

**UNIVERSIDAD DE GRANADA
FACULTAD DE ODONTOLOGIA
DEPARTAMENTO DE ESTOMATOLOGIA**



**INFLUENCIA DEL ENVEJECIMIENTO, POR INMERSIÓN
EN AGUA DESTILADA, EN LA RESISTENCIA ADHESIVA
DE DIFERENTES SISTEMAS DENTINARIOS.**

TESIS DOCTORAL

VITOR JOSÉ GLAZIOU TAVARES

GRANADA, 2007

UNIVERSIDAD DE GRANADA
FACULTAD DE ODONTOLOGIA
DEPARTAMENTO DE ESTOMATOLOGIA

INFLUENCIA DEL ENVEJECIMIENTO, POR INMERSIÓN
EN AGUA DESTILADA, EN LA RESISTENCIA ADHESIVA
DE DIFERENTES SISTEMAS DENTINARIOS.

TESIS DOCTORAL

Presentada por:

VITOR JOSÉ GLAZIOU TAVARES

Julio, 2007

Directores:

Manuel Toledano Pérez

Raquel Osorio Ruiz

Mário Cruz Polido

ÍNDICE

	Pág.
1 - INTRODUCCIÓN	4
1.1 ANTECEDENTES	4
1.2 HISTOLOGIA Y MORFOLOGIA DE LA DENTINA	9
1.3 CONCEPTO DEL PROCEDIMIENTO ADHESIVO	13
1.4 CLASIFICACIÓN DE LOS SISTEMAS ADHESIVOS	20
1.4.1 Adhesivos que modifican el barrillo dentinario	21
1.4.2 Adhesivos que disuelven el barrillo dentinario	22
1.4.3 Adhesivos que eliminan el barrillo dentinario	26
2 - OBJETIVOS	30
3 - MATERIAL Y MÉTODOS	31
3.1 MICROTENSION	31
3.1.1 Selección y conservación de muestras	31
3.1.2 Distribución de grupos	31
3.1.3 Preparación de los especímenes	33
3.1.4 Test de evaluación de la fuerza adhesiva mediante microtensión	35
3.2 ANÁLISIS FRACTOGRÁFICO	36
3.3 MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO (MEB)	36
3.4 ANÁLISIS ESTADÍSTICO	37
3.4.1 Estadística descriptiva	37
3.4.2 Estadística analítica	37
4 - RESULTADOS	38
4.1 MICROTENSION	38
4.2 ANÁLISIS FRACTOGRÁFICO	44
4.3 MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO (MEB)	45
5 - DISCUSIÓN	49
6 - CONCLUSIONES	65
7 - BIBLIOGRAFÍA	66

1 – INTRODUCCIÓN

1.1 ANTECEDENTES

Los principales problemas de la adhesión de los materiales de restauración a la dentina, son: 1) la microfiltración marginal, que permite el paso de bacterias y de componentes salivales por la interfase material restaurador-diente, causando daños a la pulpa, 2) la degradación de los márgenes de la restauración y las posibles recidivas de caries y 3) el desplazamiento de las restauraciones.

Buonocuore, en 1955, describió un método simple de unión de la resina acrílica a la superficie del esmalte; su método consistía en aplicar ácido ortofosfórico, al 85 %, sobre el sustrato, seguido de una fase de lavado con agua y secado con aire. Este procedimiento producía una superficie rugosa del esmalte, a la que se podía unir mecánicamente la resina acrílica. Un año más tarde Buonocuore et al. (1956), publicaron un artículo en el que se describía un material de resina, monómero de dimetacrilato con grupos reactivos de fosfato, capaz de unir químicamente a la estructura inorgánica de la dentina, pero con una fuerza de unión menor que al esmalte.

Los adhesivos son resinas fluidas de baja viscosidad que mojan la superficie del esmalte de alta energía superficial, siendo asimismo atraídos hacia las microporosidades por el efecto de la atracción capilar, formando las prolongaciones de resina que permiten una micro-retención mecánica (Buonocuore, 1955; Perdigão *et al.*, 2000).

El esmalte es un tejido que presenta una composición química casi exclusivamente mineral. Cuando se preparó con ácido fosfórico muestra características propias, presentando un aumento de la energía superficial y aparición profusa de microporosidades.

La dentina es un sustrato complejo, y sus propiedades y características son determinantes en casi todos los procedimientos restauradores y de prevención. Se hace necesario un mejor conocimiento morfo-funcional de las interfases adhesivo-dentina para evolución de las técnicas de restauración dental y de prevención. Debido por un lado a sus características morfológicas, y, por otro, a la formación del *smear layer* o barrillo dentinario durante la preparación cavitaria, la adhesión a la dentina es más difícil de obtener ya que el barrillo dentinario impide que el adhesivo entre en contacto con la dentina. Así, el pretratamiento de la dentina es esencial para obtener una adhesión eficaz. Los primeros sistemas adhesivos ideados fueron resinas fluidas de baja viscosidad que mojaban una superficie de alta energía superficial. Estos eran atraídos hacia las microporosidades por efecto de atracción capilar, formando las prolongaciones de resina que causaban una microretención mecánica (Buonocore MG, 1955; Perdigão *et al.*, 1999), pero mostraron resultados insatisfactorios tanto en clínica como en laboratorio. Aunque tradicionalmente se ha considerado cierta influencia de la unión química en la adhesión a la dentina, cada vez más, se destaca el protagonismo de la unión micromecánica con la formación de *tags* de resina en el interior de los túbulos y en la formación de una estructura híbrida entre la dentina y la resina, denominada capa híbrida o zona de interdifusión (Nakabayashi *et al.*, 1982; Nakabayashi, 1992a; Van Meerbeek *et al.*, 1992).

Para que la capa híbrida se forme es necesaria la desmineralización de la dentina, quedando la matriz de colágeno expuesta y permeable para ser infiltrada por la resina que, al

polimerizar, da lugar a la formación de un conglomerado terapéutico integrado por una matriz de resina y un polímero fibroso biológico que es el colágeno (Pashley y Carvalho, 1997). En la actualidad, la adhesión a la dentina se basa en la formación de esa capa híbrida.

La degradación hidrolítica de la capa híbrida parece ser el factor más débil de los sistemas adhesivos actuales. Se piensa que la desmineralización moderada de la dentina puede liberar cristales de hidroxiapatita en la matriz de colágeno, mejorando por tanto su durabilidad (Takarada, 1990).

Hoy en día, la tecnología de adhesión a la dentina ofrece dos posibilidades de actuación, por un lado la técnica de grabado ácido total y por otro una técnica más reciente, la de los autograbadores hidrofílicos con resina. El grabado ácido de la dentina retira el barrillo dentinario y, como consecuencia de la desmineralización de la dentina y de la pérdida de ese barrillo dentinario, los túbulos dentinarios se abren en la capa superficial de la dentina y aumentan las microporosidades de la dentina intertubular permitiendo que los *primers*, que son sustancias hidrofílicas, actúen, preparando la dentina para el adhesivo (Nakabayashi *et al.*, 1982, Toledano *et al.*, 1999). La diferencia de estos sistemas adhesivos convencionales respecto a los sistemas adhesivos autograbadores es que estos últimos tienen imprimadores acidulados, capaces de penetrar en los canales acuosos formados entre las partículas de barrillo dentinario, alargarlos y interactuar con la capa superficial de la dentina.

La mayor limitación de los actuales adhesivos restauradores es su durabilidad limitada en la cavidad oral (Van Meerbeek *et al.*, 1998). Las restauraciones adhesivas solamente se mantienen en condiciones óptimas de tres a cinco años (Hickel *et al.*, 2001). Las razones más citadas para el fallo de las restauraciones adhesivas

son la pérdida de retención y una deficiente adaptación marginal (Mjor *et al.*, 2002a; Mjor *et al.*, 2002b). Una retención mejorada de estos adhesivos fue registrada con la introducción de la técnica de los adhesivos de grabado total, en el inicio de los años 90, a través de la cual el ácido fosfórico es aplicado simultáneamente al esmalte y a la dentina (Van Meerbeek *et al.*, 1998; Barkmeier *et al.*, 1996; Trevino *et al.*, 1996; Van Meerbeek *et al.*, 1996). Actualmente existe una ventaja obvia en el desarrollo de los adhesivos con un procedimiento de aplicación más sencillo.

El mecanismo básico de adhesión al esmalte y a la dentina consiste esencialmente en un proceso de intercambio, envolviendo la sustitución del tejido duro dental por monómeros de resina, que se quedan retenidos en las microporosidades criadas. Basados en la estrategia adhesiva antes descrita, tres mecanismos de adhesión son actualmente usados con los sistemas actuales (Van Meerbeek *et al.*, 2001; Van Meerbeek *et al.*, 2003a).

En un abordaje de grabado total, el diente es primero acondicionado (30-40% de ac. fosfórico) y lavado. Este paso acondicionador es seguido por un paso de imprimador y luego de aplicación de la resina adhesiva, resultando un procedimiento convencional de aplicación con tres pasos. Esta técnica de grabado total es definitivamente la más eficaz para conseguir una adhesión eficaz y estable al esmalte. Los *tags* de resina son formados a través de la polimerización *in situ* de la resina en los poros formados y envolviendo los cristales de hidroxiapatita individualmente expuestos. En la dentina el mecanismo de adhesión primaria de los adhesivos de grabado total está basado en la difusión primaria y depende de la hibridización de la resina en las fibras expuestas de colágeno. Los adhesivos de grabado total simplificados de dos pasos, combinan el *primer* y el adhesivo en una aplicación (muchas veces referidos como adhesivos de un bote).

Los adhesivos autograbadores utilizan monómeros ácidos no lavados que simultáneamente condicionan y impriman la dentina. El diente ya no es lavado, lo que no solamente disminuye el tiempo de aplicación clínica, sino también reduce significativamente la sensibilidad de la técnica. Adicionalmente a los procedimientos de aplicación de uno y de dos pasos, dependiendo del uso de agentes de adhesión libres de solvente o no, se debería tener en cuenta otra distinción entre los adhesivos autograbadores "moderados" y "fuertes". Los adhesivos autograbadores "fuertes" poseen un bajo pH (<1) y han sido descritos como un mecanismo de adhesión y una ultra-morfología interfacial semejante a los producidos por los adhesivos de grabado total. Consecuentemente, el mecanismo de adhesión implícito es basado en la difusión primaria, semejante al abordaje de los de grabado total. Los adhesivos moderados de autograbadores ($\text{pH} \pm 2$) solamente disuelven parcialmente la superficie dentinaria, de modo que una cantidad substancial de hidroxiapatita se queda disponible en la capa híbrida. La adhesión es, consecuentemente, obtenida de forma micromecánica a través de una fina capa híbrida y por interacción química adicional de los grupos específicos carboxilo/fosfato de los monómeros funcionales con la hidroxiapatita residual (Yoshida *et al.*, 2004).

Nakabayashi y Saimi (1996) han estudiado que la penetración de adhesivos autograbadores a través del barrillo dentinario es lenta, así podrá ser considerado un acondicionamiento previo (Torii *et al.*, 2002), para ayudar al adhesivo autograbador a la penetración a través de los espacios desmineralizados (Van Landuyt *et al.*, 2005). Un tratamiento adicional de la matriz de colágeno con un agente proteolítico, como por ejemplo hipoclorito de sodio (NaOCl) tiene un efecto benéfico para estos adhesivos, facilitando la infiltración y posibilitando una interacción química (Toledano *et al.*, 1999) entre la resina y la dentina (Toledano *et al.*, 2002; Inaba *et al.*, 1995). Algunas alteraciones en la aplicación del adhesivo a las indicadas por el fabricante, tales como la duplicación de las capas

durante la aplicación (Ogata *et al.*, 1999) o un mayor tiempo de acción del adhesivo (Ferrari *et al.*, 1997) pueden ser considerados intentos para obtener una mejor relación adhesivo/sustrato dental.

1.2 HISTOLOGIA Y MORFOLOGIA DE LA DENTINA

La dentina es semitraslúcida en estado fresco y de color ligeramente amarillo. Es similar al hueso en su composición química, aunque se la considera más dura; está compuesta en un 30% de material orgánico y en un 70% de material inorgánico en volumen. De la parte orgánica el 92% es colágeno (en peso), consistiendo la parte inorgánica principalmente en cristales de hidroxiapatita (Fawcet, 1995).

A lo largo del eje del diente la dentina tiene un aspecto estriado radiado debido a la presencia de innumerables, diminutos y paralelos túbulos dentinarios que se irradian desde la cavidad pulpar hacia la unión amelodentinaria. Cada túbulo contiene la larga prolongación apical de un odontoblasto. Los odontoblastos productores de dentina son unas células columnares que forman una capa epitelial alrededor de la periferia de la cavidad pulpar inmediatamente por debajo de la superficie interna de la dentina. Estas células están mucho menos íntimamente adheridas en sus superficies laterales que lo hacen las células de la mayoría de los epitelios, por lo que ocasionalmente pueden observarse capilares entre ellas. Su núcleo alargado está en el citoplasma basal a diferentes niveles, lo cual confiere al epitelio un alineamiento menos uniforme que el de la mayoría de los epitelios (Fawcet, 1995).

Los túbulos dentinarios no son rectos en toda su longitud, sino que tienen una ligera forma de S con una curvatura primaria y una

curvatura secundaria helicoidal con una amplitud de micrómetros. Cerca de sus extremos se ramifican, penetrando algunas ramas una corta distancia en el esmalte, dando lugar a los *husos* de esmalte(Fawcet, 1995).

El número de túbulos en la superficie pulpar y externa de la dentina varía mucho, siendo cerca de la superficie pulpar de aproximadamente $65.000/\text{mm}^2$, y cerca del esmalte de aproximadamente $15.000/\text{mm}^2$ (Davis, 1988).

Según la estructura morfológica y composición de la dentina se pueden considerar diferentes tipos de la misma: dentina primaria, dentina secundaria, dentina terciaria, dentina peritubular, dentina intertubular, dentina globular, dentina interglobular, dentina coronal, dentina cervical, dentina radicular.

- **Dentina primaria** : Se subdivide en dentina del manto y en dentina circumpulpar. La dentina del manto es la dentina que se forma primero en la corona y que yace bajo la unión amelodentinaria. También se ha descrito en la raíz, subyacente a la capa granular. Así es la parte más externa o más periférica de la dentina primaria y mide alrededor de $20\ \mu\text{m}$. Está limitada por la unión amelodentinaria y por la zona de dentina interglobular (Bhaskar, 1993).

a) dentina del manto: se calcifica de una forma lineal, al contrario que la dentina circumpulpar, calcificándose esta última de forma globular (Davis, 1988).

b) dentina circumpulpar: es la dentina que constituye la mayor parte de la dentina del diente y se extiende desde la cavidad pulpar a la dentina del manto. A causa de su mecanismo de calcificación, esta dentina muestra una morfología globular

característica, con la presencia de glóbulos calcificados en su parte más periférica, por debajo de la dentina del manto (Davis, 1988).

- **Dentina secundaria:** es la banda estrecha de dentina que limita la pulpa y representa la dentina que se forma una vez completada la raíz y contiene menos túbulos que la dentina primaria. Esta dentina no se forma uniformemente y se encuentra en mayor cantidad en el techo y piso de la cámara pulpar donde protege a la pulpa. (Bhaskar, 1993).

- **Dentina terciaria:** es la dentina reparadora, de respuesta o de reacción. Es una formación localizada de dentina en el límite pulpa-dentina, que se forma como respuesta al trauma, como en caso de caries o en procedimientos restauradores. Esta dentina se caracteriza por tener menor número de túbulos que la dentina normal (Bhaskar, 1993).

- **Dentina peritubular:** es la dentina que rodea internamente los túbulos dentinarios formando las paredes de los mismos en su totalidad. Contiene más del 9% de contenido mineral que la dentina intertubular (Bhaskar, 1993).

- **Dentina intertubular:** es la dentina que forma el cuerpo principal de la misma. Se encuentra entre los túbulos dentinarios o más específicamente entre las zonas de la dentina peritubular (Bhaskar, 1993).

- **Dentina globular:** es el resultado de la adhesión de las calcosferitas de fosfato de calcio dispersas en la dentina circumpulpar que van formando glóbulos de hidroxapatita cristalina. A continuación, estas calcosferitas continúan creciendo por aposición, lo que ocasiona la formación de grandes glóbulos calcificados. Cuando estas esférulas crecen se fusionan entre sí

para completar la dentina intertubular de la dentina circumpulpar (Davis, 1988).

- **Dentina interglobular:** es la que se localiza en las porciones externas de la dentina circumpulpar, cerca de la dentina del manto. Son las regiones de matriz de colágeno no calcificada situadas entre los glóbulos de las calcosferitas globulares de la dentina circumpulpar (Davis, 1988).

- **Dentina coronal:** es la dentina que se localiza en la corona y es diferente en términos estructurales y de composición a la dentina radicular.

- **Dentina cervical:** es una zona de la dentina que está en la transición de la dentina coronal y de la dentina radicular. Este tipo de dentina es muy semejante en términos estructurales y de composición a la dentina radicular.

- **Dentina radicular:** Los odontoblastos que forman esta dentina se diferencian a partir de las células epiteliales de Hertwig. La dentina formada por estos odontoblastos de la raíz es diferente en términos estructurales y de composición a la dentina de la corona (Cate, 1988).

Los odontoblastos se mueven en forma centrípeta, dejando atrás la dentina formada y quedando el proceso odontoblástico ocupando el túbulo de la dentina mineralizada. Estos túbulos dentinarios pasan a ser un registro permanente del movimiento de los odontoblastos. Así, en la dentina coronal presentan forma de “S” y en la dentina radicular forma recta (Cate, 1988).

Otra particularidad de la dentina radicular es la existencia de la “Capa Granulosa de Tomes”. Esta región de la dentina es muy peculiar y sólo se encuentra en la parte más periférica de la

dentina radicular, en la unión dentina-cemento. Aparece como una serie de gránulos oscuros, sin matriz de colágeno y, por lo tanto, sin calcificación, que se extienden a lo largo de toda la raíz, siendo más numerosos en el vértice que en la unión cemento-esmalte. Aunque no está todavía claro su origen, se piensa que estos gránulos se forman a partir de una serie de pequeñas cámaras de aire, producidas probablemente por incurvación de los túbulos dentinarios para formar asas en este área (Cate, 1988).

