e com 10% de hipoclorito de sódio durante 60 segundos.<sup>42</sup> Após desidratação em concentrações crescentes de etanol e submersão em hexametildisilazano durante 10 minutos, os espécimes foram metalizados (200 nm de ouro/paládio, Jeol Fine Coat Ion Sputter JFC-1100E, Tóquio, Japão). As observações foram feitas em microscópio eletrônico de varredura (SEM) (Hitachi S-450, Tóquio, Japão-20Kv) com



**Figura 4 – Sistema adesivo Adper™ Easybond (A) - Grupo A: sistema adesivo e camada de resina hidrófoba; (B) - Grupo B: sistema adesivo, camada de resina hidrófoba e pressão pulpar; Imagens de SEM. Ampliação 500x.**

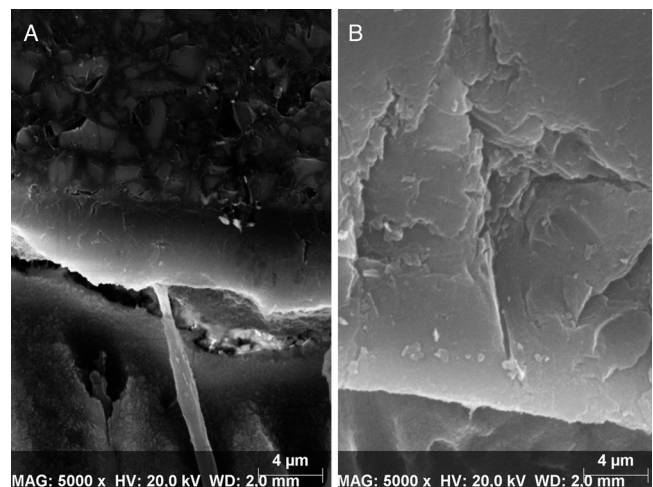
ampliações de 500x, 2.000x, 5.000x e 10.000x. As microfotografias foram adquiridas com software Esprit 1.8.2.2167 (Bruker, MA, EUA).

Os valores de permeabilidade foram analisados estatisticamente com o programa SPSS® (versão 21.0, SPSS Inc., Chicago, IL, EUA). A normalidade da distribuição de valores e a homogeneidade da variância foram avaliadas com os testes de Kolmogorov-Smirnov e de Levene ( $p > 0,05$ ). O teste T emparelhado, de medições repetidas, foi usado para avaliar as diferenças de permeabilidade antes e após a aplicação da camada de resina hidrófoba. A permeabilidade entre os diferentes sistemas adesivos foi comparada com Anova e testes post hoc de Tukey. O nível de significância estatística foi fixado em 5%.

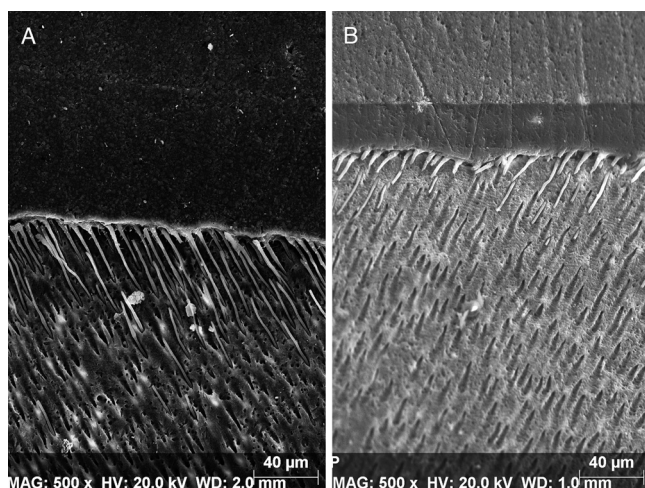
## Resultados

A aplicação da camada de resina hidrófoba permitiu obter uma redução estatisticamente significativa ( $p < 0,05$ ) dos valores de permeabilidade dentinária para todos os sistemas adesivos. Os valores de permeabilidade foram também influenciados pelo tipo de adesivo ( $p < 0,05$ ). A permeabilidade com o Futurabond® U versão self-etch foi significativamente menor do que a obtida com o Futurabond® U versão etch-and-rinse e Adper™ Scotchbond™ 1XT ( $p < 0,05$ ), tanto antes como após a aplicação da camada de resina hidrófoba. No Adper™ Scotchbond™ 1XT, após a aplicação da camada de resina hidrófoba, os valores de permeabilidade foram mais elevados do que nos grupos self-etch ( $p < 0,05$ ). Não foram encontradas outras diferenças estatisticamente significativas ( $p > 0,05$ ) (fig. 1).

