

UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS
FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE PIRACICABA

MÁRIO ALEXANDRE COELHO SINHORETI
CIRURGIÃO - DENTISTA

**AVALIAÇÃO "IN VITRO" DA RESISTÊNCIA AO
CISALHAMENTO DA UNIÃO DE SISTEMAS ADESIVOS
SOBRE ESMALTE E DENTINA.**

*Tese apresentada à Faculdade de
Odontologia de Piracicaba, à Universidade
Estadual de Campinas, para obtenção do
TÍTULO DE MESTRE EM
ODONTOLOGIA - ÁREA: MATERIAIS
DENTÁRIOS.*

Piracicaba
1995

Si64a

25873/BC

UNICAMP
BIBLIOTECA CENTRAL

UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS
FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE PIRACICABA

mt

MÁRIO ALEXANDRE COELHO SINHORETI

CIRURGIÃO - DENTISTA

**AVALIAÇÃO "IN VITRO" DA RESISTÊNCIA AO
CISALHAMENTO DA UNIÃO DE SISTEMAS ADESIVOS
SOBRE ESMALTE E DENTINA.**

*Este exemplar
foi devidamente
corrigido, conforme
resolução ccf/9/036/83
Piracicaba, 01/09/95
M.F. Goes*

*Tese apresentada à Faculdade de
Odontologia de Piracicaba, da Universidade
Estadual de Campinas, para obtenção do
TÍTULO DE MESTRE EM
ODONTOLOGIA - ÁREA: MATERIAS
DENTÁRIOS.*

*

Orientador: Prof. Dr. MARIO FERNANDO DE GOES

Piracicaba
1995

**FICHA CATALOGRÁFICA ELABORADA PELA BIBLIOTECA DA
F.O.P. - UNICAMP**

Sinhoreti, Mário Alexandre Coelho
Si64a Avaliação "in vitro" da união ao cisalhamento de sistemas adesivos sobre esmalte e dentina / Mário Alexandre Coelho Sinhoreti. - Piracicaba,SP : [s.n.], 1995.
112 f. : il.

Orientador : Mario Fernando De Goes.

Dissertação (mestrado) - Universidade Estadual de Campinas, Faculdade de Odontologia de Piracicaba.

1 - Adesivos dentários. 2 - Cisalhamento - Materiais Dentários. 3 - Dentina. 4 - Esmaltes - Odontologia. I. De Goes, Mario Fernando. II. Universidade Estadual de Campinas, Faculdade de Odontologia de Piracicaba. III. Título.
19.CDD - 617.695

Índices para o catálogo sistemático

- 1. Adesivos dentários 617.695**
- 2. Cisalhamento - Materiais dentários 617.695**



UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS
FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE PIRACICABA



Data da defesa de tese: 29 de Agosto de 1995.

Banca Examinadora:

Nota

Prof. Dr. MARIO FERNANDO DE GOMES () APROVADO

Prof. Dr. EWERTON NOZHI CONCEIÇÃO () APROVADO

Prof. Dr. SIZENANDO DE T. PORTO NETO () APROVADO

Média Final: APROVADO COM DISTINÇÃO E LOUVOR.

Dedico este trabalho

À Deus, Senhor de toda a sabedoria

Aos meus pais, **ANTONIO** e **CÉLIA**, pelo incentivo, carinho e compreensão durante toda minha vida.

Ao meu irmão, **JOSÉ LUIZ**,
pela colaboração e confiança
que depositou em mim.

AGRADECIMENTOS ESPECIAIS

Ao Prof. Doutor **MARIO FERNANDO DE GOES**

Livre Docente da Área de Materiais Dentários da Faculdade de Odontologia de Piracicaba, da Universidade Estadual de Campinas, cuja competência científica proporcionou segura orientação na minha formação científica e no transcorrer deste trabalho.

Ao Prof. Doutor **SIMONIDES CONSANI**, Titular da Área de Materiais Dentários, da FOP - UNICAMP, pela amizade, estímulo, apoio e sugestões na elaboração deste trabalho, bem como pela minha formação científica.

Meus sinceros agradecimentos

AGRADECIMENTOS

À Direção da Faculdade de Odontologia de Piracicaba, da Universidade Estadual de Campinas, na pessoa do seu Diretor Prof. Dr. JOSÉ RANALI e do Diretor Associado Prof. Dr. OSLEI PAES DE ALMEIDA.

À Profa. Dra. MARINÉIA DE LARA HADDAD, do Departamento de Entomologia da Escola Superior de Agricultura "Luiz de Queiroz" - USP, pelo auxílio na elaboração da análise estatística.