1.3 CONCEPTO DEL PROCEDIMIENTO ADHESIVO

La adhesión se define como el estado en el que dos superficies se mantienen unidas mediante fuerzas o energías interfaciales basadas en mecanismos químicos, mecánicos o ambos, con la mediación de un adhesivo (ISO/TR 11405: 1994(E)).

Los materiales capaces de unir dos superficies se denominan adhesivos, mientras que los materiales a los que se aplica el adhesivo se denominan adherentes (McCabe, 1958). El espacio virtual que hay entre las superficies unidas se denomina interfase.

En el caso de la Odontología entran en juego tres sustratos: el diente, el material de restauración y el adhesivo. Por consiguiente, siempre se crean dos interfases: adhesivo-diente y adhesivo-material de restauración.

La adhesión puede conseguirse por medio de dos mecanismos: adhesión mecánica o adhesión química. En la adhesión mecánica el adhesivo simplemente se imbrica en las zonas retentivas del adherente. Cuando las irregularidades superficiales, responsables de la adhesión tienen dimensiones apreciables a simple vista se denomina adhesión macromecánica, mientras que en la adhesión

micromecánica las irregularidades son microscópicas. En el caso de la adhesión química, el adhesivo tiene una afinidad química por la superficie del adherente, si la atracción es producida por fuerzas de Van der Waals o puentes de hidrógeno, el enlace resultante puede ser relativamente débil; por otra parte, la formación de enlaces iónicos o covalentes puede dar lugar a un enlace más resistente. Nakabayashi y Pashley (1998) denominan a la adhesión química por fuerzas de atracción secundarias adhesión física.

Cualquiera que sea el mecanismo de adhesión, el adhesivo debe ser capaz de humedecer la superficie a adherir para que se establezca un contacto íntimo entre el adhesivo y el adherente. La capacidad de un adhesivo para humectar una superficie puede evaluarse midiendo el ángulo de contacto que se forma cuando se aplica una gota de adhesivo sobre la superficie. Para obtener una buena humectación se requiere que el ángulo de contacto sea bajo, idealmente cerca de 0° ; ángulos de contacto elevados indican un mojado deficiente y la formación de glóbulos (McCabe, 1958). Los principales factores físicos que afectan al ángulo de contacto son la tensión superficial del adhesivo y la energía superficial libre de la superficie adherente. La condición que debe prevalecer si se desean ángulos de contacto pequeños es que la energía superficial libre del sustrato ha de ser superior a la tensión superficial del adhesivo (McCabe, 1958).

En consecuencia, se puede establecer que el proceso de adhesión en Odontología se fundamenta en el siguiente proceso:

1. Acondicionamiento del adherente o sustrato con el fin de alterar su morfología y/o su estructura química.
2. Imprimación del adherente, gracias a la aplicación de una sustancia química, con la finalidad de hacer ese sustrato más receptivo al adhesivo.
3. Aplicación del adhesivo.

Estos tres pasos no tienen por qué darse siempre, ni de forma claramente diferenciada. Puede darse de forma simultánea o faltar alguno de ellos, en función del sistema adhesivo que se aplique.

Como anteriormente se ha expuesto, una de las claves para conseguir una buena adhesión es establecer una íntima relación entre el adhesivo y el sustrato (Marshall *et al.*, 1997a); por ello, uno de los fallos en los primeros adhesivos fue no tener en cuenta que la dentina, después de ser preparada, siempre está cubierta por una capa de barrillo dentinario o *smear layer* (Eliades, 1993).

El barrillo dentinario es una capa que se forma en la superficie de la dentina como consecuencia de su preparación por medios mecánicos (Eick *et al.*, 1970). Este barrillo está formado por restos granulares que cubren tanto la dentina intertubular como los orificios de los túbulos. Estos glomérulos de barrillo de aproximadamente 0,05-0,1 μm de diámetro cierran los túbulos originando *tags* de barrillo dentinario cuya profundidad oscila entre 1 y 10 μm (Pashley *et al.*, 1988). Su composición química es la misma que la de la dentina de la que se originan (Pashley *et al.*, 1988). En otras palabras, no es más que dentina pulverizada compuesta principalmente por fibras de colágeno mineralizadas y cortadas (Nakabayashi y Pashley, 1998).

Los sistemas adhesivos que se usaron en principio se unían directamente al barrillo dentinario, pero no conseguían penetrar a través de él. La máxima resistencia al cizallamiento que se obtenía con estos agentes era de 5 MPa, más débil que la fuerza cohesiva del barrillo dentinario (Davidson *et al.*, 1984; Lopes *et al.*, 2002). El análisis posterior de las superficies adhesivas mediante microscopía electrónica de barrido (MEB) mostró que estaban cubiertas de partículas de barrillo dentinario, esto significaba que los 5 MPa se correspondían con los valores de la fuerza cohesiva de las propias partículas de barrillo. La verdadera fuerza de

adhesión interfacial entre la resina y la parte más superficial del barrillo era superior a 5 MPa, pero desconocida. Dada la limitada resistencia del barrillo, las dos opciones que quedaban eran eliminarlo o desarrollar agentes que penetraran a través del mismo y en la matriz dentinaria subyacente. Ambos procedimientos se han aplicado posteriormente con éxito (Eick *et al.*, 1970; Eick *et al.*, 1991; Eick *et al.*, 1992; Watanabe *et al.*, 1994; Tay *et al.*, 2000). El barrillo dentinario se puede eliminar fácilmente con ácidos como el ortofosfórico, con soluciones quelantes, por técnicas de ultrasonidos o modificarlo con peróxido de hidrógeno o hipoclorito sódico. El hecho es que las diferentes sustancias que se han aplicado para remover el barrillo dentinario y para conseguir una adhesión óptima a la dentina, también disuelven parte de la superficie dentinaria, exponiendo muchas fibrillas de colágeno; esto significa que el sustrato real para adherir, y que tiene que ser infiltrado por las resinas, es la matriz de colágeno, no la matriz dentinaria mineralizada.

Para conseguir una adecuada adhesión entre el tejido dentinario y la resina es necesario, por tanto, el tratamiento ácido del mismo, que permita el acceso a sus componentes (Marshall *et al.*, 1997a). Este grabado de la dentina, como parte del acondicionamiento dentinario, ha permitido el tratamiento simultáneo de este tejido y del esmalte, originando la técnica de grabado ácido total, con las ventajas terapéuticas que conlleva (Fusayama *et al.*, 1979).

La aplicación de un ácido sobre la dentina produce una serie de cambios morfológicos tales como la disolución del barrillo dentinario y la descalcificación de la dentina peritubular e intertubular, que se traducen en un ensanchamiento de los orificios de los túbulos y en un aumento de la rugosidad de la dentina intertubular (Eliades *et al.*, 1997; Toledano *et al.*, 1999). La desmineralización producida por el ácido ha de ser suficiente para permitir la penetración de la resina, pero no tanto como para dejar

una zona débil con colágeno colapsado (Marshall *et al.*, 1997a). Debido a las diferentes características histológicas de los componentes dentinarios, los procesos de desmineralización que sufren la dentina peritubular y la intertubular son, hasta cierto punto, independientes (Kinney *et al.*, 1995).

La dentina peritubular se disuelve al penetrar el ácido en los túbulos dentinarios, produciendo un ensanchamiento de los mismos que adoptan una forma de embudo, quedando en su interior el colágeno expuesto (Van Meerbeek *et al.*, 1992; Marshall *et al.*, 1993; Eliades *et al.*, 1997). En el caso de la dentina intertubular, la pérdida del contenido mineral hace que se esponga la matriz de colágeno que tiende a colapsarse por la pérdida del soporte inorgánico (Van Meerbeek *et al.*, 1992; Marshall *et al.*, 1993). Incluso con este comportamiento diferente, se ha demostrado que no había diferencias en el grado de desmineralización entre ambas dentinas (Marshall *et al.*, 1995), a pesar de que se pensaba que los túbulos dentinarios favorecían la penetración y el efecto del ácido y que el mayor grado de mineralización de la dentina peritubular podría contrarrestar la actividad del mismo.

Perdigão (1995) describe tres capas sucesivas en la dentina intertubular desmineralizada cuando los túbulos dentinarios se observan longitudinalmente, una capa superficial de colágeno desnaturalizado que ha perdido la estructura en bandas, por la desaparición de los puentes de hidrógeno que le confieren la estructura en α -hélice (Eliades *et al.*, 1997), con la presencia de partículas de barrillo dentinario y muy pocos orificios abiertos; una capa, más profunda, que ha perdido prácticamente todo su contenido cálcico, aunque se observen cristales de hidroxiapatita sueltos y distribuidos entre las fibras de colágeno que están íntimamente unidas y entrecruzadas formando haces y con su estructura en bandas intacta; y una última capa, más profunda,

cerca del área sin afectar, que se corresponde con una dentina parcialmente descalcificada con un contenido mineral relativamente uniforme; en ella se observan muy pocas fibras de colágeno, algunas de las cuales se hallan desorganizadas y otras embebidas en mineral. Esta dentina supone el fin del frente de desmineralización y se separa y distingue claramente de la dentina intacta por un espacio prácticamente vacío, donde sólo hay algunos cristales de hidroxapatita y unas pocas fibras de colágeno distribuidas en su interior. Este espacio vacío también es evidente en la zona de transición entre el colágeno peritubular y intertubular (Perdigão, 1995).

Cuando los túbulos se seccionaban con angulación, la entrada de los mismos está rodeada de un collar engrosado, similar a las áreas de transición entre la dentina peritubular y la intertubular; el colágeno peritubular presentaba un patrón circular, aunque algunas fibras corrían verticalmente. Las fibras intertubulares tenían una distribución aleatoria paralela a la superficie dentinaria.

La dentina sufre además cambios dimensionales debido a su desmineralización parcial, que se manifiestan en un hundimiento de su superficie (Kinney *et al.*, 1995; Marshall *et al.*, 1997b), este hundimiento depende de la fracción mineral (Ten Cate *et al.*, 1991). De este modo, la dentina intertubular desciende en forma lineal hasta estabilizarse sin verse afectada por la persistencia del grabado ácido (Kinney *et al.*, 1995). Sin embargo, en la dentina peritubular, al existir un menor porcentaje de fibras de colágeno, el grabado provoca un descenso lineal que no se estabiliza (Kinney *et al.*, 1995; Marshall *et al.*, 1997b). También se producen cambios en la composición molecular de la dentina: disminución de ortofosfatos y carbonatos cálcicos y un aumento de los grupos amidas I, II y III. En el colágeno dentinario también se producen modificaciones moleculares, disminución de uniones intermoleculares por uniones de puentes de hidrógeno de los

grupos carboxilo I de la estructura en α -hélice y un aumento de los grupos carboxilo pro-amida unidos por puentes de hidrógeno al agua, ambos característicos de la desnaturalización del colágeno (Eliades *et al.*, 1997).

La profundidad de la desmineralización de la dentina intertubular oscila entre 2 y 7 μm (Nakabayashi *et al.*, 1982; Van Meerbeek *et al.*, 1992 y 1993; Pashley y Carvalho, 1997). La adhesión queda comprometida si la profundidad de la desmineralización excede la profundidad de la penetración de la resina (Perdigão *et al.*, 1994; Nakabayashi, 1992a). Las interacciones entre la dentina y acondicionador dependen del agente que se aplique (Van Meerbeek *et al.*, 1992), de su concentración (Kato y Nakabayashi, 1996), pH, osmolaridad, del tiempo de aplicación (Kinney *et al.*, 1995) y del tipo de agente de relleno; por ejemplo, el sílice coloidal disminuye la extensión de la disolución de dentina peritubular e intertubular si se compara con polímeros hidrófilos como el alcohol polivinilo (Perdigão *et al.*, 1996).

El grabado ácido transforma, por tanto, una superficie sólida en una superficie porosa, disminuyendo su efecto con la profundidad (Nakabayashi y Pashley, 1998; Kinney *et al.*, 1995). Para Pashley *et al.* (1995) el grabado ácido de la dentina da lugar a un aumento en la permeabilidad transdentinal, por la eliminación del barrillo dentinario y de los tapones del mismo que rellenan el interior de los túbulos dentinarios.

Una vez expuesta la red fibrosa rica en colágeno, los monómeros hidrófilicos han de tener la capacidad de difundir a través de la misma (Nakabayashi *et al.*, 1992b). Para que dicha difusión se produzca es fundamental mantener la integridad estructural de las fibras de colágeno, su aspecto esponjoso y flotante, y que los microcanales entre las fibras de colágeno dentro de la red

desmineralizada se mantengan abiertos (Nakabayashi *et al.*, 1982; Van Meerbeek *et al.*, 1998).

1.4 CLASIFICACIÓN DE LOS SISTEMAS ADHESIVOS

La incapacidad de las resinas compuestas para adherir directamente a los sustratos dentales, hizo que la aplicación de un sistema adhesivo fuera un paso intermedio indispensable en los procedimientos clínicos donde se utilicen dichos materiales. Desde el comienzo de los años noventa ha habido un significativo progreso en el comportamiento clínico de los adhesivos dentinarios (Inoue *et al.*, 2000).

La clasificación de los sistemas adhesivos más comúnmente utilizada es la que se basa en la cronología de la aparición de estos materiales en el mercado y los separa en generaciones (1^a, 2^a, 3^a, 4^a y última generación). Sin embargo, esta clasificación carece de soporte científico, no aclara de forma objetiva el número de pasos clínicos realizados durante la aplicación de estos sistemas adhesivos, ni tampoco cómo interactúan con el sustrato (Van Meerbeek *et al.*, 1998).

Van Meerbeek *et al.* (1998), propusieron una clasificación de los sistemas adhesivos basada en el modo de interacción con el sustrato o mecanismo de adhesión, contemplando también el número de pasos clínicos requeridos para su aplicación:

A – Adhesivos de un solo paso:

a) adhesivos que modifican el barrillo dentinario

B – Adhesivos de dos pasos:

a) adhesivos que modifican el barrillo dentinario

- b) adhesivos que disuelven el barrillo dentinario
- c) adhesivos que eliminan el barrillo dentinario

C – Adhesivos de tres pasos:

- a) adhesivos que eliminan el barrillo dentinario.

Para facilitar la descripción de la clasificación de adhesivos y basándonos en la de Van Meerbeek (1998), los separamos en tres grupos:

1 - Adhesivos que modifican el barrillo dentinario

2 - Adhesivos que disuelven el barrillo dentinario

3 - Adhesivos que eliminan el barrillo dentinario

1.4.1 – Adhesivos que modifican el barrillo

Se trata de una resina adhesiva mezclada con ácidos débiles, que se aplica sobre la dentina y el barrillo dentinario. La resina modifica el barrillo dentinario para poder infiltrarlo y acceder a la dentina subyacente. Mediante este procedimiento no se produce la exposición tradicional de las fibras de colágeno. El fundamento de estos adhesivos consiste en considerar el barrillo dentinario como una barrera natural contra la penetración de las bacterias, vía túbulos dentinarios, al interior de la cámara pulpar, al mismo tiempo que dificulta la salida del líquido tubular a la superficie de la dentina, lo que podría alterar las técnicas adhesivas. Una vez que los monómeros polimerizan en el espesor del barrillo dentinario se establecen uniones químicas y micromecánicas leves, que refuerzan la nueva estructura, así como su unión a la estructura subyacente.

Clínicamente este grupo de materiales incluyen básicamente a los antiguos sistemas adhesivos que requerían un grabado ácido

selectivo del esmalte como un paso separado. Muchos de estos materiales ya no se utilizan debido a su deficiente efectividad clínica. Sin embargo, algunos materiales utilizados actualmente, como es el caso de los agentes imprimadores utilizados previamente a la aplicación de resinas modificadas por poliácidos o compómeros, también están incluidos en este grupo (Inoue *et al.*, 2000).

1.4.2 - Adhesivos que disuelven el barrillo dentinario

Los sistemas adhesivos clasificados como disolventes del barrillo dentinario son los actualmente conocidos como autograbadores, que se caracterizan por presentar el procedimiento clínico más simplificado. Estos materiales disuelven el barrillo y simultáneamente desmineralizan la superficie del sustrato, y como no son lavados, el barrillo se incorpora al proceso de adhesión reduciéndose los problemas asociados a la sensibilidad de la técnica. (Yoshiyama *et al.*, 1998; Fritz y Finger *et al.*, 1999).

El concepto de sistemas adhesivos autograbadores ha sido introducido a través de una antigua generación de adhesivos que estaban indicados para uso exclusivo del esmalte y, por lo tanto, era necesario un paso separado de grabado ácido del esmalte. En los sistemas convencionales de adhesión se da lugar a la aparición de un frente de desmineralización a partir del grabado ácido cuyo espesor es mayor que el frente de infiltración de las resinas adhesivas. Eso supone que las fibras de colágeno de la base puedan quedar desprotegidas y expuestas, puesto que se trata de una zona de dentina desmineralizada y no infiltrada, es decir, una zona no hibridizada, ya que no tiene resina. Todo ello da como consecuencia que esta zona es muy susceptible a la hidrólisis y a la fractura cuando las preparaciones se someten a pruebas de resistencia mecánica. A la larga, esta región de colágeno sin hidroxiapatita y sin resina puede ser la responsable de fracasos en

las restauraciones. La presencia de bacterias en esa zona puede afectar a esa base de la capa híbrida dando lugar al conocido fenómeno de nanofiltración (Aguilera *et al.*, 2004).

La durabilidad de la adhesión composite-dentina es un punto clave para el éxito de la restauración a lo largo del tiempo (Sano *et al.*, 1999). Los sistemas autograbadores han sido propuestos como agentes adhesivos adecuados para la adhesión dentinaria, y esto parece ser una abordasen promisoría para la reducción de la sensibilidad de la técnica en la adhesión dentinaria (Nunes *et al.*, 2006b).

Estos sistemas se deben difundir por la desmineralización a través del barrillo dentinario y en la dentina subyacente, formando una capa híbrida (dentina infiltrada de resina) y dejando esta dentina intacta y celada (Nakabayashi *et al.*, 1998).