Nas observações em SEM, não foi possível identificar a camada híbrida, nem prolongamentos de resina nos sistemas self-etch (figs. 2-5), os quais são visíveis nos sistemas etch-and-rinse. O efeito da pressão pulpar é notório nesses prolongamentos que passam a ser mais curtos, com



**Figura 5 – Sistema adesivo Adper™ Easybond (A) - Grupo A: sistema adesivo e camada de resina hidrófoba; (B) - Grupo B: sistema adesivo, camada de resina hidrófoba e pressão pulpar; Imagens de SEM. Ampliação 5000x.**

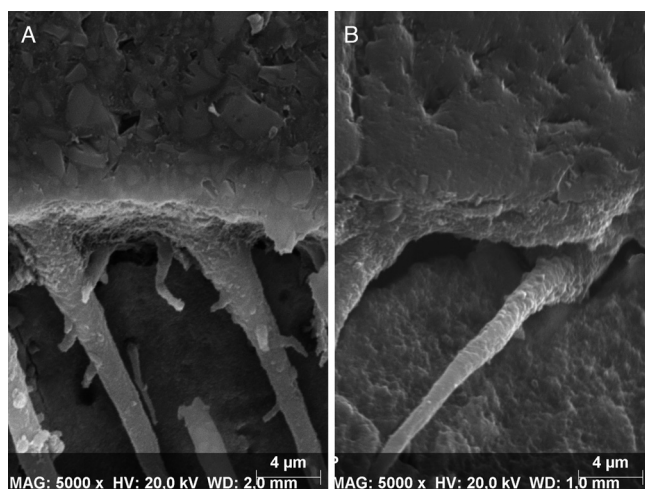


**Figura 6 – Sistema adesivo Futurabond® U versão etch-and-rinse (A) - Grupo A: sistema adesivo e camada de resina hidrófoba; (B) – Grupo B: sistema adesivo, camada de resina hidrófoba e pressão pulpar; Imagens de SEM. Ampliação 500x.**

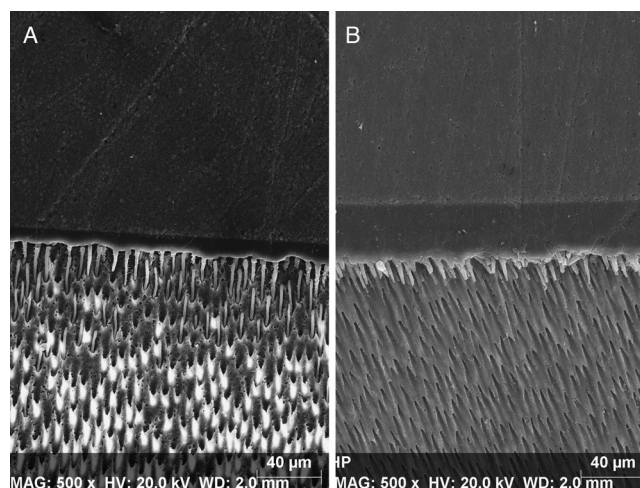
menor definição e sem prolongamentos acessórios detectáveis (figs. 6-9). Identifica-se também o efeito da pressão na interface adesiva de todos os adesivos, com presença de defeitos na camada híbrida e camada de adesivo (figs. 10 e 11).

## Discussão

A aplicação de pressão pulpar nos estudos *in vitro* de sistemas adesivos permite uma aproximação com a realidade clínica. Vários autores têm usado dispositivos de perme-