Aos Profs. da Área de Materiais Dentários da Faculdade de Odontologia de Piracicaba - UNICAMP - Dr. LUIZ ANTONIO RUHNKE, Dr. WOLNEY LUIZ STOLF e Dr. LOURENÇO CORRER SOBRINHO, pela amizade, apoio e compreensão.

Ao técnico especializado da Área de Materiais Dentários da FOP, UNICAMP, Engenheiro MARCOS BLANCO CANGIANI, pela colaboração técnica no formato e digitação deste trabalho.

Ao Sr. ADÁRIO CANGIANI, ex-técnico da Área de Materiais Dentários da Faculdade de Odontologia de Piracicaba - UNICAMP, pela documentação fotográfica e confecção das matrizes.

À Bibliotecária SUELI DUARTE DE OLIVEIRA SOLIANI, da Faculdade de Odontologia de Piracicaba - UNICAMP, pela orientação nas referências bibliográficas.

À Sra. SELMA A. B. DE SOUZA, técnica e secretária da Área de Materiais Dentários da Faculdade de Odontologia de Piracicaba - UNICAMP, pela amizade e atenção prestada.

Ao engenheiro MARCELO A. P. SILVA do Instituto de Física e Química de São Carlos - USP, pelo auxílio na obtenção das fotomicrografias, que possibilitaram o enriquecimento científico deste trabalho.

À Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior - CAPES, pela concessão da bolsa de estudos que nos permitiu realizar o Curso de Pós-Graduação.

Aos colegas do Curso de Pós-Graduação, pela amizade durante todo o curso e a todos que direta ou indiretamente auxiliaram na elaboração deste trabalho.

MEUS SINCEROS AGRADECIMENTOS.

SUMÁRIO

1 - LISTA.....	01
2 - RESUMO.....	06
3 - INTRODUÇÃO.....	09
4 - REVISÃO DA LITERATURA.....	12
5 - PROPOSIÇÃO.....	53
6 - MATERIAIS E MÉTODO.....	55
6.1 - Materiais.....	56
6.2 - Método.....	59
6.2.1 - Preparação das amostras	59
6.2.2 - Preparação das amostras para o ensaio de cisalhamento sobre a superfície do esmalte.....	59
6.2.3 - Preparação das amostras para o ensaio de cisalhamento sobre a superfície da dentina.....	60
6.2.4 - Preparação dos corpos de prova para o ensaio de cisalhamento.....	61
6.2.5 - Análise da região de fratura em M.E.V.	66
7 - RESULTADOS.....	67
7.1 - Ensaio de resistência ao cisalhamento.....	68
7.2 - Análise morfológica da superfície do esmalte e dentina na região fraturada após o ensaio de resistência de união ao cisalhamento.....	71
8 - DISCUSSÃO DOS RESULTADOS.....	78
9 - CONCLUSÃO.....	88

10 - APÊNDICE.....	91
11 - SUMMARY.....	102
12 - REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	105

1 - LISTA

1 - LISTA

Tabela	Folha
1 . Descrição das combinações sistemas adesivos / compósito usadas no estudo.	56
2 . Descrição dos sistemas adesivos utilizados na pesquisa.	57
3 . Nome completo das abreviações mencionadas na tabela 2.	58
4 . Valores individuais e médias da resistência ao cisalhamento para o produto Scotchbond Multi-Purpose sobre esmalte e dentina (MPa).	92
5 . Valores individuais e médias da resistência ao cisalhamento para o produto Optibond sobre esmalte e dentina (MPa).	92
6 . Valores individuais e médias da resistência ao cisalhamento para o produto XR Bonding sobre esmalte e dentina (MPa).	93
7 . Valores individuais e médias da resistência ao cisalhamento para o produto Scotchbond 2 sobre esmalte e dentina (MPa).	93
8 . Valores individuais e médias da resistência ao cisalhamento para o produto Prisma Universal Bond 3 sobre esmalte e dentina (MPa).	94
9 . Valores individuais e médias da resistência ao cisalhamento para o produto Denthesive II sobre esmalte e dentina (MPa).	94
10. Valores individuais e médias da resistência ao cisalhamento para o produto Heliobond sobre esmalte e dentina (MPa).	95
11. Valores individuais e médias da resistência ao cisalhamento para o produto Multi Bond Alpha sobre esmalte e dentina (MPa).	95
12. Valores individuais e médias da resistência ao cisalhamento para o produto All Bond 2 sobre esmalte e dentina (MPa).	96
13. Valores individuais e médias da resistência ao cisalhamento para o produto Syntac sobre esmalte e dentina (MPa).	96
14. Valores individuais e médias da resistência ao cisalhamento para o produto Pro-Bond sobre esmalte e dentina (MPa).	97
15. Análise de variância para os valores de resistência ao cisalhamento obtidos na união das superfícies do esmalte e dentina com os sistemas restauradores.	97
16. Médias de resistência de união ao cisalhamento após a utilização da combinação dos sistemas adesivos / compósitos restauradores sobre a superfície do esmalte (MPa).	69
17. Médias de resistência de união ao cisalhamento após a utilização da combinação dos sistemas adesivos / compósitos restauradores sobre a superfície da dentina (MPa).	70
Figura	Folha
1 . Base metálica (A) utilizada como suporte para desgastar a superfície dental (C) embutida em resina acrílica no cilindro plástico (B).	60
2 . Área da superfície dental (A) delimitada pela fita adesiva (B) no cilindro plástico preenchido pela resina acrílica autopolimerizável.	61
3 . Corpo de prova posicionado em base metálica fixada a um dispositivo metálico preso à bancada de trabalho. A, corpo de prova; B, base metálica; C, dispositivo metálico.	64