Los adhesivos autograbadores actuales proporcionan grabado ácido e imprimación simultánea del esmalte y de la dentina, dando lugar a una simplificación del procedimiento clínico de aplicación de estos materiales, debido a la reducción en el número de pasos y a la falta de necesidad de un lavado tras el grabado. Por esto, el uso de los sistemas adhesivos autograbadores parece ser prometedor para evitar problemas clínicos importantes como el colapso de las fibras de colágeno debido al secado tras el grabado ácido de la dentina, el fenómeno de sobremojado resultante de una eliminación insuficiente de la humedad de la superficie grabada en la técnica húmeda de adhesión (Tay *et al.*, 1994 y 1997). La profundidad de desmineralización tras la aplicación del adhesivo depende del tipo de monómero acídico, de la duración de la aplicación y de la composición del sustrato (Opdam *et al.*, 1998; Miyazaki *et al.*, 2002).

La relación entre la profundidad de desmineralización y la extensión de la penetración de la resina es la clave para crear una capa híbrida de calidad. Una infiltración pobre de la resina adhesiva dentro del sustrato desmineralizado deja nano-espacios dentro de la capa híbrida (Sano *et al.*, 1995; Spencer *et al.*, 1999) y esta región puede ser susceptible a la degradación por los fluidos orales (Sano *et al.*, 1999).

En los casos de los sistemas autograbadores, como estos materiales desmineralizan la superficie del sustrato dentario y sus monómeros infiltran simultáneamente a través de las microporosidades generadas y a continuación se polimerizan *in situ*, teóricamente no hay diferencia entre la profundidad de desmineralización y la extensión de penetración de dichos materiales (Watanabe *et al.*, 1994; Nishida *et al.*, 1993; Nakabayashi y Saimi, 1996).

Los adhesivos autograbadores se dividen en adhesivos de dos pasos y adhesivos de un paso (*All-in-one*). Los primeros se presentan en dos frascos separados conteniendo en uno de ellos el agente autograbador (monómeros acídicos y agentes imprimadores) y en el otro el agente de unión. Los de un solo paso combinan los pasos de grabado, imprimación y adhesión en una única solución.

En lo que se refiere a la composición, componentes como HEMA y agua están presentes en casi todos los adhesivos autograbadores, además de moléculas acídicas como monómeros fosfatados (MDP, PENTA, di-HEMA fosfato y ésteres) y moléculas acídicas orgánicas (4-MET, ácidos maleico y itacónico). En todos los sistemas adhesivos autograbadores, el agua es un componente fundamental, ya que permite la ionización de los monómeros acídicos para que haya una desmineralización de los tejidos dentales duros.

La polimerización incompleta de los radicales libres de los monómeros de vinyl existe y se debe a la presencia del oxígeno (Rueggeberg y Margeson, 1990), al agua intrínseca en el barrillo dentinario que contiene canales rellenos por agua (Pashley *et al.*, 2002; Frankenberger *et al.*, 2001), al agua de los adhesivos autograbadores en la medida en que es un componente integral necesario como solvente y para la ionización en los monómeros ácidos de resina de modo que consigan con eficacia desmineralizar la dentina (Tay y Pashley, 2001), a la presencia de otros solventes (etanol) (Dickens y Cho, 2005), o a la existencia de incompatibilidades químicas entre los componentes de los adhesivos, especialmente cuando son utilizados adhesivos autograbadores de un paso (Cheong *et al.*, 2003; Osorio *et al.*, 2003). En el sentido de facilitar la evaporación del agua y de otros solventes, los fabricantes aconsejan un secado delicado con aire del diente tratado durante unos segundos después de la aplicación del *primer* adhesivo. No obstante existe controversia acerca de los beneficios de este paso. El secado con aire puede no ser capaz de inducir evaporación significativa del exceso de agua y/o solvente, y puede disminuir el espesor del adhesivo antes de la fotopolimerización que podrá bajar la fuerza de tensión, porque una capa más delgada de adhesivo será mucho más susceptible a la inhibición del oxígeno de la polimerización (Miyazaki *et al.*, 2003). Esta polimerización incompleta debido a la presencia del agua y/o inhibición de oxígeno de los adhesivos acelerará la degradación de la adhesión entre la resina y la dentina (Michelsen *et al.*, 2003). Debido a estas circunstancias la eficacia de polimerización de estos adhesivos en condiciones diferentes de evaporación del solvente necesita ser estudiada con objeto de asegurar una adhesión segura y duradera a un tejido con un grande porcentaje de agua como es la dentina.

1.4.3 - Adhesivos que eliminan el barrillo dentinario

Este sistema es en el que se basan la mayoría de los adhesivos utilizados actualmente, también conocidos como sistemas de grabado total. En su presentación inicial, estos materiales se aplicaban en tres pasos consecutivos: grabado ácido, imprimación y aplicación de la resina adhesiva.

El grabado ácido remueve el barrillo dentinario, desmineraliza la capa superficial de la dentina, abre los túbulos dentinarios y aumenta las micro-porosidades de la dentina intertubular permitiendo que los imprimadores, que son sustancias hidrofílicas, actúen preparando la dentina para su interacción con el adhesivo (Nakabayashi *et al.* 1982; Toledano *et al.*, 1999).

Una vez desmineralizados los tejidos dentales, la función de los imprimadores (*primers*) es la de transformar la superficie dental hidrofílica en hidrofóbica, para conseguir así la unión de la resina adhesiva. Para ello estos agentes contienen en su composición monómeros polimerizables con propiedades hidrofílicas, como por ejemplo el HEMA, disueltos en acetona, agua y/o etanol, los que sirven como vehículo para transportar los monómeros a través del tejido desmineralizado (Inoue *et al.*, 2000).

Los sistemas adhesivos que contienen solventes orgánicos volátiles, como el etanol o la acetona, se fundamentan en la capacidad de estos solventes para desplazar el agua remanente, facilitando así la penetración de los monómeros a través de las microporosidades generadas por el grabado ácido en la estructura prismática del esmalte, dentro de los túbulos dentinarios abiertos y a través de los nanoespacios de la red de colágeno en la dentina (Tay *et al.*, 1996a). De esta forma se conseguirá una infiltración completa de los tejidos, al crearse una estrecha relación física con

la microestructura tisular, siempre que los tejidos estén previamente humedecidos (Tay *et al.*, 1996b).

Los imprimadores que contienen agua llevan fundamentalmente HEMA y ácido polialquenoico. Estos materiales basan su mecanismo de acción en que tras su aplicación, y al secar la superficie con aire, el agua se evapora, aumentando la concentración de HEMA. Este principio de diferencia de volatilidad del solvente frente al soluto es muy importante; el agua tiene una presión de vapor mucho más alta que el HEMA; de hecho, a presión atmosférica el HEMA se considera casi no volátil; esto permite su retención, puesto que su solvente, el agua, se evapora durante el secado (Nakabayashi y Pashley, 1998).

El procedimiento de imprimación termina en una dispersión con un chorro suave de aire con la finalidad de remover el solvente y dejar una película de resina homogénea y brillante en la superficie. El tercer paso consiste en la aplicación de un agente de unión hidrofóbico, que se unirá químicamente a la resina compuesta aplicada posteriormente.

El resultado de este procedimiento de tres pasos es lo que se llama generalmente hibridación o formación de la capa híbrida (Nakabayashi *et al.*, 1982) o zona de interdifusión (Van Meerbeek *et al.*, 1993), además de la formación de *tags* de resina, que son factores muy importantes para la adhesión micromecánica de las resinas.

Con la aparición de los adhesivos en un único bote (*one-bottle*) el procedimiento convencional de aplicación de los sistemas adhesivos removedores de barrillo dentinario de tres pasos se redujo a dos pasos, debido a la combinación de los agentes imprimadores y de unión en una sola solución. Básicamente, el actual mecanismo de adhesión empleado por estos sistemas

simplificados no difiere del realizado por sus precursores de tres pasos. A pesar de que el procedimiento clínico utilizando estos sistemas de dos pasos es más sencillo, el tiempo de aplicación no ha sido sustancialmente reducido, ya que se recomienda la aplicación de estos materiales en varias capas, sobretodo de los adhesivos con alto contenido en acetona, para garantizar un espesor suficiente de adhesivo en la superficie de la capa híbrida que hará el papel de amortiguador de tensiones. El nanorelleno incorporado a algunos de estos materiales también colabora en el establecimiento de una capa de resina uniforme que fortalezca la capa híbrida.

Estos sistemas adhesivos necesitan que se utilice una técnica de adhesión húmeda al no realizarse el paso de imprimación de forma independiente. El tejido debe mantenerse húmedo, para evitar que, en el caso de la dentina, el colágeno desmineralizado se colapse impidiendo la infiltración completa del adhesivo. Sin embargo, el control clínico del grado de humedad óptimo es muy difícil y por ello esta técnica se considera bastante sensible (Frankenberger *et al.*, 2000). Es fácil distinguir cuando la superficie está seca, pero no lo es tanto diferenciar si está o no demasiado húmeda. Esto conlleva el riesgo de que los monómeros hidrófilos del imprimador no puedan desplazar toda la humedad del espesor de la dentina grabada, situación que es clínicamente real y que Tay *et al.* (1996a) denominaron fenómeno de sobremojado (*overwetting*), documentándola ultramorfológicamente. Este exceso de agua afecta la polimerización de la resina dentro de la capa híbrida, originando una fase de separación de los componentes monoméricos hidrófilos y hidrófobos que da lugar a la aparición de formaciones globulares en la interfase dentina-resina. Estas deficiencias en la interfase, indudablemente, debilitan la unión y dan lugar a un sellado incompleto de los túbulos (Tay *et al.*, 1996a).

Por otro lado, cuando los adhesivos con solventes orgánicos se aplican en condiciones secas, se produce una infiltración incompleta de la dentina, formándose lo que Tay *et al.* (1996b) definieron como capa híbridoide.

Para evitar los fenómenos adversos, tanto por el exceso de humedad como de secado de los sustratos dentarios, se recomienda utilizar una técnica de secado por absorción, removiendo el excedente con una bolita de algodón seca o papel secante después de acondicionar (Kanca, 1992; Tay *et al.*, 1996a). Una superficie suficientemente húmeda se evidencia clínicamente por una superficie uniformemente brillante en la que no hay agua en movimiento.

A pesar del éxito clínico de la técnica de grabado total, recientemente han aparecido nuevos sistemas adhesivos cuyo uso no requiere el grabado ácido previo de las superficies, con el fin de simplificar el procedimiento adhesivo (Tanumiharja *et al.*, 2000) y reducir la sensibilidad de la técnica, sobre todo en lo que se refiere al grado de humedad (Pashley y Tay, 2001).

2 – OBJETIVOS

Los objetivos del presente estudio fueron los siguientes:

- 1 – Estudiar la resistencia a la microtracción de diferentes sistemas adhesivos de grabado total y autograbadores en dentina coronal, siguiendo las instrucciones de aplicación del fabricante a las 24 horas.
- 2 – Evaluar el efecto del almacenamiento durante seis y doce meses en agua destilada en la longevidad de la fuerza de adhesión de los sistemas adhesivos evaluados.
- 3 - Comparar la resistencia adhesiva de cada uno de los diferentes sistemas adhesivos, en dentina coronal, tras los diferentes periodos de almacenamiento.
- 4 – Realizar un análisis fractográfico de los fallos producidos en los especímenes adheridos con los diferentes sistemas dentinarios, después del almacenamiento en agua a lo largo del tiempo.
- 5 – Analizar la caracterización de la interfase obtenida en cada sistema adhesivo y en cada periodo de almacenamiento mediante microscopia electrónica de barrido (MEB).

3 - MATERIAL Y MÉTODOS

Con la intención de obtener los objetivos propuestos, se realizaron pruebas de microtensión, análisis fractográfico de los especímenes obtenidos y estudio de la interfase fracturada mediante microscopía electrónica de barrido (MEB).

3.1 ESTUDIO DE MICROTENSION

3.1.1. Selección y conservación de muestras

En este estudio se utilizaron 60 terceros molares humanos recién extraídos y libres de caries. Una vez lavados con abundante agua destilada, se conservaron previamente a su utilización en agua destilada a 4º C. El período de conservación no superó los seis meses (Rueggeberg, 1991).

3.1.2. Distribución de grupos

Se usaron cinco sistemas adhesivos. Cuatro sistemas adhesivos autograbadores, siendo estos divididos en adhesivos:

1) autograbadores de dos pasos:

- Clearfil SE Bond (CSEB) (Kuraray Co. Ltd., Osaka, Japan);
- NRC+Prime & Bond NT (NRCPBNT) (Dentsply, Konstanz, Germany)

2) autograbadores de un paso:

- Prompt- L-Pop (PLP) (3M Dental-Espe, USA);
- Solist (Sol) (DMG GmbH, Hamburg, Germany)

3) y por último, un sistema adhesivo de grabado total:

- Prime & Bond NT (PBNT) (Dentsply, Konstanz, Germany)

La composición química de todos los sistemas de adhesión aparece en la tabla 1. Por su parte, la tabla 2 indica el pH de los adhesivos empleados en el estudio.

Tabla 1-Composición química de los sistemas adhesivos

Adhesivo	Composición
Adhesivos autograbadores de dos pasos	
Clearfil SE Bond	Primer: MDP, HEMA, di-metacrilato hidrofílico, CQ, DEPT, agua. Adhesivo: MDP, HEMA, CQ, di-metacrilato hidrofóbico, DEPT, sílice coloidal silanizado
NRC+Prime & Bond NT	NRC: Ácido itacónico, Ácido maleico, agua y solvente PBNT: Resinas de di-y trimetacrilato, Sílice amorfa funcionalizada, PENTA, Fotoiniciadores, Estabilizantes, Hidrofluoruro de cetilamina, Acetona.
Adhesivos autograbadores de un paso	
Prompt L-Pop	Compartimiento A: Ácido fosfórico, Metacrilato, Esteres, Foto-iniciadores, Estabilizadores, BAPO. Compartimiento B: Agua, complejo de fluor de zinc, estabilizadores
SOLIST	Sólo un recipiente: HEMA, TEGDMA, Acetona. Catalizador/Estabilizador, Elastómero.
Adhesivos de grabado total	
Prime & Bond NT	Resinas de di-y trimetacrilato, Sílice amorfa funcionalizada, PENTA, Fotoiniciadores, Estabilizantes, Hidrofluoruro de cetilamina, Acetona.

Abreviaturas: **MDP:** 10-metacrililoiloxi metacrilato; **HEMA:** 2-hidroxietil metacrilato; **CQ:** d,l-camforoquinona; **DEPT:** N,N-dietanol p-toluidina; **Bis-GMA:** bisfenol A diglicidil éter dimetacrilato; **TEGDMA:** Trietilenglicoldimetacrilato; **BHT:** butylated hidroxy toluene; **BAPO:** óxido de bis-acil fosfine; **PENTA:** monofosfato de dipentaeritriol penta acrilato.

Tabla 2- pH de los *primers* y de los adhesivos empleados en el estudio.

Adhesivos	pH
Clearfil SE Bond	1,9
SOLIST	1,8
NRC+Prime & Bond NT	1,2
Prompt L-Pop	0,8
Prime & Bond NT	2,4

3.1.3. Preparación de los especímenes

Para la preparación de cada muestra se pulió la corona de cada diente, para eliminar el esmalte oclusal en una pulidora (Exakt – Apparatebau, Otto Herman, Norderstedt, Germany) con disco de SiC bajo irrigación continúa hasta llegar a la dentina media, y se realizó la remoción del esmalte remanente con disco de pulido de SiC de 220 grit. Se reproduce el *smear layer* con un disco de pulido de 500 grit de SiC, bajo irrigación continua, en una máquina de pulir (Exakt – Apparatebau, Otto Herman, Norderstedt, Germany). Se lava el espécimen con agua y se realiza la aplicación del sistema adhesivo según las instrucciones del fabricante (Tabla 3). Se construyó una corona de 7-8 mm de altura con composite Tetric Ceram (Vivadent, Schaan, Liechtenstein) siguiendo las instrucciones del fabricante. Cada grupo de estudio constó de 4 molares para obtener al menos en cada uno 20 barritas. Los dientes fueron almacenados en agua destilada a 37° durante 24 horas, 6 meses y 12 meses.

Tabla 3-Técnica de aplicación de los sistemas adhesivos.

Adhesivos	Procedimientos
Adhesivos autograbadores de dos pasos	
Clearfil SE Bond	Aplicar <i>primer</i> durante 20 s y secar con aire. Aplicar adhesivo y secar con aire. Fotopolimerizar durante 10 s.
NRC+Prime & Bond NT	Aplicar NRC levemente en la dentina por 20 s. Secar levemente con aire. Aplicar el PBNT por 30 s, secar 5 s y, fotopolimerizar por 20 s.
Adhesivos autograbadores de un paso	
Prompt L-Pop	Mezclar la burbuja 1 con la burbuja 2 y después con la burbuja 3. Aplicar durante 30 s. Dejar secar durante 5 s. Fotopolimerizar durante 10 s.
SOLIST	Aplicar 1ª capa durante 30 s. Secar durante 5 s. Fotopolimerizar durante 10 s. Aplicar 2ª capa durante 5 s. Secar durante 5 s. Fotopolimerizar durante 10 s.
Adhesivos de grabado total	
Prime & Bond NT	Aplicar ácido durante 20 s. Lavar 10 s. Secar levemente. Dejar la dentina húmeda. Aplicar adhesivo en 1 capa durante 30 s. Secar 5 s. Fotopolimerizar durante 20 s.

3.1.4. Test de evaluación de la fuerza adhesiva mediante microtensión

Tras la conservación de los dientes durante los periodos establecidos en agua destilada a 37° C, se seccionaron las raíces a nivel del fulcro con agua corriente en una máquina de corte accuton 50 (Struers, Copenhagen, Denmark). Se prepararon las cámaras pulpares retirando la pulpa con un instrumento de corte de alta revolución (Kavo Dental GMBH & Co., Biberach, Germany). Tras retirar la pulpa, se prepararon las cámaras pulpares con ácido fosfórico al 37% durante 20 segundos, y a continuación se aplicó el sistema adhesivo utilizado para el grupo y se rellenaron las cámaras pulpares con resina Tetric Ceram (Vivadent, Schaan, Liechtenstein).

A continuación, fueron colocadas las muestras en unos portamuestras con cera dental y seccionadas con un micrótopo de tejidos duros; primero en láminas seriadas de 1 mm y después en barritas de aproximadamente 1 mm² de sección (Shono *et al.*, 1999).