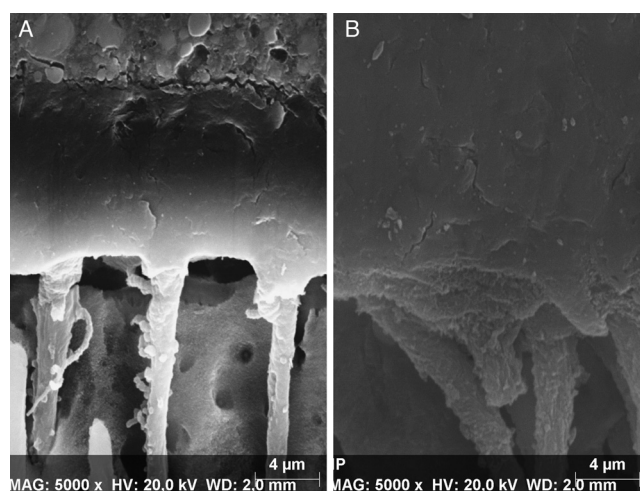


**Figura 7 – Sistema adesivo Futurabond® U versão etch-and-rinse (A) - Grupo A: sistema adesivo e camada de resina hidrófoba; (B) - Grupo B: sistema adesivo, camada de resina hidrófoba e pressão pulpar; Imagens de SEM. Ampliação 5000x.**

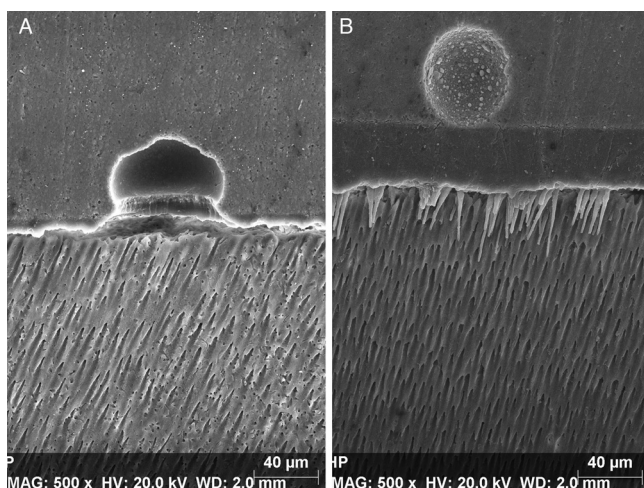


**Figura 8 – Sistema adesivo Adper™ Scotchbond™ 1XT (A) - Grupo A: sistema adesivo e camada de resina hidrófoba; (B) - Grupo B: sistema adesivo, camada de resina hidrófoba e pressão pulpar; Imagens de SEM. Ampliação 500x.**

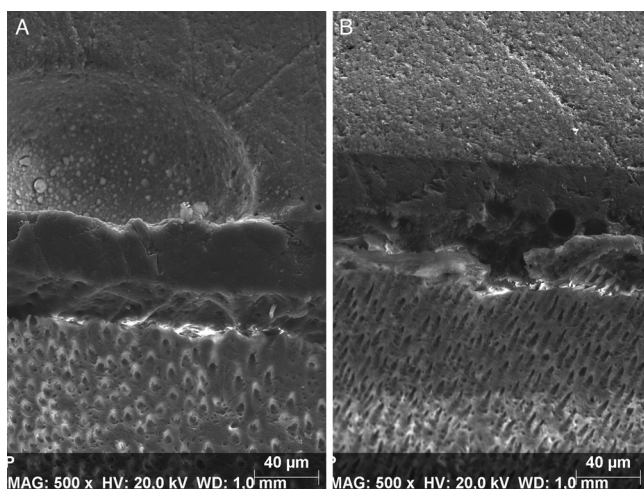
abilidade para avaliar a influência da pressão pulpar nos valores de permeabilidade dentinária e a partir daí inferir acerca da durabilidade e estabilidade da união dentina-resina nessas condições.<sup>10,15,39</sup> Nesses estudos não existe um valor consensual de pressão pulpar simulada, que variando de 15 a 200cmH<sub>2</sub>O.<sup>9,15,43,44</sup> No presente estudo optou-se por seguir o valor de 77cmH<sub>2</sub>O referido no estudo de Brown e Yankowitz e que foi calculado, no estudo citado, por medições diretas de pressão pulpar *in-vivo*.<sup>45</sup> Por outro lado, e contrariamente ao que acontece em alguns estudos de permeabilidade, não foram usados 'O'-rings de silicone para limitar a superfície dentinária de cada disco, visto cada espécime ter



**Figura 9 – Sistema adesivo Adper™ Scotchbond™ 1XT (A) - Grupo A: sistema adesivo e camada de resina hidrófoba; (B) - Grupo B: sistema adesivo, camada de resina hidrófoba e pressão pulpar; Imagens de SEM. Ampliação 5000x.**