- 4 . Posicionamento da matriz circular em aço inoxidável. A, matriz de aço inoxidável; B, perfuração; C, suporte metálico sextavado; D, parafusos para fixação do suporte metálico; E, parafuso para a fixação da matriz de aço inoxidável; F, dispositivo metálico. 64
- 5 . Disposição seqüencial da amostra e matrizes utilizadas para confecção do corpo de prova. A, amostra; B, matriz usada para posicionar a amostra; C, suporte metálico com a matriz de aço inoxidável no seu interior; D, parafusos de fixação; E, corpo de prova. 65
- 6 . Corpo de prova posicionado para o ensaio de cisalhamento. A, luva metálica; B, mordente da máquina de ensaio universal; C, corpo de prova; D, matriz metálica. 66
- 7 . Ilustração gráfica dos valores médios de resistência ao cisalhamento após a utilização dos sistemas adesivos sobre a superfície do esmalte, em MPa. 69
- 8 . Ilustração gráfica dos valores médios de resistência ao cisalhamento após a utilização dos sistemas adesivos sobre a superfície da dentina, em MPa. 70
- 9 . Aspecto morfológico da superfície do esmalte na região fraturada após o ensaio de cisalhamento utilizando o sistema adesivo Optibond (20x). Notar os resíduos do adesivo (A) aderido na superfície do esmalte aparentemente sem adesivo (E). 72
10. Aspecto morfológico da superfície do esmalte na região de fratura após o ensaio de cisalhamento utilizando o sistema adesivo Optibond . Na parte superior (500x) nota-se a interface entre esmalte (E) e adesivo (A). Na parte inferior (2000x) nota-se o centro dos prismas de esmalte preenchido parcialmente (A) ou totalmente (B) pelo adesivo. 72
11. Aspecto morfológico da superfície do esmalte na região de fratura após o ensaio de cisalhamento utilizando o sistema adesivo XR Bonding (20x). Notar restos de adesivo (A) sobre a superfície do esmalte (E). 73
12. Aspecto morfológico da região (letra A, Fig.11) onde o adesivo XR Bonding se uniu à superfície do esmalte (1000X). 73
13. Aspecto morfológico da superfície do esmalte na região de fratura após o ensaio de cisalhamento utilizando o sistema adesivo Heliobond (20x). Os pontos claros mostram resíduos de adesivo sobre a superfície do esmalte (seta). 74
14. Aspecto morfológico da região de fratura (seta, Fig. 13) na superfície do esmalte após o ensaio de cisalhamento utilizando o sistema adesivo Heliobond (1000x). 74
15. Aspecto morfológico da região de fratura na superfície da dentina após o ensaio de cisalhamento utilizando o sistema adesivo Optibond (20x). Notar resíduos de adesivo (A) aderido na superfície dentinária (D). 75
16. Aspecto morfológico da região de fratura na superfície da dentina após o ensaio de cisalhamento utilizando o sistema adesivo Optibond (1000x). Na letra A, nota-se restos de adesivo sobre a superfície dentinária (D). A seta mostra a entrada de um túbulo dentinário preenchida com adesivo. 75
17. Aspecto morfológico da região de fratura na superfície da dentina após o ensaio de cisalhamento utilizando o sistema adesivo XR Bonding (20x). Nota-se a superfície dentinária aparentemente livre de restos de adesivo. 76
18. Aspecto morfológico da região de fratura na superfície da dentina após o ensaio de cisalhamento utilizando o sistema adesivo XR Bonding (1000x). Nota-se sobre toda a superfície dentinária a camada de "smear layer" solubilizada pelo adesivo (as trincas são artefatos de técnica). 76