Una vez preparados los especímenes, se fijaron a continuación las barritas a un aparato de test Bencor Multi-T modificado (Danville Engineering Co., Danville, CA, USA) con un adhesivo de cianoacrilato Zapit (dental Ventures of America Inc., Corona, CA, USA) y se testaron bajo tensión hasta su rotura utilizando una máquina de ensayos de fuerza universal Instron 4411 (Instron Inc., Canton, MA, USA) con una velocidad de cruceta de 0,5 mm/min.

Las barras fracturadas fueron cuidadosamente retiradas del aparato, y se efectuó la medición de su área en el punto de fractura con una desviación de hasta 0,1 mm, mediante un calibrador digital Sylvae Ultra-Call Li (Fowler Inc., Newton, MA, USA).

La fuerza de tensión de cada barrita se calculó como la fuerza de fractura dividida por el área de la sección y se expresa en MPa. Para cada material se calculó la media de la fuerza de tensión a partir de, al menos, 10 barritas sujetas a tensión.

3.2 ANÁLISIS FRACTOGRÁFICO

Se efectuó la observación de los especímenes fracturados utilizando un esteromicroscopio (Olympus SZ-CTV, Olympus, Tokio, Japan) de 40 aumentos con el fin de determinar el tipo de fallo. Los tipos de fallo fueron clasificados como adhesivo o mixto.

3.3. MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO (MEB)

Para el estudio de las interfases de los sistemas adhesivos se seleccionaron dos secciones representativas de cada grupo experimental pertenecientes a la prueba de microtensión para la observación de la superficie de fractura de cada barrita con MEB. Las secciones seleccionadas fueron incluidas en una solución fijadora de glutaraldehído al 2% en agua durante 24 horas, tras las cuales se desecaron durante 48 horas (Simple Dry Beeper Samplatec Corp., Japón) y se cementaron en el porta-muestras de aluminio para la microscopía electrónica de barrido. Tras ser metalizadas con oro con una unidad de cobertura Polaron E500 (Polaron Equipment Ltd., Watford, Inglaterra) se observaron en un microscopio electrónico de barrido (ZEISS DMS-950, Kart-Zeiss, Germany) con un voltaje de aceleración de 20 kV para examinar la morfología de las interfases despegadas.

Se han escogido aquellas más representativas para ilustrar la exposición de los resultados del trabajo.

3.4 ANÁLISIS ESTADÍSTICO

3.4.1 Estadística descriptiva

Se ha efectuado un análisis estadístico de todas las variables estudiadas. Como medida de tendencia central se utilizó la media aritmética y como medida de dispersión la desviación estándar.

3.4.2 Estadística analítica

Los resultados se analizaron con el test ANOVA incluyendo interacciones. Se analizaron comparaciones múltiples mediante el test Student-Newman-Keuls ($p < 0,05$).

El análisis estadístico de los datos se realizó con el programa de estadística SPSS/PC+ V-4.0 (SPSS Inc., Chicago, IL, USA).

4 – RESULTADOS

4.1 MICROTENSION

El test ANOVA multifactorial para la variable dependiente microtensión, considerando como variables independientes: tipo de adhesivo y periodo de almacenamiento, fue estadísticamente significativo ($p < 0,001$).

Tanto el factor tipo de adhesivo, como el factor tipo de almacenamiento en agua destilada a 37° durante 24 horas ($F=15,79$; $p=0,001$), 6 meses ($F=18,13$; $p=0,001$) y 12 meses ($F=16,26$; $p=0,001$) son estadísticamente significativos.

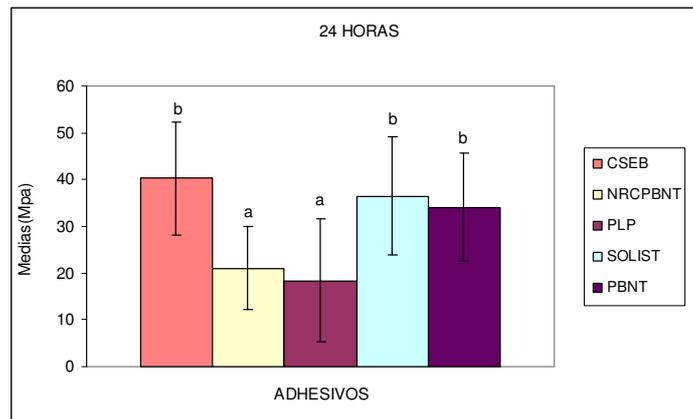
Las medias y las desviaciones estándar en MPa se muestran en la tabla 4. En cada columna, las medias con la misma letra son significativamente iguales y medias con letras diferentes son significativamente diferentes. En cada línea media con números diferentes son significativamente diferentes.

Tabla 4: Medias y desviaciones estándar de microtensión de cada adhesivo obtenidas en los diferentes periodos de envejecimiento ($p=0,001$).

ADHESIVOS	24 HORAS	n	6 MESES	n	12 MESES	n
CSEB	40,24 (12,0) b 1	42	33,20 (10,7) b 1	26	32,05 (15,8) b 1	20
NRCPBNT	21,07 (8,8) a 1	24	18,03 (7,9) a 1	26	Fallo de prueba	
PLP	18,45 (13,1) a 1	22	14,08 (5,9) a 1	20	12,56 (6,2) a 1	22
SOLIST	36,45 (12,6) b 1	20	26,77 (7,2) b 1	16	16,88 (6,8) a 2	22
PBNT	34,05 (11,6) b 1	22	30,15 (8,6) b 1	22	29,69 (6,0) b 1	16

El gráfico 1 presenta los valores de la resistencia adhesiva en MPa de los adhesivos a las 24 horas. Se verifica que el CSEB, Solist y PBNT tienen valores más altos de fuerza de adhesión y son significativamente diferentes de los NRCPBNT y PLP.

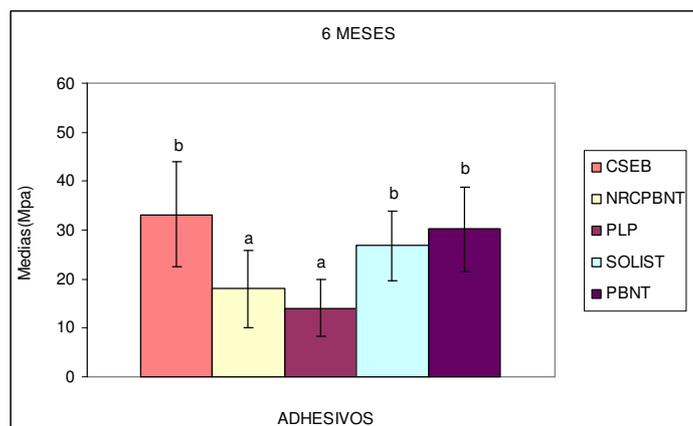
Gráfico 1 – Media y desviación estándar (MPa) de microtensión de los cinco sistemas adhesivos tras 24 horas de almacenamiento.



Las medias con la misma letra son significativamente iguales y medias con letras diferentes son significativamente diferentes ($F=15,79$; $p=0,001$).

El gráfico 2 muestra los valores de la resistencia adhesiva en MPa de los adhesivos a los 6 meses. Se observa que los adhesivos que presentan los valores más altos de fuerza de adhesión son el CSEB, Solist y PBNT y son significativamente diferentes de los NRCPBNT y PLP.

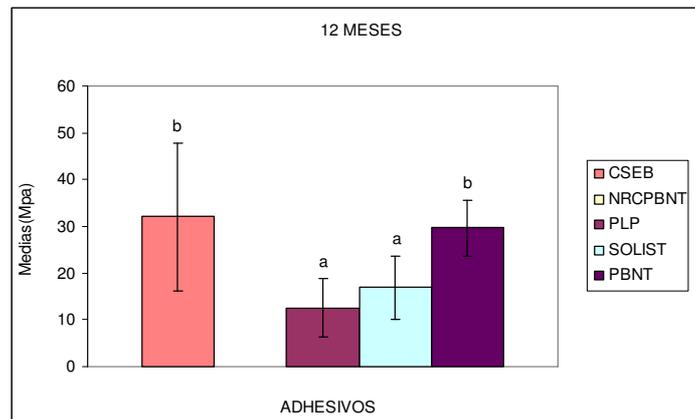
Gráfico 2 - Media y desviación estándar (MPa) de microtensión de los cinco sistemas adhesivos tras 6 meses de almacenamiento.



Las medias con la misma letra son significativamente iguales y medias con letras diferentes son significativamente diferentes ($F=18,13$; $p=0,001$).

El gráfico 3 expresa los valores de la resistencia adhesiva en MPa de los adhesivos a los 12 meses. Se verifica que el CSEB y PBNT tiene valores más altos de fuerza de tensión y son significativamente diferentes del Solist y PLP. En el NRCPBNT hubo fallos pretest.

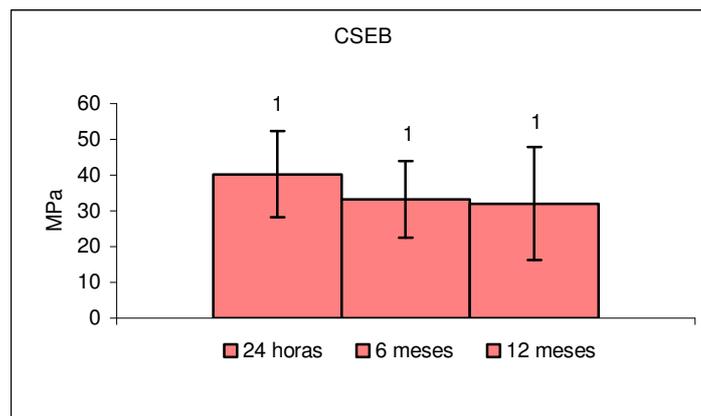
Gráfico 3 – Media y desviación estándar (MPa) de microtensión de los cinco sistemas adhesivos tras 12 meses de almacenamiento.



Las medias con la misma letra son significativamente iguales y medias con letras diferentes son significativamente diferentes ($F=16,26$; $p=0,001$).

El gráfico 4 expone los valores de la resistencia adhesiva en MPa del adhesivo CSEB a lo largo del tiempo en almacenamiento en agua. Los valores de fuerza de tensión son mas bajos a los 12 meses pero no presentan diferencias estadísticamente significativas respecto a las 24 horas y a los 6 meses.

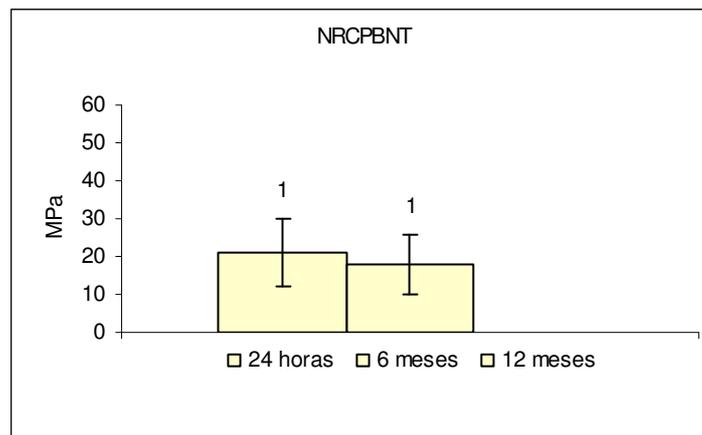
Gráfico 4 – Media y desviación estándar (MPa) de microtensión del adhesivo CSEB a lo largo del tiempo.



Las medias con el mismo número son significativamente iguales y medias con números diferentes son significativamente diferentes ($F=1,99$; $p=0,15$).

El gráfico 5 muestra los valores de la resistencia adhesiva en MPa del adhesivo NRCPBNT a lo largo del tiempo en almacenamiento en agua. Los valores de fuerza de tensión son más bajos a los 6 meses pero no presentan diferencias significativas con las 24 horas. Hubo fallos pretest a los 12 meses.

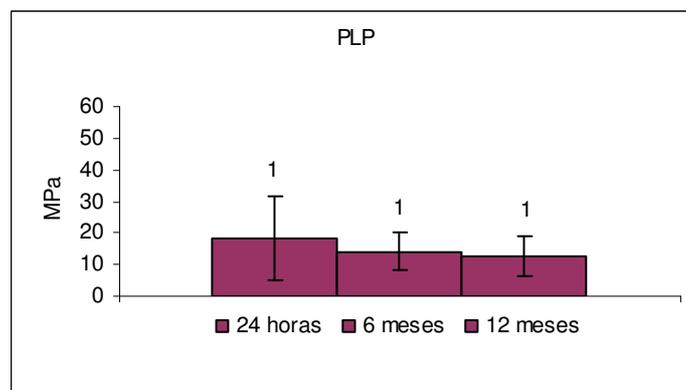
Gráfico 5 – Media y desviación estándar (MPa) de microtensión del adhesivo NRCPBNT a lo largo del tiempo.



Las medias con el mismo número son significativamente iguales y medias con números diferentes son significativamente diferentes ($F=0,81$; $p=0,38$)

El gráfico 6 presenta los valores de la resistencia adhesiva en MPa del adhesivo PLP a lo largo del tiempo en almacenamiento en agua. Los valores de fuerza de tensión son más bajos a los 12 meses pero sin diferencias significativas respecto a las 24 horas y a los 6 meses.

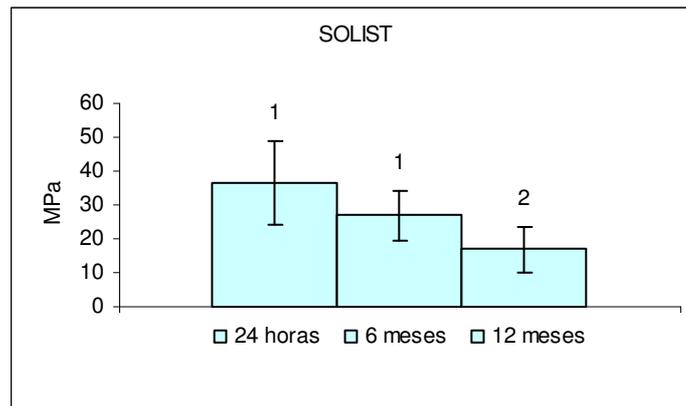
Gráfico 6 – Media y desviación estándar (MPa) de microtensión del adhesivo PLP a lo largo del tiempo.



Las medias con el mismo número son significativamente iguales y medias con números diferentes son significativamente diferentes ($F=1,22$; $p=0,31$).

El gráfico 7 expone los valores de la resistencia adhesiva en MPa del adhesivo Solist a lo largo del tiempo en almacenamiento en agua. Los valores de fuerzas de tensión son más bajos a los 12 meses y presentan diferencias significativas respecto a las 24 horas y a los 6 meses.

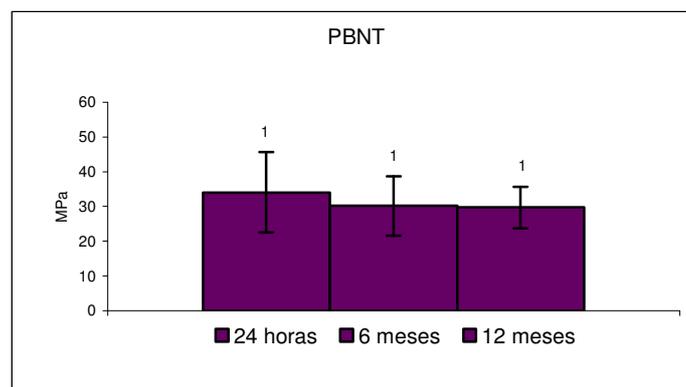
Gráfico 7 – Media y desviación estándar (MPa) de microtensión del adhesivo SOLIST a lo largo del tiempo.



Las medias con el mismo número son significativamente iguales y medias con números diferentes son significativamente diferentes ($F=11,56$; $p=0,001$).

El gráfico 8 expresa los valores de la resistencia adhesiva en MPa del adhesivo PBNT a lo largo del tiempo en almacenamiento en agua. Los valores de fuerzas de tensión son más bajos a los 12 meses pero sin diferencias significativas respecto a las 24 horas y a los 6 meses.

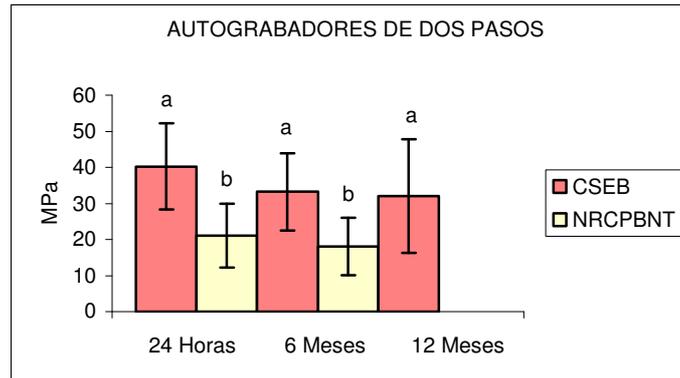
Gráfico 8 – Media y desviación estándar (MPa) de microtensión del adhesivo PBNT a lo largo del tiempo.



Las medias con el mismo número son significativamente iguales y medias con números diferentes son significativamente diferentes ($F=0,68$; $p=0,52$).

El gráfico 9 presenta los valores de la resistencia adhesiva en MPa de los adhesivos autograbadores de dos pasos (CSEB y NRCPBNT) tras su almacenamiento durante 24 horas, 6 y 12 meses. Los valores de fuerzas de tensión del CSEB son mayores en todos los tiempos de almacenamiento que los del NRCPBNT y son estadísticamente diferentes.

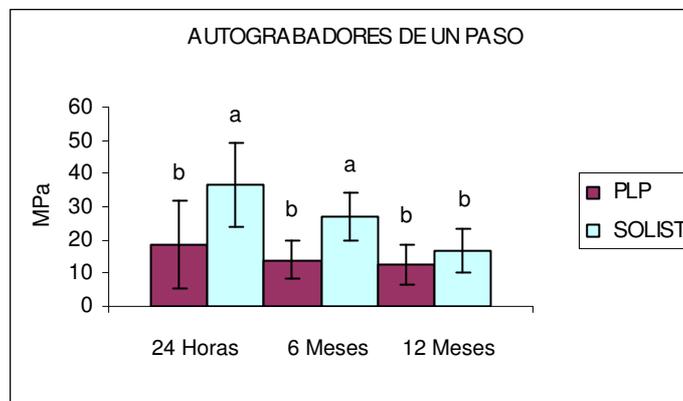
Gráfico 9 – Media y desviación estándar (MPa) de microtensión de los adhesivos autograbadores de dos pasos (CSEB y NRCPBNT) a lo largo del tiempo.