**Figura 10 – Espécimes sujeitos a aplicação de sistema adesivo e camada de resina hidrófoba com pressão pulpar; Imagens de SEM. Ampliação 500x; A – Futurabond® SE; B – Adper™ Scotchbond™ 1XT.**



**Figura 11 – Espécimes sujeitos a aplicação de sistema adesivo e camada de resina hidrófoba com pressão pulpar; Imagens de SEM. Ampliação 500x; A e B – Futurabond® ER.**

sido usado como seu próprio controle, situação referida em estudos publicados anteriormente.<sup>10,15,44,46</sup>

Os valores de permeabilidade foram influenciados pelo sistema adesivo usado, tanto antes como após a aplicação da camada hidrófoba, razão pela qual foi rejeitada a primeira hipótese nula. A avaliação da permeabilidade logo após aplicação dos sistemas adesivos demonstrou que o Futurabond® U versão *self-etch* promoveu os valores de permeabilidade dentinária mais baixos, enquanto os sistemas adesivos *etch-and-rinse* originaram a maior permeabilidade. Essa situação pode ser explicada quer pela remoção da *smear-layer* e abertura completa dos túbulos dentinários quer pela discrepância entre a profundidade de condicionamento ácido e infiltração de resina, nos sistemas *etch-and-rinse*.<sup>47</sup> Adicionalmente, a água presente nos túbulos dentinários pode

ser responsável pela polimerização incompleta e eluição dos monômeros do adesivo, o que resulta numa falta de contato entre os prolongamentos de resina e as paredes dos túbulos, com a ausência de prolongamentos acessórios. Pelo contrário, como os adesivos *self-etch* são aplicados sobre *smear-layer*, essa contribui para a diminuição da permeabilidade dentinária.<sup>34</sup> O fato de os valores de permeabilidade do Adper™ Easybond serem mais próximos dos sistemas *etch-and-rinse* do que do Futurabond® U versão *self-etch* pode dever-se a diferenças na composição dos sistemas adesivos, uma vez que o pH dos dois *self-etch* neste estudo é o mesmo (pH = 2,3). O Adper™ Easybond apresenta na sua constituição ácidos polialquenoicos, contrariamente ao Futurabond® U. A sua presença aumenta a tendência de absorção de água devido à presença de ácidos carboxílicos na sua constituição, o que tornando os sistemas adesivos que contêm esses ácidos mais permeáveis<sup>39</sup> e explica, assim, a aproximação dos valores de permeabilidade do Adper™ Easybond com os dos sistemas *etch-and-rinse*.

Neste estudo, a aplicação da camada de resina hidrófoba levou a uma diminuição significativa nos valores de permeabilidade dentinária para todos os sistemas adesivos testados. Rejeitou-se assim a segunda hipótese nula. Essa diminuição poderá ser explicada pela redução dos domínios hidrofílicos quando da impermeabilização da interface adesiva.<sup>24,27,48</sup>

Relativamente à caracterização morfológica da interface adesiva, não foi possível identificar a camada híbrida nos espécimes produzidos com sistemas *self-etch*, o que é compreensível, uma vez que esses adesivos produzem camadas híbridas pouco espessas.<sup>49,50</sup> No Futurabond® U versão *self-etch* constatou-se a presença de uma estrutura que aparenta ser formada por *smear-layer* incorporada por resina, fato que pode ser explicado por não existir condicionamento ácido independente, com conseqüente manutenção da *smear-layer* como parte integrante do substrato para adesão.<sup>12,14</sup> No entanto, no Adper™ Easybond não foi identificada essa estrutura.

Nos espécimes sujeitos a pressão pulpar, foram encontrados defeitos estruturais na interface adesiva e no caso dos sistemas *etch-and-rinse*, os prolongamentos de resina formados foram mais curtos e sem prolongamentos acessórios, por oposição aos espécimes não sujeitos a essa condição.