19. Aspecto morfológico da região de fratura na superfície da dentina após o ensaio de cisalhamento utilizando o sistema adesivo Heliobond (20x). Notar que a superfície dentinária está aparentemente livre de restos de adesivo. 77
20. Aspecto morfológico da região de fratura na superfície da dentina após o ensaio de cisalhamento utilizando o sistema adesivo Heliobond (1000x). Nota-se que a camada de "smear layer" está obliterando a entrada dos túbulos dentinários (seta). 77

Abreviaturas e Siglas	Significado
%	- por cento
°	- grau
°C	- grau Celsius
µm	- micrometro
4-META	- 4-Metacriloxietil Trimelitano Anidro
BIS-GMA	- Bisfenol-A Glicidil Metacrilato
BPDM	- Bisfenil Dimetacrilato
$\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{H})_2$	- Hidroxiapatita
CaCl_2	- Cloreto de Cálcio
Di-HEMA fosf.	- Di-Hidroxietil Metacrilato fosfatado
DMA fosf.	- Dimetacrilato fosfatado
D.P.M.	- Desvio Padrão da Média
EDTA	- Ácido Etileno-Diamino-Tetraacético
et al.	- et alli
Fig.	- Figura
GPDM	- Glicerol Fosfato Dimetacrilato
H_3PO_4	- ácido fosfórico
HEMA	- Hidroxietil Metacrilato
I.S.O.	- International Standard Organization
J&J	- Johnson's & Johnson's
Jr.	- Júnior
Kg/cm^2	- Kilograma por centímetro quadrado
Kgf/cm^2	- Kilograma força por centímetro quadrado
M	- Molar
M.E.T.	- Microscopia Eletrônica de Transmissão
M.E.V.	- Microscopia Eletrônica de Varredura
ml	- mililitro
mm	- milímetro
mm/min.	- milímetro por minuto
MMA-TBB	- Metil Metacrilato-Tri Butil Burano
MMEM	- Mono-Metacriloxietil Maleato
MN.m^{-2}	- Mega Newton por metro quadrado
MPa	- Mega Pascal
mW/cm^2	- mili watt por centímetro quadrado
N	- Normal
NaOH	- hidróxido de sódio

NTG-GMA	- N-Tolilglicino Glicidil Metacrilato
p/p	- peso por peso
p>0,05	- probabilidade maior que 5 por cento
p<0,05	- probabilidade menor que 5 por cento
PAMM	- Mono Metacriloxietil Ftalato
PEG-DMA	- Polietileno Glicol Dimetacrilato
PENTA	- Éster Fosfonado Penta-Acrilato
pKa	- constante de dissociação
PMDM	- ácido Piromelítico Dianidrido
PMGDM	- Piromelítico Glicidil Metacrilato
PMMA	- Fenil-Metilmetacrilato
P.U.B.3	- Prisma Universal Bond 3
P.V.C.	- Poli Vinil Cloreto rígido
SBMP	- Scotchbond Multi-Purpose
TEGDMA	- Trietileno Glicol Dimetacrilato
TEGMA	- Trietileno Glicol Metacrilato
UDMA	- Uretano Dimetacrilato
U.R.	- umidade relativa

2 - RESUMO

2 - RESUMO

A proposta deste estudo foi avaliar a resistência de união ao cisalhamento de onze sistemas adesivos disponíveis comercialmente sobre a superfície do esmalte e dentina, utilizando também, microscópio eletrônico de varredura para a observação do tipo de falha ocorrida na interface dente-compósito.