Las medias con la misma letra son significativamente iguales y medias con letras diferentes son significativamente diferentes

El gráfico 10 muestra los valores de la resistencia adhesiva en MPa de los adhesivos autograbadores de un paso (PLP y Solist) a lo largo del tiempo. Los valores de fuerza de tensión del Solist son mayores en todos los tiempos de almacenamiento que los del PLP, pero a los 12 meses son estadísticamente semejantes, aunque a las 24 horas y a los 6 meses son significativamente diferentes.

Gráfico 10 – Media y desviación estándar (MPa) de microtensión de los adhesivos autograbadores de un paso (PLP y Solist) a lo largo del tiempo.



Las medias con la misma letra son significativamente iguales y medias con letras diferentes son significativamente diferentes

4.2 ANÁLISIS FRACTOGRÁFICO

Los porcentajes de los tipos de fallos observados quedan reflejados en la tabla 5.

El análisis del tipo de fallo realizado con un estereomicroscópio reveló que en el caso del CSEB y PBNT se evidenciaron más fallos mixtos a las 24 horas y a los 6 meses. Sin embargo, tras 12 meses de almacenamiento, en el CSEB el número de fallos mixtos disminuyó y hubo aumento en los fallos adhesivos sin llegar a la mitad de la muestra. Por su parte, en el PBNT aumentó en mayor proporción el número de fallos adhesivos a los 12 meses. En los adhesivos NRCPBNT y PLP, hubo más fallos adhesivos en todos los periodos de almacenamiento. El Solist presentó mayor porcentaje de fallos mixtos a las 24 horas, pero hay una disminución a los 6 y 12 meses con un aumento de fallos adhesivos.

Tabla 5: Porcentaje de tipos de fallo (A: adhesivo, M: mixto) de los diferentes sistemas adhesivos en los distintos periodos de almacenamiento .

Adhesivos	24 Horas		6 Meses		12 Meses	
	A	M	A	M	A	M
CSEB	24	76	26	74	45	55
NRCPBNT	58	42	80	20	X	X
PLP	65	35	78	22	82	18
Solist	28	72	49	51	85	15
PBNT	26	74	33	67	72	28

4.3 MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO (MEB)

En la valoración de la microscopia electrónica de barrido se han seleccionado dos fotos de cada adhesivo, CSEB (autograbador de dos pasos), PLP (autograbador de un paso) y PBNT (grabado total), en dos periodos de envejecimiento, 24 horas y 12 meses: una foto corresponde a la imagen de la superficie de fractura completa de la barrita y la otra corresponde a la imagen a mayor aumento de una zona de dicha superficie.

Se han elegido aquellas más representativas para ilustrar la exposición de los resultados del trabajo.

En el siguiente espécimen adherido con CSEB después de 24 horas de inmersión en agua, se observa fallo mixto y lo mismo ocurre en la capa superior de la capa híbrida (Figs. 1 y 2).

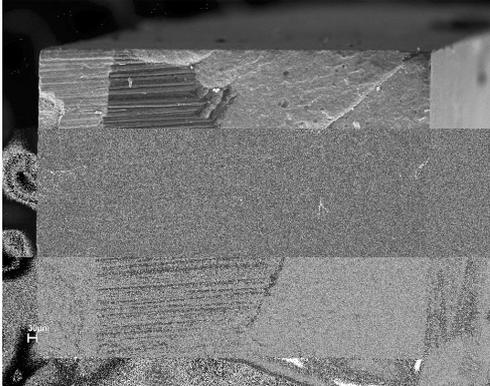


Fig 1: Imagen de MEB de una superficie de dentina fracturada de un espécimen adherido con CSEB se observa fallo mixto entre el barrillo hibridizado y la dentina después de 24 horas de inmersión en agua de un espécimen adherido.

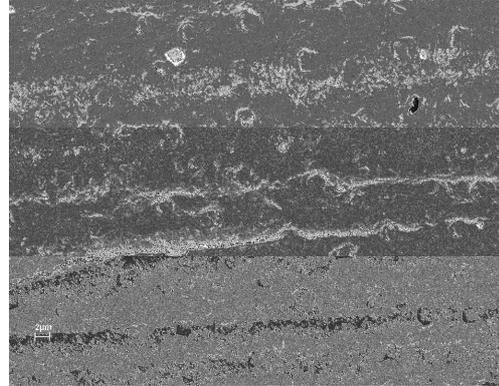


Fig 2: La imagen de MEB anterior, a mayor aumento, el fallo se produce en la capa superior de la capa híbrida. Se observan algunas estrías de pulido en la superficie.

En el espécimen adherido con CSEB después de 12 meses de inmersión en agua, se puede observar fallo mixto y lo mismo ocurre en la capa superior de la capa híbrida, mostrando algunos túbulos dentinarios parcialmente cubiertos con el barrillo dentinario hibridizado (Figs. 3 y 4).

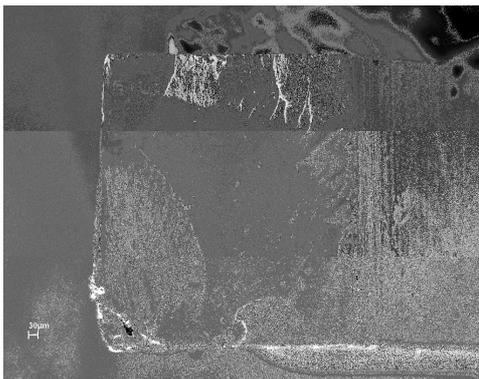


Fig. 3: Imagen de MEB de una superficie de dentina fracturada de un espécimen adherido con CSEB se observa un fallo mixto, después de 12 meses de inmersión en agua

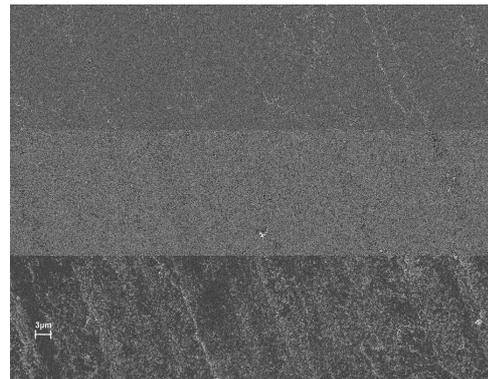


Fig 4: La imagen de MEB anterior, a mayor aumento, el fallo ocurre en la capa superior de la capa híbrida, mostrando los orificios de algunos túbulos dentinarios parcialmente cubiertos con el barrillo dentinario hibridizado.

En el espécimen adherido con PLP después de 24 horas de inmersión en agua, se observa fallo mixto y este ocurre en la capa inferior de la capa híbrida entre el barrillo dentinario e dentina, se observa algunos tags de resina e resina remanente (Figs. 5 y 6).

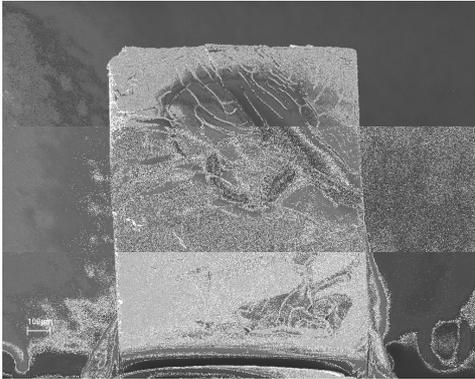


Fig. 5: Imagen de MEB de una superficie de dentina fracturada de un espécimen adherido con PLP, se observa fallo mixto tras 24 horas de inmersión en agua.

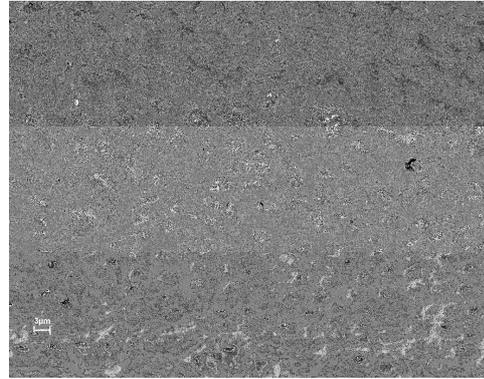


Fig 6: La imagen de MEB anterior, a mayor aumento, se observa fallo adhesivo en la capa inferior de la capa híbrida entre el barrillo y la dentina hibridizados. Se muestran algunos tags de resina. Se puede observar resina remanente.

En el espécimen adherido con PLP después de 12 meses de inmersión en agua, se observa fallo mixto y lo mismo ocurre en la capa inferior de la capa híbrida y se observa también algunos tags de resina (Figs. 7 y 8).

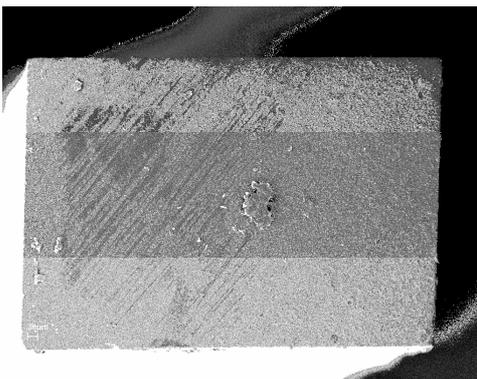


Fig. 7 Imagen de MEB de una superficie de dentina fracturada de un espécimen adherido con PLP. Se observa fallo mixto después de 12 meses de inmersión en agua.

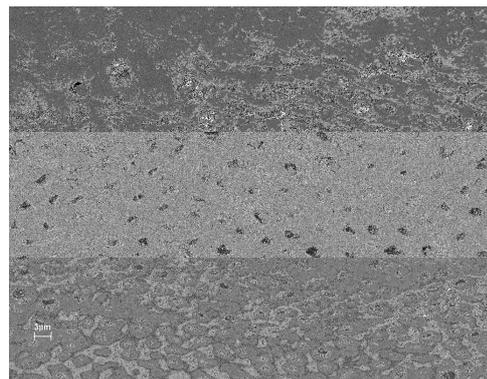


Fig. 8: La imagen de MEB anterior, a mayor aumento, se puede ver fallo adhesivo en la capa inferior de la capa híbrida entre la dentina y el barrillo, observándose algunos tags de resina; ambos efectos son producidos por la disolución parcial consecuente al almacenamiento en medio acuoso.

En el espécimen adherido con PBNT después de 24 horas de inmersión en agua, se observa fallo mixto y este ocurre en la capa superior de la capa híbrida, se observa también resina remanente en la superficie (Figs. 9 y 10).

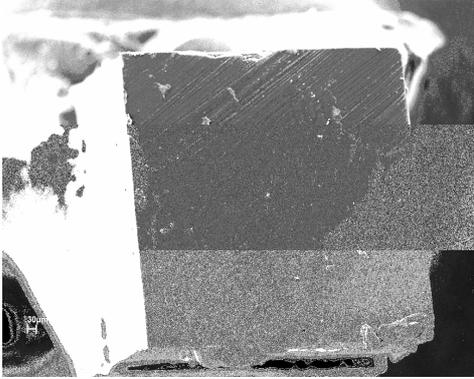


Fig 9: Imagen de MEB de una superficie de dentina fracturada de un espécimen adherido con PBNT. Se observa fallo mixto después de 24 horas de inmersión en agua.

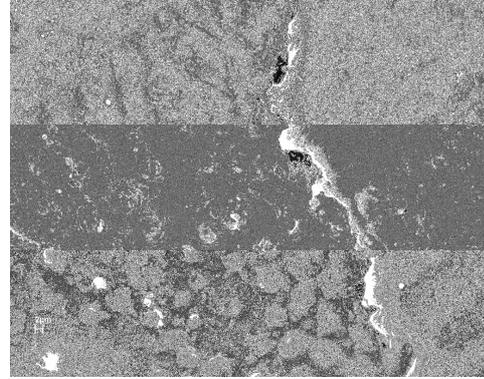


Fig 10: La imagen de MEB anterior, a mayor aumento, se observa que el fallo ocurre en la capa superior de la capa híbrida en el barrillo hibridizado, existe resina remanente en la superficie.

En el espécimen adherido con PBNT después de 12 meses de inmersión en agua, se observa fallo mixto, con signos de disolución, y este ocurre en la capa inferior de la capa híbrida, mostrando los orificios de los túbulos rellenos con los tags de resina y la dentina intertubular infiltrada (Figs. 11 y 12).

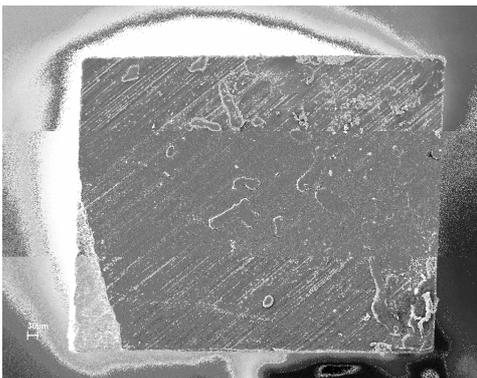


Fig 11: Imagen de MEB de una superficie de dentina fracturada de un espécimen adherido con PBNT, se observa un fallo mixto con signos de disolución, después de 12 meses de inmersión en agua.

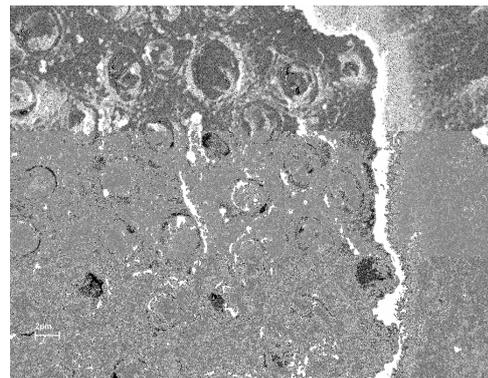


Fig 12: La imagen de MEB anterior, a mayor aumento, el fallo ocurre en la capa inferior de la capa híbrida, mostrando los orificios de los túbulos rellenos con los tags de resina y la dentina intertubular infiltrada y degradada la resina, a la derecha de la imagen se observa resina remanente.

5 – DISCUSIÓN

En este estudio se ha utilizado el test de microtensión para evaluar el comportamiento de seis sistemas adhesivos almacenados en agua destilada a lo largo del tiempo.

El test de microtensión produce una valoración más consistente de las fuerzas de adhesión que los convencionales tests de adhesión (Sano *et al.*, 1994). Este test también permite la medida de fuerzas de adhesión usando superficies con adhesivo en un área de 0,5 a 1,5 mm². Así mismo se pueden usar muestras pequeñas y más uniformes como las de dentina (Shono *et al.*, 1999).

Otras ventajas que presenta respecto a los tests convencionales incluyen la utilización de solo un diente para efectuar algunas interfases adhesivas, evaluar substratos diferentes, como la dentina terciaria, la dentina con caries y evaluar las diferencias regionales de la fuerza de adhesión en el mismo diente (Pashley *et al.*, 1995). En concordancia con Pashley *et al.* (1999), los métodos que usan el test de microtensión ofrecen una versatilidad que no puede ser alcanzada por los otros métodos convencionales.

El test de microtensión tiene ventajas sobre el método convencional de tensión, y representa significativamente más fracturas adhesivas que otros métodos que, sin embargo, presentan un elevado número de fracturas cohesivas en dentina (Chen *et al.*, 2001).

Cardoso *et al.* (1998), en un estudio comparativo relativo a tres diferentes métodos de ensayo de fuerzas de fractura, microtensión, tensión y cizallamiento, concluyó que, para los mismos sistemas

adhesivos, el test de microtensión muestra los más bajos coeficientes de variación.

Este test de microtensión exige una preparación más laboriosa que los tests convencionales, pero tiene el gran potencial de permitir un estudio más profundo de la fuerza de adhesión de los materiales de restauración.

En conclusión, debido al uso del test de microtensión, el coeficiente de variación fue reducido y permitió el uso de sistemas adhesivos diferentes en el mismo substrato de dentina.

Gwinnett (1993) considera que la fuerza de unión de la resina a la dentina depende de la superficie dentinaria de adhesión, de la capa híbrida y de los *tags* de resina. Pashley y Carvalho (1997) asumen que la fuerza de unión de la resina a la dentina va a depender de la profundidad de la dentina y de la resistencia de la resina.

Innumerables factores pueden influir en la adhesión de los adhesivos a la dentina, entre ellos se puede considerar el sustrato dentinario, los procedimientos efectuados en los tests, el periodo de conservación y la manipulación de los materiales.

Uno de los factores conocidos para promover la degradación adhesiva es la exposición a lo largo del tiempo al agua. El deterioro de la dentina por el almacenamiento en agua puede ser provocada por la degradación de los componentes de la interfase, tales como la desnaturalización del colágeno y/o la dilución de la resina degradada o insuficiente polimerización de la resina (De Munck *et al.*, 2005a).

Un método para determinar la integridad de los sistemas adhesivos entre la resina y dentina es evaluar la durabilidad de la adhesión con inmersión en agua por largo tiempo. La degradación de la fuerza adhesiva podrá ser elucidada después de la inmersión en agua debido al ataque hidrolítico de los tejidos orgánicos o alteraciones de las propiedades mecánicas de los componentes de la resina (Armstrong *et al.*, 2001).

La técnica más utilizada para testar la longevidad es el almacenamiento en agua destilada. Los especímenes están en agua a 37° C por un periodo específico. Este periodo puede variar de pocos meses (Shono *et al.*, 1999), a 4/5 años (De Munck *et al.*, 2003, 2004) o más tiempo. Muchos estudios relatan que existe una disminución significativa en la fuerza de tensión, incluso por periodos pequeños de almacenamiento en agua (Nakabayashi y Pashley, 1998). La caída de los valores de fuerza de adhesión en estos estudios puede ser causada por la degradación de los componentes de la interfase (adhesivo y/o colágeno).