Apesar de ser esperada a melhoria no nível da morfologia da camada híbrida com a aplicação de uma camada de resina hidrófoba,<sup>26,28,30</sup> esse não foi o resultado obtido no presente estudo. Uma vez que pressão pulpar esteve presente durante a aplicação do adesivo, as alterações estruturais identificadas terão sido originadas, provavelmente, ainda antes da aplicação dessa camada. Assim, a aplicação de uma camada de resina hidrófoba no caso de estar presente pressão pulpar não foi eficaz para impedir os defeitos morfológicos gerados na camada híbrida.

Como já anteriormente referido,<sup>51</sup> a pressão pulpar conduz ao aparecimento de alguns defeitos na interface adesiva. Nos estudos de adesão à dentina é importante que passem a ser feitos por rotina sob pressão pulpar para ser mais representativos das condições clínicas.

## Conclusões

Quando aplicada uma pressão pulpar, a permeabilidade dentinária do adesivo universal usado como *self-etch* foi significativamente menor quando comparada com a permeabilidade do mesmo adesivo no modo *etch-and-rinse*. Por outro lado, a camada de resina hidrófoba reduziu os valores de permeabilidade dentinária em todos os sistemas adesivos usados. A feita do procedimento adesivo sob pressão pulpar originou defeitos estruturais em todos os grupos testados.

## Responsabilidades éticas

**Proteção de pessoas e animais.** Os autores declaram que para esta investigação não se fizeram experiências em seres humanos e/ou animais.

**Confidencialidade dos dados.** Os autores declaram que não aparecem dados de pacientes neste artigo.

**Direito à privacidade e consentimento escrito.** Os autores declaram que não aparecem dados de pacientes neste artigo.

## Conflito de interesses

Os autores declaram não haver conflito de interesses.

## Agradecimentos

Os autores agradecem à Voco e à 3M-Espe a cessão dos materiais para este estudo.