Foram utilizados 176 dentes humanos constituídos por grupos dos pré-molares e molares, cujas raízes foram seccionadas e as coroas dentárias remanescentes incluídas com resina acrílica ativada quimicamente em tubos de PVC. A face vestibular foi desgastada com lixas d'água de granulação número 180 e 400, respectivamente, até conseguir uma área plana de 5 mm de diâmetro na superfície do esmalte ou dentina. Após a preparação das superfícies dentárias, uma fita adesiva circular com um orifício central de 4 mm de diâmetro foi aderida sobre a superfície do esmalte ou dentina, com a finalidade de delimitar a área onde se efetuariam a união adesivo-material restaurador. A área delimitada para a união (esmalte ou dentina) foi tratada com um dos seguintes sistemas adesivos: Scotchbond Multi-Purpose e Scotchbond 2 (3M Dental), Optibond e XR Bonding (Kerr), All Bond 2 (Bisco), Denthesive II (Kulzer), Syntac (Vivadent), Multi Bond Alpha (DFL), Heliobond (Vivadent), Pro-bond e Prisma Universal Bond 3 (Caulk / Dentsply). Durante a utilização de cada sistema adesivo, as instruções dos respectivos fabricantes foram rigorosamente seguidas. O compósito restaurador utilizado foi aquele indicado por cada fabricante para cada sistema adesivo, exceção feita aos materiais Multi Bond Alpha e All Bond 2, que utilizaram o compósito restaurador Z 100 (3M Dental). Em seguida, cada compósito restaurador, foi inserido com o auxílio de uma matriz de aço inoxidável (4 mm de diâmetro por 5 mm de altura), em três camadas, cada uma polimerizada durante 40 segundos. Os corpos de prova foram armazenados a 37°C e 100% de umidade relativa durante 24 horas e submetidos ao ensaio de resistência ao cisalhamento em máquina de ensaio universal Otto Wolpert Werke, a uma velocidade de 6 mm/min.. Após a fratura, as superfícies das amostras em esmalte ou dentina de cada grupo de material, foram revestidas com ouro-paládio sob alto vácuo para observação em microscopia eletrônica de varredura.

A análise de variância e o teste de Tukey, ao nível de 5% de significância, mostraram que a média de resistência ao cisalhamento na superfície do esmalte para o produto Optibond (14,21 MPa) foi significativamente superior do que os demais produtos testados. Em seguida, vieram os produtos Scotchbond Multi-Purpose (10,49 MPa), All Bond 2 (10,44 MPa) e Syntac (10,42 MPa) que foram estatisticamente iguais entre si,

inferiores ao produto Optibond e superiores aos demais produtos. Logo após, vieram os produtos Pró-Bond (8,11 MPa), Multi Bond Alpha (8,00 MPa), Denthesive II (7,89 MPa) e XR Bonding (7,37 MPa) que foram estatisticamente iguais entre si e superiores aos produtos Scotchbond 2 (6,25 MPa), Prisma Universal Bond 3 (6,23 MPa) e Heliobond (5,12 MPa) que foram iguais entre si. Os produtos XR Bonding, Scotchbond 2 e Prisma Universal Bond 3, foram estatisticamente iguais entre si.

Em dentina, a análise de variância e o teste de Tukey, ao nível de 5% de significância, mostraram que os produtos Optibond (6,17 MPa), Scotchbond Multi-Purpose (6,06 MPa) e All Bond 2 (5,39 MPa) foram estatisticamente iguais entre si e superiores aos demais produtos, exceção para o produto All Bond 2 em relação aos produtos Denthesive II, Syntac e Pro-Bond, cujas médias foram estatisticamente iguais entre si. Os produtos Denthesive II (4,30 MPa), Syntac (4,29 MPa), Pro-Bond (4,04 MPa), Prisma Universal Bond 3 (3,59 MPa), XR Bonding (3,44 MPa), Scotchbond 2 (3,39 MPa) e Multi Bond Alpha (3,38 MPa) obtiveram médias estatisticamente semelhantes entre si e superiores ao material Heliobond (1,40 MPa), que foi inferior a todos os produtos testados.

As fotomicrografias das regiões de fratura para as amostras em esmalte, mostraram que a falha mais comumente observada em todos os grupos, foi a falha do tipo coesiva no adesivo. Já nas amostras em dentina, pudemos observar falhas do tipo coesiva no adesivo para os produtos de quarta geração, e do tipo adesiva na interface dentina-compósito para os produtos de terceira geração e para o material Heliobond, de primeira geração.

Palavras-chave: Adesivos dentários
Dentina
Esmaltes - Odontologia
Cisalhamento - Materiais dentários

3 - INTRODUÇÃO

3 - INTRODUÇÃO

A efetiva adesão de resinas restauradoras aos tecidos mineralizados do dente tem sido assunto de pesquisas por aproximadamente 40 anos. Buonocore ¹² em 1955, demonstrou que a resistência de união entre a resina acrílica restauradora e o esmalte dental aumentava significativamente após o condicionamento da superfície do esmalte com ácido ortofosfórico a 85%.

Posteriormente, outro estudo mostrou que a profundidade ou a quantidade de esmalte superficial removido, durante o procedimento técnico de condicionamento ácido, depende da concentração do ácido e duração do tempo de condicionamento ⁴⁶. Além disso, a qualidade da alteração superficial no esmalte, produzida pelo condicionamento ácido, melhorou quando da utilização do ácido ortofosfórico em concentrações que variavam entre 30-40%, durante 1 minuto ⁴⁶. Entretanto, estudos recentes indicam que o tempo de condicionamento pode ser reduzido para 15 segundos, sem produzir diferenças qualitativas na morfologia superficial do esmalte e na resistência de união com o compósito ^{07, 20}. Na realidade, este procedimento simples promove uma dissolução da região central e/ou das bordas dos prismas de esmalte, onde a resina fluida é capaz de penetrar e após a polimerização, forma uma união mecânica com o esmalte ^{04, 47}. Dessa forma, é possível eliminar a microinfiltração de componentes salivares e bactérias através da interface dente-restauração e, com isso, aumentar a longevidade da restauração ^{39, 42}.