La presencia de agua intrínseca en la dentina y solventes tales como el etanol o la acetona en el adhesivo pueden afectar la polimerización de los constituyentes resinosos en la capa híbrida. En primer lugar va a ocurrir un rápido grado de dilución de los monómeros hidrofílicos en el agua, y, en segundo la presencia de oxígeno en el agua va actuar como un inhibidor de polimerización de la resina adhesiva (Miyazaki *et al.*, 2003).

Los factores que pueden contribuir para la degradación de la adhesión resina-dentina incluyen la exposición al agua (Armstrong *et al.*, 2001), una incompleta hibridización (Hashimoto *et al.*, 2000) y la presencia de residuos de solvente o agua (Nunes *et al.*, 2005). La preservación de la adhesión entre el composite-esmalte adyacente actúa como una protección contra la degradación de la adhesión entre el composite-dentina (De Munck *et al.*, 2003).

Algunos estudios *in vivo* han sugerido que las interfases de resina-dentina se degradan, incluso cuando la dentina nunca es expuesta a fluidos orales (Hashimoto *et al.*, 2000; Sano *et al.*, 1999; Takahashi *et al.*, 2002; Koshiro *et al.*, 2004); el modo como este proceso de degradación se inicia aún no fue completamente clarificado. El envejecimiento de las adhesiones resina-dentina *in vitro* parece desenvolverse de manera diferente del envejecimiento *in vivo* (De Munck *et al.*, 2002b; Hashimoto *et al.*, 2000; Hashimoto *et al.*, 2002; Sano *et al.*, 1999; Takahashi *et al.*, 2002; Koshiro *et al.*, 2004; Koshiro *et al.*, 2005). Esto puede ser el resultado de la diferencia en la dentina entre dientes vitales (intraorales) y no vitales (extraídos). Los factores del sustrato, tales como el agua en los túbulos dentinarios, efectos enzimáticos intraorales, configuraciones de las cavidades, entre otros, son todos considerados como influyentes en la integridad de la adhesión resina-dentina a lo largo del tiempo (Pashley *et al.*, 2004; Pereira *et al.*, 1999).

Carrillo *et al.* (2005) realizaron un estudio de fuerzas de adhesión a lo largo del tiempo con especímenes conservados en agua y aceite durante 6 y 12 meses, y concluyeron que la adhesión es más baja, en especímenes conservados en agua, y se mantiene o es mayor cuando son conservados en aceite. Este medio se usa con frecuencia como control ya que se trata de un almacenamiento en un medio hidrofóbico que presentaría menos posibilidades de hidrólisis.

Yiu *et al.* (2004), evaluaron la fuerza de tensión de cinco adhesivos hidrofílicos, almacenados en agua o en aceite por 12 meses, y concluyeron que la fuerza de tensión se reduce cuando son almacenados en agua por largo tiempo, que esta reducción es mayor en el primer mes, que el porcentaje de reducción de la fuerza de tensión aumenta cuanto más hidrofílico sean los adhesivos y que la fuerza de tensión se mantiene o aumenta se

almacenados en aceite. La fuerza de tensión *in vivo* dentina/adhesivo disminuye lentamente a lo largo del tiempo (Hashimoto *et al.*, 2000).

Basado en el análisis fractográfico, Sano *et al.*(1999) y Hashimoto *et al.*(2003) concluyen que la degradación del adhesivo puede ser causada por la desprotección de las fibrillas de colágeno en la dentina desmineralizada.

La durabilidad de la adhesión entre las resinas y la dentina es crucial, y poco es conocido sobre la estabilidad de la dentina hibridada. La fuerza de adhesión disminuyó *in vivo* (Sano *et al.*, 1999) y durante el almacenamiento en agua a lo largo del tiempo (Hashimoto *et al.*, 2000; Okuda *et al.*, 2002; De Munck *et al.*, 2003). Este descenso, en un estudio *in vivo*, es el resultado de la degradación hidrolítica de la resina y la proteólisis de las fibras de colágeno desprotegidas en la dentina descalcificada (Hashimoto *et al.*, 2000; Okuda *et al.*, 2002; De Munck *et al.*, 2003).

Por tanto, coincidiendo con las diferentes investigaciones, se puede decir que nuestro estudio ha mostrado una reducción en la fuerza de tensión tras la inmersión en agua por un período largo de tiempo (Hashimoto *et al.*, 2000; Hashimoto *et al.* 2003). Esto no es siempre uniforme para los diferentes adhesivos (Burrow *et al.*, 1996).

En lo que se refiere al estudio de la variable independiente tipo de adhesivo, la relación entre la profundidad de desmineralización y la extensión de la penetración de la resina es la clave para crear una capa híbrida de calidad. Una infiltración pobre de la resina adhesiva dentro del sustrato desmineralizado permite nanofiltración dentro de la capa híbrida (Sano *et al.*, 1995; Spencer, 1999) y esta región puede ser susceptible a la degradación por los fluidos orales (Sano *et al.*, 1999).

Nakabayashi (1991) sostiene que una buena capa híbrida ha de tener unas 2 μm de espesor. Aparentemente, si la capa híbrida en dentina superficial es de 0,5 μm , produce buena resistencia a la tracción (20 MPa); más allá de esta profundidad parece no haber relación entre la fuerza de unión y la profundidad de infiltración de la resina, pues a partir de este nivel, el valor limitante es la resistencia cohesiva de la resina.

En el caso de los sistemas autograbadores, estos materiales desmineralizan la superficie del sustrato dentario, sus monómeros infiltran simultáneamente a través de las microporosidades generadas y a continuación se polimerizan *in situ*. Teóricamente no hay diferencia entre la profundidad de desmineralización y la extensión de penetración de dichos materiales (Watanabe *et al.*, 1994; Nishida *et al.*, 1993; Nakabayashi y Saimi, 1996).

Con respecto a nuestro estudio hay una reducción a lo largo del tiempo de la fuerza de tensión en todos los sistemas adhesivos, con una reducción significativa en el Solist a los 12 meses. En nuestro estudio los autograbadores de un paso, conocidos como *all-in-one*, tienen los valores más bajos de fuerza de microtensión respecto a los otros sistemas adhesivos estudiados (autograbadores de dos pasos y de grabado total).

Estos valores más bajos podrían estar relacionados con las siguientes razones: 1) diferencial gradiente de infiltración establecido como consecuencia de una separación de fase del adhesivo (Van Landuyt *et al.*, 2005); 2) estos adhesivos combinan las tres funciones de acondicionamiento, imprimación y adhesión en un paso, con monómeros hidrofílicos y hidrofóbicos mezclados en una concentración relativamente elevada de solventes, necesarios para mantener las resinas en solución (Tay *et al.*, 2003; Van Landuyt *et al.*, 2005); 3) una difusión competitiva en la dentina entre los monómeros hidrofílicos e hidrofóbicos va a ocurrir, lo que

podrá dar origen a una capa híbrida no homogénea (Van Landuyt *et al.*,2005); 4) las variaciones en la composición de la capa híbrida y una evaporación no apropiada de los solventes podría afectar la polimerización de la resina y a la fuerza de infiltración de la resina (Wang y Spencer, 2005).

Varias causas pueden justificar la pobre fuerza de adhesión de los sistemas adhesivos de un solo paso: el proceso de grabado ácido más fuerte podrá destabilizar el colágeno, llevando a una disminución de la fuerza de adhesión (Yoshiyama *et al.*, 1995); una cohesión más débil del adhesivo (Inoue *et al.*, 2001); la combinación de ácido hidrofílico y de monómeros hidrofóbicos en un solo paso que compromete la polimerización de los adhesivos (De Munck *et al.*, 2003); un bajo grado de conversión del monómero de resina, provocado por el efecto de inhibición del oxígeno (Nunes *et al.*, 2006a).

PLP es un adhesivo constituido por ácido fosfórico, metacrilato mono y di-esteres, que inducen a una continua desmineralización en los túbulos de la dentina adyacente, desestabilizando el colágeno (Osorio *et al.*, 2003).

El exceso de agua en el sistema adhesivo puede diluir el *primer* y reducir la eficacia. El PLP contiene 80% de agua, mientras el CSEB contiene 50% de agua (Kaaden *et al.*,2002). Sistemas adhesivos con un muy alto contenido en agua podrían dar como resultado una fuerza de microtensión más baja debido a una incompleta polimerización de los monómeros (Jacobsen y Soderhold, 1995). El CSEB tiene un monómero ácido moderado, mientras que el PLP tiene un monómero ácido más fuerte (Pashley *et al.*, 2001).

En relación al sistema Solist, la precipitación de Ca^+ con la capa del adhesivo y la incorporación del polieteruretano (componente

elastómero con un peso molecular alto, hidrofílico e hidrocópico) en su composición química, puede inducir un flujo osmótico de agua de la profundidad de la dentina, y por ello se puede explicar la baja fuerza de tensión (Pashley *et al.*, 1996).

Monticelli *et al.* (2007) han observado a través de microscopia electrónica de barrido (MEB) que hay un espesor no uniforme de la capa adhesiva al longo de la interfase. Los tags de resina aparecen pequeños, finos, y escasos con presencia constante de burbujas de aire atrapadas principalmente en la base y en el espesor de la capa de la resina.

Por otro lado, los adhesivos de aplicación más sencilla, ya sean autograbadores o de grabado total, producen fuerzas de tensión más bajas que los convencionales sistemas adhesivos de grabado total de tres pasos (Inoue *et al.*, 2001). En general, técnicas más sencillas de aplicación del adhesivo no implican necesariamente mejor adhesión, especialmente a lo largo del tiempo (De Munck *et al.*, 2004).

Cuando se evalúa la resistencia adhesiva de los autograbadores de dos pasos, en nuestro estudio CSEB muestra diferencias significativas con los otros tres adhesivos autograbadores (PLP, Solist, NRCPBNT), siendo similar a los resultados de PBNT (grabado total).

Otros estudios también encontraron valores elevados para el Clearfil SE Bond, lo que concuerda con los resultados obtenidos en este estudio (Finger y Fritz, 1996; Toledano *et al.*, 2001; De Munck *et al.*, 2002; Cardoso *et al.*, 2002; Abdalla, 2004).

CSEB es un autograbador de dos pasos que contiene HEMA y un monómero altamente hidrofílico 10 MDP, que permite una humectabilidad de la superficie dentinaria y ligación de los iones

de calcio de la dentina (Kubo *et al.*, 2001; Yoshida *et al.*, 2004). CSEB causa una disolución mínima de las “smear plugs” y facilita la penetración, impregnación, polimerización y atrapamiento de los monómeros con la dentina subyacente, para formar una capa híbrida fina (Inoue *et al.*, 2000; Osorio *et al.*, 2003; Toledano *et al.*, 2003).

En el CSEB, los monómeros funcionales interactúan químicamente con la hidroxiapatita. Esto debe contribuir para la eficacia de la adhesión al esmalte, a pesar de la baja agresividad imprimadora del *primer*. El aumento significativo en la fuerza de adhesión al esmalte puede ser el resultado de dos mecanismos: aumento de la retención micro mecánica en adición a la interacción química.

Toledano *et al.* (2006a) evaluaron la fuerza de tensión y de carga mecánica de cinco adhesivos, autograbadores y de grabado total tras 24 horas. Los mejores resultados de la fuerza de tensión fueron del CSEB y del Single Bond, después el PBNT y el Prime and Bond XP y por fin los valores más bajos correspondieron al EP, semejantes a nuestro estudio.

Li *et al.* (2001) evaluaron la durabilidad de la adhesión a lo largo del tiempo observando los nanoespacios de cuatro sistemas adhesivos autograbadores, y concluyeron que existe un aumento de deposición de plata en todos los sistemas adhesivos a los 12 meses, indicando un ataque hidrolítico a lo largo del tiempo.

En nuestro estudio el valor del pH de los adhesivos no fue un factor de gran importancia, sin embargo, otros estudios muestran que el pH puede influir en la polimerización y la fuerza adhesiva (Franco *et al.*, 2005). Grégoire y Millas(2005), concluyeron que el pH no es un factor determinante en la acción adhesiva de los autograbadores.

CSEB es un adhesivo de autograbado que presenta un valor alto de pH, siendo así un adhesivo autograbador moderado, no hace un grabado ácido suficiente presentando un grado de desmineralización incompleto, cerca de 50%, y a pesar de esto presenta los mejores valores a las fuerzas de microtensión. Por eso se puede pensar que los mejores valores encontrados para el CSEB en microtensión sean debidos no sólo a la unión mecánica y a la formación de capa híbrida, si no también, a la existencia de una unión química entre el adhesivo y el sustrato dentinario. Existe tanto una adhesión química como mecánica entre el adhesivo y dentina (Yoshida *et al.*, 2004; Polido 2004; Nunes *et al.*, 2006b; Toledano *et al.*, 2001).

La excelente eficacia clínica del CSEB podrá resultar en parte por la desmineralización y infiltración simultánea de la dentina, dando lugar a una capa fina de dentina infiltrada por la resina pero uniforme (Inoue *et al.*, 2000; Tay *et al.*, 2001). Además, dentro de la fina capa híbrida, la hidroxiapatita residual alrededor de las fibras de colágeno expuestas, mantiene disponibles para las interacciones químicas adicionales con los monómeros funcionales (Van Meerbeek *et al.*, 2003; Yoshida *et al.*, 2004, Polido 2004). Esta adhesión química deberá ser beneficiosa en lo que respecta a la resistencia a lo largo del tiempo de la degradación hidrolítica. Los adhesivos autograbadores de dos pasos moderados, como el CSEB, son los únicos adhesivos simplificados de los estudios que exhiben una buena eficacia clínica en combinación con algunos beneficios clínicos, tales como la facilidad de manipulación y reducida sensibilidad de la técnica (Peumans *et al.*, 2005).

La mejor fuerza de adhesión del CSEB puede ser atribuida a la presencia del 10-MDP en su composición (Hayakawa *et al.*, 1998) que tiene unión química con la hidroxiapatita (Nunes *et al.*, 2006b; Polido M 2004). Este hecho podrá explicar los resultados encontrados para la microtensión. Así, cuando se aplica el

adhesivo según el protocolo del fabricante, como se hizo en nuestro estudio, hay una desmineralización incompleta de la dentina quedando mucha hidroxiapatita que estaría disponible para hacer una unión química con las moléculas de 10-MDP del adhesivo y ser así responsable de los altos valores encontrados en microtensión (Nunes *et al.*, 2006b, Polido 2004).

El 10-MDP o cualquier otro *primer* ácido disuelven el barrillo dentinario y penetran en la superficie de la dentina intertubular y en la luz del canalículo dentinario. Por todo ello se favorece la difusión y impregnación dentro de la dentina desmineralizada y como consecuencia se prolonga el tiempo medio de unión a dentina, se previene el colapso de la dentina desmineralizada y se reduce el número de pasos de los sistemas adhesivos tradicionales.

La elevada fuerza de adhesión del CSEB se puede justificar por la sinergia del 10-MDP con monómero ácido combinado con el HEMA (Moszner *et al.*, 2005), que acredita mejorar la humectabilidad de la superficie dentinaria y unir los iones de calcio de la dentina (Toledano *et al.*, 2001; Yoshida *et al.*, 2004; Nunes *et al.*, 2006) así como una mayor exposición de la dentina peritubular, altamente mineralizada (Marshall *et al.*, 1997).

Pueden explicar los resultados del NRCPBNT de nuestro trabajo los estudios morfológicos efectuados por Grégoire y Millas (2005), quienes a través de microscopía óptica y electrónica de barrido, para varios adhesivos, mostraron que los especímenes adheridos con NRCPBNT presentan numerosos *tags* de resina con una marcada base cónica, que es una señal de buena adhesión, y que de todos los sistemas adhesivos autograbadores de dos pasos que utilizaron en el estudio fue el que reveló la capa híbrida más fina, lo que no solo está en concordancia con nuestros datos de eficacia adhesiva sino que además también justifica los datos obtenidos en

el análisis de fallos, en que los fallos adhesivos aumentan con el tiempo de almacenamiento y siempre superan a los mixtos.

En lo referente a los adhesivos de grabado total, siempre presentan mejores resultados en los tests de microtensión cuando son evaluados aplicándolos siguiendo las indicaciones del fabricante y en condiciones *in vitro* (Inoue *et al.*, 2001). La técnica de los adhesivos de grabado total se basa en la remoción del barrillo dentinario y exposición de la matriz de colágeno a través del grabado ácido, seguido de la aplicación de un agente imprimador y adhesivo.

Pueden explicar los resultados del PBNT en nuestro estudio, los datos aportados por investigadores que sugieren que los sistemas adhesivos que contienen solventes orgánicos volátiles, como el etanol y la acetona, se fundamentan en la capacidad de estos solventes para desplazar el agua remanente, facilitando así la penetración de los monómeros a través de las micro porosidades generadas por el grabado ácido en la estructura prismática del esmalte, dentro de los túbulos dentinarios abiertos y a través de los nanoespacios de la red de colágeno en la dentina (Tay *et al.*, 1996a). De esta forma se conseguirá una infiltración completa de los tejidos, al crearse una estrecha relación física con la microestructura tisular, siempre que los tejidos estén previamente humedecidos (Tay *et al.*, 1996b).

La principal razón para la degradación de la adhesión entre la resina y la dentina, en adhesivos de grabado total, es la deficiente infiltración de la resina en la red de colágeno, y la expansión incompleta del colágeno, después del ataque ácido y de la imprimación de dentina (Pashley *et al.*, 2003), y la pérdida de la resina adhesiva (Sano *et al.*, 1999; Yamauti *et al.*, 2003) y la dentina descalcificada, cuando son usados algunos adhesivos hidrofílicos autograbadores (Sano *et al.*, 1999; Osorio *et al.*, 2005).

De Munck *et al.* (2003) han estudiado cuatro adhesivos de grabado total de dos y tres pasos durante 4 años y llegaron a la conclusión de que una exposición indirecta de la interfase adhesivo-dentina al agua no disminuía la fuerza de tensión de los adhesivos, porque la unión resina-esmalte protege la interfase entre la resina-dentina de la degradación por el agua. Por otro lado la exposición directa de la interfase adhesivo-dentina a agua durante cuatro años resultó en una disminución significativa de la fuerza de tensión en los adhesivos de dos pasos y no en los adhesivos de tres pasos.