## REFERÊNCIAS

1. Van Meerbeek B, De Munck J, Yoshida Y, Inoue S, Vargas M, Vijay P, et al. Buonocore memorial lecture. Adhesion to enamel and dentin: current status and future challenges. *Oper Dent.* 2003;28:215–35.
2. Spencer P, Ye Q, Park J, Topp EM, Misra A, Marangos O, et al. Adhesive/dentin interface: the weak link in the composite restoration. *Ann Biomed Eng.* 2010;38:1989–2003.
3. Nakabayashi N, Kojima K, Masuhara E. The promotion of adhesion by the infiltration of monomers into tooth substrates. *J Biomed Mater Res.* 1982;16:265–73.
4. Van Meerbeek B, Yoshihara K, Yoshida Y, Mine A, De Munck J, Van Landuyt KL. State of the art of self-etch adhesives. *Dent Mater.* 2011;27:17–28.
5. Schulze KA, Oliveira SA, Wilson RS, Gansky SA, Marshall GW, Marshall SJ. Effect of hydration variability on hybrid layer properties of a self-etching versus an acid-etching system. *Biomaterials.* 2005;26:1011–8.
6. Oliveira SSA, Marshall SJ, Habelitz S, Gansky SA, Wilson RS, Marshall GW. The effect of a self-etching primer on the continuous demineralization of dentin. *Eur J Oral Sci.* 2004;112:376–83.
7. Cardoso MV, Moretto SG, Carvalho RCR de, Russo EMA. Influence of intrapulpal pressure simulation on the bond strength of adhesive systems to dentin. *Braz Oral Res.* 2008;22:170–5.
8. Pashley DH. The effects of acid etching on the pulpodentin complex. *Oper Dent.* 1992;17:229–42.
9. Ciucchi B, Bouillaguet S, Holz J, Pashley D. Dentinal fluid dynamics in human teeth, in vivo. *J Endod.* 1995;21:191–4.
10. Sauro S, Pashley DH, Montanari M, Chersoni S, Carvalho RM, Toledano M, et al. Effect of simulated pulpal pressure on dentin permeability and adhesion of self-etch adhesives. *Dent Mater.* 2007;23:705–13.
11. Hiraishi N, Yiu C, King N, Tay F. Effect of pulpal pressure on the microtensile bond strength of luting resin cements to human dentin. *Dent Mater.* 2009;25:58–66.
12. Van Meerbeek B, Van Landuyt K, De Munck J, Inoue S, Yoshida Y, Perdigão J, et al. Bonding to enamel and dentin. In: Summitt JB, Robbins JW, Hilton TJ, Schwartz RS, Santos Dos J Jr, editores *Fundamentals of operative dentistry: a contemporary approach.* Chicago: Quintessence Pub Co; 2006. p. 183–260.
13. Van Meerbeek B, Perdigão J, Lambrechts P, Vanherle G. The clinical performance of adhesives. *J Dent.* 1998;26:1–20.
14. Itthagarun A, Tay F. Self-contamination of deep dentin by dentin fluid. *Am J Dent.* 2000;13:195–200.
15. Hashimoto M, De Munck J, Ito S, Sano H, Kaga M, Oguchi H, et al. In vitro effect of nanoleakage expression on resin-dentin bond strengths analyzed by microtensile bond test. SEM/EDX and TEM. *Biomaterials.* 2004;25:5565–74.
16. Van Hassel H. Physiology of the human dental pulp. *Oral Surg Oral Med Oral Pathol.* 1971;32:126–34.
17. Reeder JO, Walton R, Livingston M, Pashley D. Dentin permeability: determinants of hydraulic conductance. *J Dent Res.* 1978;57:187–93.
18. Mjör IA. Dentin permeability: the basis for understanding pulp reactions and adhesive technology. *Braz Dent J.* 2009;20:3–16.
19. Outhwaite W, Livingston M, Pashley D. Effects of changes in surface area, thickness, temperature, and post-extraction time on human dentine permeability. *Arch Oral Biol.* 1976;21:599–603.
20. Yiu CKY, King NM, Pashley DH, Suh BI, Carvalho RM, Carrilho MRO, et al. Effect of resin hydrophilicity and water storage on resin strength. *Biomaterials.* 2004;25:5789–96.
21. Tay FR, Frankenberger R, Krejci I, Bouillaguet S, Pashley DH, Carvalho RM, et al. Single-bottle adhesives behave as permeable membranes after polymerization. I. In vivo evidence. *J Dent.* 2004;32:611–21.
22. Moll K, Park H-J, Haller B. Effect of simulated pulpal pressure on dentin bond strength of self-etching bonding systems. *Am J Dent.* 2005;18:335–9.
23. Tay FR, Pashley DH. Water treeing – a potential mechanism for degradation of dentin adhesives. *Am J Dent.* 2003;16:6–12.
24. Tay FR, Pashley DH, Yoshiyama M. Two modes of nanoleakage expression in single-step adhesives. *J Dent Res.* 2002;81:472–6.
25. Yiu CKY, Pashley EL, Hiraishi N, King NM, Goracci C, Ferrari M, et al. Solvent and water retention in dental adhesive blends after evaporation. *Biomaterials.* 2005;26:6863–72.
26. Muñoz MA, Sezinando A, Luque-Martinez I, Szesz AL, Reis A, Loguercio AD, et al. Influence of a hydrophobic resin coating on the bonding efficacy of three universal adhesives. *J Dent.* 2014;42:595–602.
27. King NM, Tay FR, Pashley DH, Hashimoto M, Ito S, Brackett WW, et al. Conversion of one-step to two-step self-etch adhesives for improved efficacy and extended application. *Am J Dent.* 2005;18:126–34.
28. Silva SM, De AE, Carrilho MR, De O, Marquezini Junior L, Garcia FCP, et al. Effect of an additional hydrophilic versus hydrophobic coat on the quality of dentinal sealing provided by two-step etch-and-rinse adhesives. *J Appl Oral Sci.* 2009;17:184–9.