Assim, por causa do relativo sucesso obtido com o condicionamento da superfície do esmalte através do ácido ortofosfórico, o procedimento técnico passou também a ser usado sobre a superfície da dentina, mas sem conseguir produzir uma resistência de união semelhante àquela obtida no esmalte ⁵⁴. Além disso, a aplicação do ácido fosfórico não foi aconselhado porque causa remoção da "smear layer", aumento da permeabilidade dentinária e agressão ao tecido da polpa ^{41, 49}. Entretanto, as pesquisas tem sido direcionadas para o desenvolvimento de sistemas que possuam mecanismos de adesão química com o tecido dentinário.

Buonocore ¹³ em 1956, descreveu o primeiro agente de união à dentina, o qual consistia num dimetacrilato glicerofosfórico, que se unia ao polímero da resina e ao íon cálcio da dentina através de grupamentos fosfato ativos. Outros agentes de união baseados em cianoacrilatos, poliuretanos, e N-tolil-glicino-glicidilmetacrilato (NTG-GMA) foram estudados na época e chamados posteriormente de "primeira geração" dos adesivos de

dentina. No entanto, estes sistemas adesivos demonstraram modesta resistência de união à dentina em estudos laboratoriais e, clinicamente, foram considerados inadequados por causa da hidrólise do agente de união em ambiente bucal ^{27, 44}.

O uso de ésteres halofosfatados ou clorofosfatados do Bis-GMA, hidroxietil metacrilato (HEMA), oxalatos, e pré-polímeros uretanos do tolueno-diisocianato, caracterizaram os agentes de união representativos da segunda geração dos adesivos de dentina. Teoricamente a união iônica ocorria através da carga negativa do grupamento fosfato e a carga positiva do cálcio presente na dentina. Em outros casos, a dentina era tratada com uma solução de oxalato férrico ^{10, 11}. Estudos laboratoriais mostraram que estes agentes de união aumentaram a resistência de união à dentina, mas os resultados clínicos, contrariamente, demonstraram uma fraca união à dentina e alta incidência de microinfiltração ^{44, 57}.

A terceira geração dos adesivos de dentina trazem em comum a incorporação de agentes condicionadores de dentina ou formulações contendo monômeros hidrofílicos. Dessa forma, caracterizam-se por realizarem um tratamento específico na camada de "smear layer", podendo preservá-la, modificá-la ou removê-la. Entretanto, o aumento na resistência à união tem sido acompanhado pela grande complexidade na utilização e variação da composição química de cada material ³⁹.

Mais recentemente, foram introduzidos no comércio sistemas adesivos universais denominados de "quarta geração" que são recomendados para proporcionar união ao esmalte, dentina, porcelana, metal e amálgama de prata.^{53, 26} Além das diversas aplicações clínicas, esses sistemas apresentam modificações na composição química do adesivo e no agente usado para preparar a superfície dentinária à união ("primer") com a finalidade de aumentar a afinidade pela umidade da dentina. Além disso, o condicionador ácido, agora tem a indicação para ser aplicado ao mesmo tempo na superfície do esmalte e dentina, durante 15 segundos, simplificando assim o procedimento técnico.

Dessa forma, o objetivo deste estudo foi avaliar o comportamento dos sistemas adesivos modernos sobre a superfície do esmalte e dentina, bem como as características da união na interface compósito-substrato dental.

4 - REVISÃO DA LITERATURA

4 - REVISÃO DA LITERATURA

BUONOCORE ¹², em 1955, apresentou um método simples para aumentar a adesão da resina acrílica à superfície de esmalte. Verificou que a adesão de discos de resina acrílica à superfície do esmalte era maior quando este tecido dental era condicionado com ácido fosfórico a 85%, por 30 segundos, em relação as amostras que não recebiam nenhum tratamento ácido previamente à colocação da resina acrílica. O autor explicou que o fenômeno ocorreu em função do grande aumento da área superficial devido a ação do ataque ácido, além do aumento da capacidade de umedecimento da superfície, permitindo assim, contato íntimo da resina acrílica com o esmalte.