En general, los adhesivos de dos pasos de grabado total tienen un desarrollo clínico menos favorable que los adhesivos convencionales de tres pasos de grabado total (Peumans *et al.*, 2005).

Los estudios *in vitro* también revelarán que los adhesivos de grabado total de dos pasos adhieren con menor eficacia y durabilidad, debido a su reducido potencial de infiltración/hibridización (De Munck *et al.*, 2003). Esta reducida hibridización podrá explicar en un sentido más vasto, la razón por la cual la capa híbrida producida por la versión de dos pasos tiene más tendencia para la degradación hidrolítica que aquella producida por la versión de grabado total de tres pasos. Los adhesivos de dos pasos simplificados poseen mayor dificultad en infiltrar completamente el colágeno desmineralizado y en remover el solvente residual.

La investigación *in vitro* indicó que con una disminución del espesor de la capa adhesiva (Zheng *et al.*, 2001) las fuerzas de adhesión disminuyen, probablemente debido a una evaporación incompleta del solvente cuando las capas finas de este adhesivo basado en agua son aplicadas. La presencia de solvente en la capa híbrida adelgaza la misma y la torna más susceptible a la degradación hidrolítica (Peumans *et al.*, 2005).

Los adhesivos autograbadores de dos pasos se aproximan a los de grabado total de tres pasos, con respecto a la eficacia clínica (Peumans *et al.*, 2005). Los adhesivos convencionales de 3 pasos (grabado total) aún se mantienen como los más eficaces en la adhesión a la dentina y aparentan ser insensibles a la degradación por el almacenamiento en agua. El adhesivo más parecido a ellos es el autograbador de dos pasos CSEB, que a pesar de una disminución de las fuerzas de microtensión, fue el único adhesivo que mostró una actuación fiable tras un año de exposición directa al agua (De Munck *et al.* 2006).

Así pues, la técnica de grabado total solo puede garantizar una interdifusión eficiente de la resina si todo el agua en exceso en la superficie dentinaria fuera completamente eliminada y sustituida por monómeros durante el paso de imprimación subsecuente (Van MeerbeeK *et al.*, 2001).

En el análisis fractográfico efectuado en nuestro estudio, observamos que los adhesivos que tienen una baja fuerza de tensión presentan más fallos adhesivos y que dichos fallos aumentan con el almacenamiento en agua tras 12 meses. Por su parte, los adhesivos con valores más altos de fuerza de tensión tienen un mayor porcentaje de fallos mixtos, lo que está de acuerdo con otras investigaciones (Toledano *et al.*, 2006b; Toledano *et al.*, 2006c).

Toledano *et al.*, (2006b) en el análisis fractográfico de los especímenes adheridos con CSEB después de su inmersión en agua durante 12 meses observaron fallos en la base de la capa híbrida. Cuando los especímenes fueron sometidos a degradación química (después de inmersión en NaOCl), Toledano *et al.* (2006c) han estudiado algunos adhesivos y han observado, en el análisis fractográfico, que los especímenes adheridos con CSEB presentan fallos mixtos en la capa superior y inferior de la capa híbrida, así

como dentro de la capa hibridizada. En los especímenes adheridos con PBNT el fallo es mixto y en la capa inferior de la capa híbrida; el área de dentina remanente es más reducida que en los otros adhesivos del estudio. Después de la inmersión de los especímenes en agua durante 24 horas y sometidos a degradación mecánica (con sistemas de carga cíclica), Toledano *et al.* (2006a) en el análisis fractográfico de los especímenes adheridos con CSEB, han reflejado fallos cohesivos en la resina compuesta y en el sistema adhesivo; y en los especímenes adheridos con PBNT han observado fallos en la parte superior de la capa híbrida.

Cuando se aplica el adhesivo en la dentina, es evidente que los autograbadores de dos pasos, en nuestro estudio el caso de CSEB, son aptos para competir con los de grabado total, en términos de eficacia adhesiva (Inoue *et al.*, 2000, 2001a; Van Meerbeek *et al.*, 2003a), pero no en términos de durabilidad (Sano *et al.*, 1999). Sin embargo, desde un punto de vista clínico, teniendo en cuenta que en los de autograbado la sensibilidad de la técnica es baja (Van Meerbeek *et al.*, 2001), que permiten una aplicación rápida y por el bajo riesgo de nanofiltración que muestran (Sano *et al.*, 1995), los adhesivos autograbadores de dos pasos, si futuras investigaciones pueden mejorar aspectos tan importantes como el de la longevidad a largo plazo, pueden ser próximamente de uso común en la práctica diaria.

Las investigaciones sobre adhesivos actuales se basan esencialmente en la simplificación del proceso de aplicación (Van Meerbeek *et al.*, 2003a). La reducción del número de pasos en la aplicación debe reducir el tiempo de manipulación y eliminar la sensibilidad de la técnica, mejorando la eficacia de la adhesión (Frankenberger *et al.*, 2001; Chan *et al.*, 2003).

Las investigaciones, sin embargo, tienen demostrado que los sistemas simplificados no traen las mejoras previstas ni la eficacia

adhesiva, a pesar de la reducida sensibilidad de la técnica. Varios autores documentan la baja eficacia de adhesión para los sistemas adhesivos simplificados (Inoue *et al.*, 2001a y 2003; Bouillaguet *et al.*, 2001, Tanumiharja *et al.*, 2000; Van Meerbeek *et al.*, 2003; De Munck *et al.*, 2005a).

Dada la importancia creciente de las restauraciones dentales en la clínica con la consecuente utilización de sistemas adhesivos, que no son perfectos, nos parece que todos los estudios que mejoren el conocimiento de la morfología de la interfase adhesivo-dentina podrán ser importantes para el desarrollo de nuevos sistemas adhesivos y para una mejora de los sistemas existentes.

Por tanto, más investigaciones sobre cómo y dónde se desarrolla la degradación de la interfase resina-dentina deberán ser llevadas a cabo en el sentido de mejorar adhesivos clínicamente previsibles y con una longevidad de adhesión de confianza.

6 – CONCLUSIONES

De acuerdo con la metodología utilizada y los resultados obtenidos en este trabajo se ha llegado a las siguientes conclusiones:

1 - Los sistemas adhesivos CSEB, Solist y PBNT presentaron los más altos valores de fuerza de adhesión y son significativamente diferentes de los NRCPBNT y PLP, cuando son almacenados en agua durante 24 horas y 6 meses.

2 - Cuando el periodo de almacenamiento en agua se prolonga hasta los 12 meses, CSEB y PBNT tiene valores más altos de fuerza de tensión y son significativamente diferentes del Solist y PLP.

3 - Los sistemas autograbadores de un paso tienen los valores más bajos de fuerzas de microtensión respecto a los otros sistemas tras ser almacenados en agua por 12 meses.

4 – El almacenamiento de las muestras en agua destilada durante 12 meses redujo la resistencia adhesiva de todos los sistemas adhesivos estudiados. Sin embargo, esta disminución solo fue constatada de manera estadísticamente significativa en el caso de Solist.

5 – Los adhesivos que presentan valores más bajos de fuerza de tensión también presentan un mayor porcentaje de fallos adhesivos y, en general, el número de fallos adhesivos aumenta con el almacenamiento en agua.

7 – BIBLIOGRAFÍA

Abdalla AI. Microtensile and tensile bond strength of single-bottle adhesives: a new test method. *J Oral Rehabil* 2004; 31: 379-384.

Aguilera FS, Toledano M, Osorio R. Control del colapso de colágeno: Sistemas autograbadores. *Avances en Estomatología* 2004; 20(4):175-183.

Armstrong SR, Keller Jc, Boyer DB. The influence of water storage and C-factor on the dentin-resin composite microtensile bond strength and debond pathway utilizing a filled and unfilled adhesive resin. *Dent Mater* 2001; 17:268-76.

Barkmeier WW, Matranga LF, Mandras RS, Latta MA, Thurmond JW. Three year clinical evaluation of the Clearfil Liner Bond System. *J Dent Res* 1996; 75:397. Abstr. No. 3036.

Bashkar SN. Histología y Embriología Bucal de Orban. 11^a Ed. *Editorial Prado* 1993. México D F.

Bouillaguet S, Gysi P, Wataha JC, Ciucchi B, Cattani M, Godin C. Bond strength of composite to dentin using conventional, one-step, and self-etching adhesive systems. *J Dent* 2001; 29:55-61.

Buonocore MG. A simple method of increasing the adhesión of acrylic filling materials to enamel surfaces. *J Dent Res* 1955; 34:849-853.

Buonocore MG, Wileman W, Brudevold F. A report on a resin composition capable of bonding to human dentin surfaces. *J Dent Res* 1956; 35:846-851.

Burrow MF, Satoh M, Tagami J. Dentin bond durability after three years using a dentin bonding agent with and without priming. *Dent Mater* 1996; 12:302-307.

Cardoso PE, Braga RR, Carrilho MR. Evaluation of micro-tensile, shear and tensile tests determining the bond strength of three adhesive systems. *Dent Mater* 1998; 14:394-398.

Cardoso PE, Sadek FT, Goraccio C, Ferrari M. adhesión testing with the microtensile method: effects of dental substrate and adhesive system on bond strength measurements. *J Adhes Dent* 2002; 4:291- 297.

Carrillo MR, Carvalho RM, Tay FR, Yiu C, Pashley DH. Durability of resin-dentin bonds related to water and oil storage. *Am J Dent* 2005; 18(6):315-9.

Cate AR. Oral Histology- Development, Structure and Function. 5th edition. Mosby 1988. St. Louis.

Chan KM, Tay FR, King NM, Imazato S, Pashley DH. Bonding of mild self-etching primers/adhesives to dentin with thick smear layers. *Am J Dent* 2003; 16:340-6.

Chen KK, Shono Y, Ogawa T, Kozono Y, Terashita M. Fracture aspects of resin-dentin bonding in non-trimming microtensile test. *Dent Mater* 2001; 20(4):315-324

Cheong C, King NM, Pashley DH, Ferrari M, Toledano M. Incompatibility of self-etch adhesives with chemical/dual-cured composites-two steps vs. one-step systems. *Oper Dent* 2003; 28:747-55.

Davidson CL, DeGee AJ, Feilzer A. The competition between the composite-dentin bond strength and the polymerization contraction stress. *J Dent Res* 1984; 63:1396-1399.

Davis W. Histología y Embriología Bucal. *Interamericana- McGraw-Hill*, 1988. México.

De Munck J, Van Meerbeek B, Yudhira R, Lambrechts P, Vanherl G. Micro-tensil bond strength of two adhesives to Erbium:YAG- lased vs. Bur-cut enamel and dentin. *Eur J Oral Sci* 2002a; 110:322-329.

De Munck J, Van Meerbeek B, Yoshida Y, Inoue S, Vargas M, Suzuki K, Lambrechts P, Vanherle G. Four-year water degradation of total-etch adhesives bonded to dentin. *J Dent Res* 2002b; 82:136-140.

De Munck J, Van Meerbeek B, Inoue S, Vargas M, Yoshida Y, Armstrong S, Lambrechts P, Vanherle G. Micro-tensile bond strength of one- and two-step self-etch adhesives to burcut enamel and dentin. *Am J Dent* 2003; 16:414-420.

De Munck J, Van Meerbeek B, Yoshida Y, Inoue S, Suzuki K, Lambrechts P. Four-year water degradation of a resin-modified glass-ionomer adhesive bonded to dentin. *Eur J Oral Sci* 2004; 112:73-83.

De Munck J, Van Landuyt K, Peumans M, Poitevin A, Lambrechts P, Braem M, Van meerbeek B. A critical review of the durability of adhesión to tooth tissue: Methods and results. *J Dent Res* 2005a; 84(2): 118-132.

De Munck J, Van Meerbeek B, Vargas M, Iracki J, Van Landuyt K, Poitevin A. One day bonding effectiveness of new self-etch adhesives to bur-cut enamel and dentin. *Oper Det* 2005b; 30:39-49.

De Munck J, Shirai K, Yoshida Y, Inoue S, Van Landuyt KL, Lambrechts P, Suzuki H, Van Meerbeek B. Effect of storage on the bonding effectiveness of 6 adhesives to class I cavity dentin. *Oper Dent* 2006; 30-1:456-465.

Dickens SH, Cho BH. Interpretation of bond failure through conversion and residual solvent measurements and Weibull analysis of flexural and microtensile bond strength of bonding agents. *Dent Mater* 2005; 21:354-64.

Eick JD, Wilko RA, Anderson CH, Sorenson SE. Scanning electron microscopy of cut tooth surfaces and identification of debris by use of electron microscope. *J Dent Res* 1970; 49:1359-1368.

Eick JD, Cobb Cm, Chappell RP. The dentinal surface: its influence on dentinal adhesion. Part I. *Quintessence Int* 1991; 22:967-977.

Eick JD, Robinson SJ, Cobb CM, Chapell RP, Spencer P. The dentinal surface: its influence on dentinal adhesion. Part II. *Quintessence Int* 1992; 23:43-51.

Eliades GC. Dentin bonding systems. In: state of the art in direct posterior filling materials and dentin bonding. Eds. Vanherle G and Degrange M. Van der Porten Publishers, 1993. Leuven.

Eliades G, Palaghias G, Vougiouklakis G. Effect of acidic conditioners on dentin morphology, molecular composition and collagen conformation in situ. *Dent Mater* 1997; 13:24-33.

Fawcett DW. Tratado de histología, 12^a ed. *Madrid: interamericana. McGraw- Hill*, 1995.

Ferrari M, Mannocci F, Vichi A, Davidson CL. Effect of two etching times on the sealing ability of Clearfil Liner Bond 2 in Class V restorations. *Am J Dent* 1997; 10: 66-70.

Finger WJ, Fritz U. Laboratory evaluation of one-component enamel/dentin bonding agents. *Am J Dent* 1996; 9: 206-210.

Franco EB, Lopes LG, D'Alpino PH, Pereira JC. Influence of pH of different adhesive systems on the polymerization of a chemically cured composite resin. *Braz Dent J*. 2005; 16(2): 107-11.

Frankenberger R, Kramer N, Petschelt A. Technique sensitivity of dentin bonding: effects of application mistakes on bond strength and marginal adaptation. *Oper Dent* 2000; 25:324-330.

Frankenberger R, Perdigão J, Rosa BT, Lopes M. "One-bottle" vs. "multi-bottle" dentin adhesives—a microtensile bond strength and morphological study. *Dent Mater* 2001; 17:373-80.

Fritz UB, Finger WJ. Bonding efficiency of single-bottle enamel/dentin adhesives. *Am J dent* 1999; 12:277-282.

Fusayama T, Nakamura M, Kurosaki N, Iwaku M. Non-pressure adhesion of a new restorative resin. *J Dent Res* 1979; 58:1364-1370.

Gregoire G, Millas A. Microscopic evaluation of dentin interface obtained with 10 contemporary self-etching systems: correlation with their pH. *Oper Dent* 2005; 30:481-491.

Gwinnett AJ. Quantitative contribution of resin infiltration hybridisation to dentin bonding. *Am J Dent* 1993; 6:7-9.

Hashimoto M, Ohno H, Kaga M, Endo K, Sano H, Oguchi H. In vivo degradation of resin-dentin bonds in humans over 1 to 3 years. *J Dent Res* 2000; 79:1385-1391.

Hashimoto M, Ohno H, Sano H, Tay FR, Kaga M, Kudou Y, Oguchi H, Araki Y, Kubota M. Micromorphological changes in resin-dentin bonds after 1 year water storage. *J Biomed Mater Res* 2002; 63:306-311.

Hashimoto M, Ohno H, Sano H, Kaga M, Oguchi H. Degradation patterns of different adhesives and bonding procedures. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater* 2003 Jul 15; 66(1):324-30.

Hayakawa T, Kikutake K, Nemoto K. Influence of self-etching primer treatment on the adhesion of resin composite to polished dentin and enamel. *Dent Mater* 1998; 14:99-105.

Hickel R, Manhart J. Longevity of restorations in posterior teeth and reasons for failure. *J Adhes Dent* 2001; 3:45-64.

Inaba D, Duschner H, Jongebloed W, Odelius H, Takagi O, Arends J. The effects of a sodium hypochlorite treatment on demineralized root dentin. *Eur J Oral Sci* 1995; 103: 368-374.

Inoue S, Van Meerbeek B, Vargas M, Yoshida Y, Lambrechts P, Vanherle G (2000). Adhesion mechanism of self-etching adhesives. In: Advanced adhesive dentistry. Tagami J, Toledano M, Prati C, editors. Italy: *Cirimido* , pp. 131-148.

Inoue S, Vargas MA, Abe Y, Yoshida Y, Lambrechts P, Vanherle G. Microtensile bond strength of eleven contemporary adhesives to dentin. *J Adhes Dent* 2001a; 3:237-45.

Inoue H, Inoue S, Shigeru U, Takahashi A, Koase K, Sano H. Micro-tensile bond strength of two single step adhesive systems to bur-prepared dentin. *J Adhes Dent* 2001b; 3:129-136.

Inoue S, Vargas MA, Abe Y, Yoshida Y, Lambrechts P, Vanherle G. Microtensile bond strength of eleven contemporary adhesives to enamel. *Am J Dent* 2003; 16:329-34.

Inoue S, Koshiro K, Yoshida Y, De Munck J, Nagakane K, Suzuki K, Sano H, Van Meerbeek B. Hydrolytic stability of self-etch adhesives bonded to dentin. *J Dent Res* 2005; 84(12):1160-1164.

International Organization for Standardization. ISO/TR 11405:1994(E) Dental materials-guidance on testing of adhesion to tooth structure. Geneva, Switzerland: ISO, 1994.

Jacobsen T, Soderhold KJ. Some effects of water on dentin bonding. *Dent Mater* 1995; 11(2):132-6.

Kaaden C, Powers JM, Friedl KH, Schmalz G. Bond strength of self-etching adhesives to dental hard tissues. *Clin Oral Investig* 2002; 6(3):155-60.

Kanca J. Effect of resin primer solvents and surface wetness on resin composite bond strength to dentin. *Am J Dent* 1992; 5:213-215.

Kato G, Nakabayashi N. Effect of phosphoric acid concentration on wet-bonding to etched dentin. *Dent Mater* 1996; 12:250-255.