29. Munoz MA, Luque I, Hass V, Reis A, Loguercio AD, Bombarda NH. Immediate bonding properties of universal adhesives to dentine. *J Dent.* 2013;41:404–11.
30. Van Landuyt KL, Peumans M, De Munck J, Lambrechts P, Van Meerbeek B. Extension of a one-step self-etch adhesive into a multi-step adhesive. *Dent Mater.* 2006;22:533–44.
31. Hanabusa M, Mine A, Kuboki T, Momoi Y, Van Ende A, Van Meerbeek B, et al. Bonding effectiveness of a new “multi-mode” adhesive to enamel and dentine. *J Dent.* 2012;40:475–84.
32. Perdigão J, Sezinando A, Monteiro PC. Laboratory bonding ability of a multi-purpose dentin adhesive. *Am J Dent.* 2012;25:153–8.
33. Perdigão J, Sezinando A, Monteiro PC. Effect of substrate age and adhesive composition on dentin bonding. *Oper Dent.* 2013;38:267–74.
34. Van Meerbeek B, Kanumilli P, De Munck J, Van Landuyt K, Lambrechts P, Peumans M. A randomized controlled study evaluating the effectiveness of a two-step self-etch adhesive with and without selective phosphoric acid etching of enamel. *Dent Mater.* 2005;21:375–83.
35. Marchesi G, Frassetto A, Mazzoni A, Apolonio F, Diolosa M, Cadenaro M, et al. Adhesive performance of a multi-mode adhesive system: 1-Year in vitro study. *J Dent.* 2014;42:603–12.
36. Yoshida Y, Yoshihara K, Nagaoka N, Hayakawa S, Torii Y, Ogawa T, et al. Self-assembled nano-layering at the adhesive interface. *J Dent Res.* 2012;91:376–81.
37. De Munck J, Van Landuyt K, Peumans M, Poitevin A, Lambrechts P, Braem M, et al. A critical review of the durability of adhesion to tooth tissue: methods and results. *J Dent Res.* 2005;84:118–32.
38. Peumans M, De Munck J, Van Landuyt KL, Poitevin A, Lambrechts P, Van Meerbeek B. Eight-year clinical evaluation of a 2-step self-etch adhesive with and without selective enamel etching. *Dent Mater.* 2010;26:1176–84.
39. Sauro S, Mannocci F, Toledano M, Osorio R, Thompson I, Watson TF. Influence of the hydrostatic pulpal pressure on droplets formation in current etch-and-rinse and self-etch adhesives: a video rate/TSM microscopy and fluid filtration study. *Dent Mater.* 2009;25:1392–402.
40. Outhwaite WC, Mckenzie DM, Pashley DH. A versatile split-chamber device for studying dentin permeability. *J Dent Res.* 1974;53:1503–13.
41. Oliveira SSA, Pugach MK, Hilton JF, Watanabe LG, Marshall SJ, Marshall GW. The influence of the dentin smear layer on adhesion: a self-etching primer vs. a total-etch system. *Dent Mater.* 2003;19:758–67.
42. Schneider H, Fröhlich M, Erler G, Engelke C, Merte K. Interaction patterns between dentin and adhesive on prepared class V cavities in vitro and in vivo. *J Biomed Mater Res.* 2000;53:86–92.
43. Chersoni S, Suppa P, Grandini S, Goracci C, Monticelli F, YIU C, et al. In vivo and in vitro permeability of one-step self-etch adhesives. *J Dent Res.* 2004;83:459–64.
44. Cadenaro M, Antonioli F, Sauro S, Tay FR, Di Lenarda R, Prati C, et al. Degree of conversion and permeability of dental adhesives. *Eur J Oral Sci.* 2005;113:525–30.
45. Brown A, Yankowitz D. Tooth pulp tissue pressure and hydraulic permeability. *Circ Res.* 1964;15:42–50.
46. Rosales-Leal JI, La Torre-Moreno de FJ, Bravo M. Effect of pulp pressure on the micropermeability and sealing ability of etch & rinse and self-etching adhesives. *Oper Dent.* 2007;32:242–50.
47. Prati CC, Ferrieri PP, Galloni CC, Mongiorgi RR, Davidson CLC. Dentine permeability and bond quality as affected by new bonding systems. *J Dent.* 1995;23:217–26.
48. Reis A, Grande RH, Oliveira GM, Lopes GC, Loguercio AD. A 2-year evaluation of moisture on microtensile bond strength and nanoleakage. *Dent Mater.* 2007;23:862–70.
49. Osorio R, Toledano M, De Leonardi G, Tay F. Microleakage and interfacial morphology of self-etching adhesives in class V resin composite restorations. *J Biomed Mater Res.* 2003;66:399–409.
50. Toledano M, Osorio R, Albaladejo A, Aguilera FS, Osorio E. Differential effect of in vitro degradation on resin-dentin bonds produced by self-etch versus total-etch adhesives. *J Biomed Mater Res.* 2006;77A:128–35.
51. Hosaka K, Nakajima M, Yamauti M, Aksornmuang J, Ikeda M, Foxton RM, et al. Effect of simulated pulpal pressure on all-in-one adhesive bond strengths to dentine. *J Dent.* 2007;35:207–13.