Em 1956, BUONOCORE ¹³ et al. relataram propriedades de uma resina capaz de se unir à superfície da dentina humana. Eles utilizaram dentes humanos que foram incluídos em resina acrílica e desgastados até se obter uma área plana de dentina sobre a qual colocaram uma folha de alumínio, delimitando a área a ser avaliada. Esta área foi coberta com uma camada de resina com cerca de 1,0 a 1,5 mm de espessura e em seguida foi deixada polimerizar. A resistência de união da resina foi obtida, em Kgf/cm², pela medida da força aplicada num ângulo reto sobre a superfície da dentina até a remoção da resina. Eles observaram que o adesivo de resina acrílica se uniu fortemente à superfície dentinária. A força de união pode ser praticamente duplicada pelo ataque ácido da dentina, antes da aplicação do adesivo resinoso. Esta união também mostrou ter boa resistência após imersão em água. Para a superfície dentinária sem tratamento, inicialmente, a união foi de 28 Kgf/cm² e reduziu para 15 Kgf/cm² após 3 meses de imersão em água. Já para as superfícies tratadas com condicionador ácido, a resistência de união inicial foi de 53 kgf/cm² e reduziu para 28 kgf/cm² após 5 meses de imersão em água. Os autores concluíram que é sugestivo que esta união seja devida a uma combinação química entre um dos constituintes do adesivo e a matéria orgânica da dentina e que o tempo de imersão afeta adversamente a resistência de união.

Em 1965, BOWEN ⁰⁹ realizou um estudo para verificar a resistência de união de vários materiais restauradores sobre o esmalte, dentina e fluorapatita usando um comonômero ativador na superfície, cujo objetivo era unir-se por quelação com o cálcio dessas estruturas. A fluorapatita foi selecionada como substrato na forma de cristais porque não contém parte orgânica e é semelhante a hidroxiapatita que é a parte mineral do esmalte e dentina. As superfícies de esmalte e dentina foram obtidas a partir de dentes humanos que

foram incluídos em gesso pedra e desgastados com lixas até se obter uma superfície plana. Os cristais de hidroxiapatita foram também incluídos em gesso pedra e polidos. As amostras tiveram suas superfícies tratadas com uma das três soluções avaliadas (NaOH 0,1 N, sol. saturada de CaCl₂, EDTA a 10%) antes do comonômero ser aplicado. O comonômero (solução de NTG-GMA em álcool) foi usado em 4 concentrações: 0,5%, 1,5%, 5%, 10%. Foram confeccionados cilindros de resina acrílica sobre as superfícies e as amostras permaneceram 1 ou 3 dias imersas em água até serem levadas a uma máquina de ensaios universal para verificar a resistência à tração. Os resultados mostraram que o comonômero NTG-GMA aumentou a resistência de união dos materiais restauradores sobre o esmalte, dentina e fluorapatita. Os resultados sempre foram maiores quando o substrato era a fluorapatita, seguido pelo esmalte e pela dentina. Quando houve o tratamento superficial dos substratos com EDTA e neutralizado pelo NaOH, a resistência de união também aumentou. Não houve diferença significativa na média dos valores de resistência à tração quando as amostras foram imersas em água por 1 ou 3 dias.

GWINNETT & MATSUI ²², em 1967, verificaram através de microscopia eletrônica de transmissão e microscopia óptica, se havia uma relação física entre o esmalte condicionado e o adesivo dental. Para isto, utilizaram 32 dentes humanos dos grupos incisivos e caninos superiores que foram divididos em 8 grupos. Cada dente teve a superfície vestibular delimitada e condicionada com o líquido de um cimento de fosfato de zinco por 2 minutos, sendo após, lavada e seca. Foram aplicados em cada grupo, um dos oito adesivos de esmalte estudado e esperado polimerizar em seguida. As amostras de cada grupo foram então desmineralizadas com ácido clórico 0,1 N e preparadas para a observação em microscopia óptica e eletrônica. Os autores observaram que houve a formação de filamentos ("tags") na interface material / esmalte. A origem destes filamentos foi consequência da penetração do agente adesivo dentro das bordas ou prismas do esmalte descalcificado e posterior polimerização. Ainda, segundo os autores, esta penetração pode encapsular os cristais do esmalte e promover uma efetiva e permanente união mecânica, além de proteger o esmalte contra novas dissoluções.