Kinney JH, Balooch M, Haupt Jr DL, Marshall SJ, Marshall Jr GW. Mineral distribution and dimensional changes in human dentin during demineralization. *J Dent Res* 1995, 74:1179-1184.

Koshiro K, Inoue S, Tanaka T, Koase K, Fujita M, Hashimoto M, Sano H. In vivo degradation of resin-dentin bonds produced by a self-etch vs a total-etch adhesive system. *Eur J Oral Sci* 2004; 112:368-375.

Koshiro K, Inoue S, Sano H, De Munck J, Van Meerbeek B. In vivo degradation of resin-dentin bonds produced by a self-etch and an etch-and-rinse adhesive. *Eur J Oral Sci* 2005; 113:341-348.

Kubo S, Yokota H, Sata Y, Hayashi H. The effects of flexural load cycling on the microleakage of cervical resin composites. *Oper Dent* 2001;26:451-459.

Li HP, Burrow MF, Tyas MJ. The effect of long-term storage on nanoleakage. *Oper Dent* 2001; 26(6):609-616.

Lopes GC, Baratieri LN, Andrada MAC, Vieira LCC. Dental adhesion: Present state of the art and future perspectives. *Quint Int* 2002; 33(3):231-224.

Marshall GW, Balooch M, Tecnh Rj, Kinney JH, Marshall SJ. Atomic force microscopy of acid effects on dentin. *Dent Mater* 1993; 9:265-268.

Marshall GW, Balooch M, Kinney JH, Marshall SJ. Atomic force microscopy of conditioning agents on dentin. *J Biomed Mater Res* 1995; 29:1381-1387.

Marshall Jr GW, Marshall SJ, Kinney JH, Balooch M. The dentin substrate: structure and properties related to bonding. *J Dent* 1997a; 25:441-458.

Marshall Jr GW, Inai N, Magidi ICW, Balooch M, Kinney JH, Tagami J, Marshall SJ. Dentin demineralisation: effects of dentin depth, pH and different acids. *Dent Mater* 1997b; 13:338-343.

McCabe JF. Aderson: Materiales de aplicación dental. Ed. Salvat 1958. Barcelona.

Michelsen MV, Lygre H, Skalevik R, Tveit AB, Solheim E. Identification of organic elutes from four polymer-based dental filling materials. *Eur J Oral Sci* 2003; 3:263-71.

Miyazaki M, Tsubota K, Onose H, Hinoura K. Influence oh adhesive application duration on dentin bond strenght of single application bonding systems. *Oper Dent* 2002; 27:278-283.

Miyazaki M, Onose H, Lida N, Kazama H. Determination of residual double bonds in resin-dentin interface by Raman spectroscopy. *Dent Mater* 2003; 19:245-51.

Mjör IA, Gordan VV. Failure, repair, refurbishing and longevity of restorations. *Oper Dent* 2002a; 27:528-34.

Mjör IA, Shen C, Eliasson ST, Richter S. Placement and replacement of restorations in general dental pactice in iceland. *Oper Dent* 2002b; 27:117-23.

Monticelli F, Osorio R, Proença JP, Toledano M. Resistance to degradation of resin-dentin bonds using a one-step HEMA-free adhesive. *J Dent* 2007 35:181-186.

Moszner N, Salz U, Zimmermann J. Chemical aspects of self-etching enamel-dentin adhesives: A systematic review. *Dent Mater* 2005; 21:895-910.

Nakabayashi N, Kojima K, Masuhara E. The promotion of adhesion by the infiltration of monomers into tooth substrates. *J Biomed Mater Res* 1982; 16:265-273.

Nakabayashi N. Dentinal bonding mechanisms. *Quintessence Int* 1991; 22:73-74.

Nakabayashi N. Adhesive bonding with 4-Meta. *Oper Dent* 1992a; 5:125-130.

Nakabayashi N, Ashiawa A, Nakamura M. Identification of a resin hybrid layer in vital human dentin created in vivo: durable bonding to vital dentin. *Quint Int* 1992b; 23:135-141.

Nakabayashi N, Saimi Y. Bonding to intact dentin. *J Dent Res* 1996; 75: 1706-1715.

Nakabayashi N, Pashley DH. Hibridization of dental hard tissues. *Ed. Quintessence*, Tokyo, 1998. p. 37-56.

Nishida K, Yamaushi J, Wada T, Hosoda H. Development of a new bonding system (abstract 267). *J Dent Res* 1993; 72:137.

Nunes TG, Ceballos L, Osorio R, Toledano M. Spatially-resolved photopolymerization kinetics and oxygen inhibition in dental adhesives. *Biomater* 2005; 26:1809-17.

Nunes TG, Garcia FCP, Osorio R, Carvalho R, Toledano M. Polymerization efficacy of simplified adhesive systems studied by NMR and MRI techniques. *Dent Mater* 2006a;22:963-972.

Nunes TG, Polido M, Amorim A, Nunes S, Toledano M. Multinuclear Magnetic Resonance Studies on the interaction of a self-etching adhesive with radicular and coronal human dentin. *J of Mat. Science: Materials in Medicine*. 2006b (in press)

Ogata M, Nakajima M, Sano H, Tagami J. Effect of dentin primer application on regional bond strength to cervical wedge-shaped cavity walls. *Oper Dent* 1999; 24:81-88.

Okuda M, Pereira PN, Nakajima M, Tagami J, Pashley DH. Long-term durability of resin dentin interface: nanoleakage vs microtensile bond strength. *Oper Dent* 2002; 27:289-296.

Opdam NJ, Roeters FJ, Feilzer AJ, Verdonschot EH. Marginal integrity and post operative sensitivity in class 2 resin composite restorations *in vivo*. *J Dent* 1998; 26:555-562.

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 Part B Appl Biomater* 2003; 66:399-409.

Osorio R, Toledano M, Osorio E, Aguilera FS, Tay FR. Effect of load cycling and *in vitro* degradation on resin-dentin bonds using a self-etching primer. *J Biomed Mater Res: Part A* 2005; 72:399-408.

Pashley DH, Tao L, King GE, Horner JA. Scanning electron microscopy of the subsurface of smear layers in human dentin. *Arch Oral Biol* 1988; 33:265-270.

Pashley DH, Sano H, Ciucchi B, Carvalho RM, Rusell CM. Bond strength versus dentin structures: a modelling approach. *Arch Oral Biol* 1995; 40:1109-1118.

Pashley DH, Matthews WG, Zhang Y, Johnson M. Fluid shifts across human dentin in vitro in response to hydrodynamic stimuli. *Arch Oral Biol* 1996; 41:1065-1072.

Pashley DH, Carvalho RM. Dentin permeability and adhesion. *J Dent* 1997; 25:355-372.

Pashley DH, Carvalho RM, Sano H, Nakajima M, Shono Y, Fernandes CA, Tay FR. The microtensile bond test: a review. *J Adhes Dent* 1999; 1:299-309.

Pashley DH, Tay FR. Aggressiveness of contemporary self-etching adhesives. Part II: etching effects on unground enamel. *Dent Mater* 2001; 17(5):430-44.

Pashley DH, Agee KA, Carvalho RM, Lee KW, Tay FR, Callison TE. Effects of water and water-free polar solvents on the tensile properties of demineralized dentin. *Dent Mater* 2003; 19:347-352.

Pashley DH, Tay FR, Yiu C, Hashimoto M, Breschi L, Carvalho RM, Ito S. Collagen degradation by host-derived enzymes during aging. *J Dent Res* 2004; 83:216-221.

Pashley EL, Agee KA, Pashley DH, Tay FR. Effects of one versus two applications of an unfilled, all-in-one adhesive on dentin bonding. *J Dent* 2002; 30:83-90.

Perdigão J, Swift EJ, Denehy GE, Wefel JS, Donly KJ. In vitro bond strength and SEM evaluation of bonding systems to different dentin substrates. *J Dent Res* 1994; 73:44-55.

Perdigão J. An ultra-morphological study of human dentin exposed to adhesive systems. Van Der Poorten, 1995. Belgium.

Perdigão J, Lambrechts P, Van Meerbeek B, Tome AR, Vanherl G, Lopes AB. Morphological field emission-SEM study of the effect of six phosphoric acid etching agents on human dentin. *Dent Mater* 1996; 12:262-271.

Perdigão J, Thompson JY, Toledano M, Osorio R. An ultra-morphological characterization of collagen-depleted etched dentin. *Am J Dent* October, 1999; 12 (5): 250-255.

Perdigão J, Frankenberger R, Rosa BT, Breschi L. New trends in dentin-enamel adhesion. *Am J Dent* 2000; 13:25D-30D.

Pereira PNR, Okuda M, Sano H, Yoshikawa T, Burrow MF, Tagami J. Effect of intrinsic wetness and regional differences on dentin bond strength. *Dent Mater* 1999; 15:46-53.

Peumans M, Kanumilli P, De Munck J, Van Landuyt K, Lambrechts P, Van Meerbeek B. Clinical effectiveness of contemporary adhesives: A systematic review of current clinical trials. *Dent Mater* 2005; 21:864-881.

Polido M. Estudio de la capacidad adhesiva en diversas localizaciones de dentina humana. Tesis doctoral, Granada 2004.

Rueggeberg FA, Margeson DH. The effect of oxygen inhibition on an unfilled/filled composite systems. *J Dent Res* 1990; 69:1652-8.

Rueggeberg FA. Substrate for adhesion testing to tooth structure – Review of the literature. Report of ASC MD156 Task Group. *Dent Mater* 1991; 7:2-10.

Sano H, Shono T, Sonoda H, Takatsu T, Ciucchi B, Carvalho R, Pashley DH. Relationship between surface area for adhesion and tensile bond strength-Evaluation of a micro-tensile bond test. *Dent Mater* 1994; 10:236-240.

Sano H, Takatsu T, Ciucchi B, Horner JA, Mathews WG, Pashley DH. Nanoleakage: Leakage within the hybrid layer. *Oper Dent* 1995; 20:18-25.

Sano H, Yoshikawa T, Pereira PN, Kanemura N, Morigami M, Tagami J, Pashley DH. Long-term durability of dentin bonds made with a self etching primer, in vivo. *J Dent Res* 1999; 78:906-911.

Shirai K, De Munck J, Yoshida Y, Inoue S, Lambrechts P, Suzuki K, Shintani H, Van Meerbeek B. Effect of cavity configuration and aging on the bonding effectiveness of six adhesives to dentin. *Dent Mater* 2005; 21(2): 110-124.

Shono Y, Ogawa T, Terashita M, Carvalho RM, Pashley EL, Pashley DH. Regional measurement of resin-dentin bonding as an array. *J Dent Res* 1999; 78:699-705.

Spencer P, Swafford JR. Unprotected protein at the dentin-adhesive interface. *Quintessence Int* 1999; 30:501-507.

Takahashi A, Inoue S, Kawamoto C, Ominato R, Tanaka T, Sato Y, Pereira PNR, Sano H. In vivo long-term durability of the bond to dentin using two adhesive systems. *J Adhes Dent* 2002; 4:151-159.

Takarada K. Stable adhesion to dentin. Combination of EDTA 3-2 (NH₄/Fe) pretreatment and 2% 4-META/MMA-TBB resin. *Shika Zairyo Kikay* 1990; 9:841-849.

Tanumiharja M, Burrow MF, Tyas MJ. Microtensile bond strength of seven dentin adhesive systems. *Dent Mater* 2000; 16:180-7.

Tay FR, Gwinnett AJ, Pang KM, Wei SHY. Structural evidence of a sealed tissue interface with a total-etch wet-bonding technique in vivo. *J Dent Res* 1994; 73:629-636.

Tay FR, Gwinnett AJ, Pang KM, Wei SH. Resin permeation into acid-conditioned, moist, and dry dentin: A paradigm using water-free adhesive primers. *J Dent Res* 1996a; 75:1034-1044.

Tay FR, Gwinnett AJ, Wei SHY. Micromorphological spectrum from overdrying to overwetting acid-conditioned moist, and dry dentin: A paradigm using water-free adhesive primers. *Dent Mater* 1996b; 12: 236-244.

Tay FR, Gwinnett AJ, Wei SHY. The overwet phenomenon in two-component acetone-based primers containing aryl amine and carboxyl acid monomers. *Dent Mater* 1997; 13:118-127.

Tay FR, Carvalho R, Sano H, Pashley DH. Effect of smear layer on the bonding of a self-etching primer to dentin. *J Adhesive Dent* 2000; 2:99-116.

Tay FR, Pashley DH. Agressiveness of contemporary self-etching systems. Part I: depth of penetration beyond dentin smear layers. *Dent Mater* 2001; 17:296-308.

Tay FR, Pashley DH, Peters MC. Adhesive permeability affects composite coupling to dentin treated with a self-etch adhesive. *Oper Dent* 2003; 28:610-621.

Ten Cate JV, Nyvad B, Van de Blassche-Simons YM, Fejerskov O. A quantitative analysis of mineral loss and shrinkage on in vitro demineralised human root surface. *J Dent Res* 1991; 70:1371-1374.

Toledano M, Osorio R, Perdigão J, Rosales JI, Thompson JY, Cabrerizo-Vílchez MA. Effect of acid etching and collagen removal on dentin wettability and roughness. *J Biomed Mater Res* 1999; 47: 198-203.

Toledano M, Osorio R, de Leonardo G, Rosales-Leal JI, Ceballos L, Cabrerizo-Vílchez MA. Influence of self-etching primer on the resin adhesion to enamel and dentin. *Am J Dent* 2001; 14(4): 205-210.

Toledano M, Perdigão J, Osorio E, Osorio R. Influence of NAOCL deproteinization on shear bond strength in function of dentin depth. *Am J Dent* 2002; 15(4): 252-255.

Toledano M, osorio R, Ceballos L, Fuentes V, Fernández CA, Tay FR. Microtensile bond strength of several adhesive systems to different dentin depths. *Am J Dent* 2003; 16:292-298.

Toledano M, Osorio R, Albaladejo A, Aguilera FS, Tay FR, Ferrari M. Effect of cyclic loading on the microtensile bond strengths of total-etch and self-etch adhesives. *Oper Dent* 2006a; 31(1):25-32.

Toledano M, Osorio R, Osorio E, Aguilera FS, Yamauti M, Pashley DH, Tay F. Durability of resin-dentin bonds: Effects of direct/indirect exposure and storage media. *Dent Mater* 2006b (in press).

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* 2006c; 77A:128-135.

Torii Y, Itou K, Nishitani Y, Ishikawa K, Suzuki K. Effect of phosphoric acid etching prior to self-etching primer application on adhesion of resin composite to enamel and dentin. *Am J Dent* 2002; 15:305-308.

Trevino DF, Duke ES, Robbins JW, Summit JB. Clinical evaluation of Scotchbond multi-purpose adhesive system. *J Dent Res* 1996; 75:397. Abstr. No. 3037.

Van Landuyt KL, Kanumilli P, De Munck J, Peumans M, Lambrechts P, Van Meerbeek. Bond strength of a mild self-etch adhesive with and without prior acid etching. *J Dent* 2005 (In press).

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; 22:533-544.

Van Meerbeek B, Inokoshi S, Braem M, Lambrechts P, Vanherle G. Morphological aspects of the resin-dentin interdiffusion zone with different adhesive systems. *J Dent Res* 1992; 71:1530-1540.

Van Meerbeek B, Dhem A, Goret-Nicase M, Braem M, Lambrechts P, Vanherle G. Comparative SEM and TEM examination of the ultrastructure of the resin-dentin interdiffusion zone. *J Dent Res* 1993; 72:495-501.

Van Meerbeek B, Peumans M, Gladis S, Braem M, Lambrechts P, Vanherle G. Three-year Clinical effectiveness of four total-etch dentinal adhesive systems in cervical lesions. *Quint Int* 1996; 27:775-84.

Van Meerbeek B, Perdigão J, Lambrechts P, Vanherle G. The Clinical performance of adhesives. *J Dent* 1998; 26:1-20.

Van Meerbeek B, Vargas S, Inoue S, Yoshida Y, Peumans M, Lambrechts P, *et al.* Adhesives and cements to promote preservation dentistry. *Oper Dent* 2001; 26:S119-S44.

Van Meerbeek B, De Munck J, Yoshida Y, Inoue S, Vargas M, Vijay P, *et al.* Buonocore memorial lectura. Adhesion to enamel and dentin: current status and future challenges. *Oper Dent* 2003a; 28:215-35.

Van Meerbeek B, De Munck J, Mattar D, Van Landuyt K, Lambrechts P. Microtensile bond strength of an etch & rinse and self-etch adhesive to enamel and dentin as a function of surface treatment. *Oper Dent* 2003b; 28:647-60.

Watanabe I, Nakabayashi N, Pashley DH. Bonding to ground dentin by a Phenyl-P self-etching primer. *J Dent Res* 1994; 73:1212-1220.

Yamauti M, Hashimoto M, Sano H, Ohno H, Carvalho RM, Kaga M. Degradation of resin-dentin bonds using NaOCl storage. *Dent Mater* 2003; 19:399-405.

Yiu CK, Tay FR, King NM, Pashley DH, Sidhu SK, Neo JC, Toledano M, Wong SL. Interaction of glass-ionomer cements with moist dentin. *J Dent Res* 2004; 83:283-289.

Yoshida Y, Nagakane K, Fukuda R, Nakayama Y, Okazaki M, Shintani H, Inoue S, Tagawa Y, Suzuki K, De Munck J, Van Meerbeek B. Comparative study on adhesive performance of functional monomers. *J Dent Res* 2004 Jun; 83(6):454-8.

Yoshikawa T, Sano H, Burrow MF, Tagami J, Pashley DH. Effects of dentin depth and cavity configuration on bond strength. *J Dent Res* 1999. 78(4):898-905.

Yoshiyama M, Carvalho R, Sano H, Horner J, Brewer PD, Pashley DH. Interfacial morphology and strength of bonds made to superficial versus deep dentin. *Am J Dent* 1995; 8:297-302

Yoshiyama M, Matsuo T, Ebisu S, Pashley DH. Regional bond strength of self-etching/self-priming adhesive systems. *J Dent* 1998; 26:609-616.

Zheng L, Pereira PN, Nakajima M, Sano H, Tagami J. Relationship between adhesive thickness and microtensile bond strength. *Oper Dent* 2001; 26:97-104.