LEE et al. ²⁷, em 1971, desenvolveram e avaliaram um adesivo resinoso à base de poliuretano que deveria servir como um agente de união para as restaurações de resina composta. Segundo os autores, um adesivo ideal deveria impedir a separação na interface dente-material restaurador, provocada pela contração de polimerização do compósito. Além disso, deveria reter a restauração na cavidade quando esta sofresse forças externas. A escolha

do adesivo à base de poliuretano pelos autores, foi devida à boa resistência de união deste material sob condições de alta umidade por um longo período. Além disso, são de fácil manuseio e quimicamente estáveis. Neste estudo, foi aplicada uma camada de adesivo de poliuretano sobre esmalte e dentina humanos condicionados com ácido cítrico a 50%. Após 5 minutos, uma camada de resina composta com 85% de carga inorgânica foi aplicada. Nesta parte laboratorial do estudo, foi verificada a resistência de união ao esmalte e dentina, além de observar-se com o uso de microscopia eletrônica de varredura, a estrutura dental e a adaptação da restauração. Uma parte clínica também foi conduzida para verificar as propriedades de manuseio, tempo de trabalho e longevidade da restauração. Os autores verificaram neste estudo que, laboratorialmente, o adesivo à base de poliuretano se comporta satisfatoriamente, mas clinicamente, a união com a estrutura dentária não suporta totalmente os esforços mastigatórios e térmicos, criando fendas na interface dente-restauração, além de hidrolisar-se facilmente.

Em 1974, RETIEF et al. ⁴¹ determinaram o efeito do ácido fosfórico (H_3PO_4) a 50% sobre a polpa de dentes de macacos. Prepararam cavidades tipo classe V no quadrante superior direito e inferior esquerdo. Em seguida, o ácido fosfórico a 50% foi aplicado em cada cavidade, durante 1 minuto, que após a lavagem foi seca e preenchida com cimento de óxido de zinco e eugenol. As cavidades usadas como controle no segmento contralateral foram somente lavadas, secas e preenchidas com cimento de óxido de zinco e eugenol. Os animais foram sacrificados após 4 dias, 2 e 6 semanas. Nos resultados do grupo controle, os autores observaram a existência de uma resposta inflamatória classificada de suave para moderada, enquanto que, a aplicação do ácido fosfórico sobre a dentina (grupo experimental) produziu uma reação inflamatória severa, sugerindo então, a necessidade da utilização de uma base protetora sobre a superfície da dentina antes do condicionamento ácido da superfície do esmalte adjacente.

Em 1974, SILVERSTONE ⁴⁶ investigou "in vitro" a retenção de diversos selantes usados em fissuras e cicatrículas oclusais de dentes humanos. O autor verificou também o efeito de alguns condicionadores ácidos líquidos sobre a superfície do esmalte. Quatrocentos dentes humanos sadios foram revestidos com verniz, deixando livre apenas a superfície oclusal para o experimento. A região do esmalte exposta foi condicionada com as seguintes soluções: ácido fosfórico em concentrações que variavam entre 20 - 70%, ácido fosfórico a 50% tamponado com óxido de zinco a 7%, em peso, ácido cítrico a 5% e a 50%, ácido poliacrílico a 10% e soluções de EDTA. O tempo de aplicação dos ácidos variou de 1

até 5 minutos. Os selantes empregados foram Epoxylite 9070 e 9075, Elmex protector, Nuva-Seal e TP 226. Os espécimes foram seccionados e parte deles foi examinada em microscopias de luz transmitida, polarizada, fluorescente e eletrônica de varredura. A exposição da superfície do esmalte aos condicionadores ácidos alterou a consistência do tecido dental resultando em perda do contorno e criação de uma região porosa. Quando foi usado o ácido fosfórico, o grau de alteração da superfície do esmalte aumentou com a redução da concentração do ácido e segundo o autor, a melhor condição retentiva para o selante foi produzida pelo ácido fosfórico em concentrações que variavam entre 20 - 50%, sendo que a solução a 30% mostrou ser o agente ácido mais efetivo.

Em 1975, SILVERSTONE et al.⁴⁷ demonstraram "in vitro" que a exposição do esmalte dental humano à soluções ácidas produziram 3 padrões básicos de condicionamento. No mais comum, classificado como padrão tipo 1, o centro dos prismas de esmalte foram preferencialmente removidos deixando as bordas dos prismas relativamente intactas. No padrão classificado como tipo 2, as bordas periféricas dos prismas de esmalte foram preferencialmente removidas deixando a região central dos prismas relativamente intactas. No padrão classificado como tipo 3, co-existiram regiões correspondentes ao padrão tipo 1 e 2. Assim, os resultados sugeriram que não existe um padrão específico de condicionamento ácido produzido na superfície do esmalte dental humano, e que algumas diferenças produzidas pelos ácidos são difíceis de serem explicadas em função da variação da composição química e da orientação dos cristais dos prismas de esmalte.

STANLEY et al.⁴⁹, em 1975, avaliaram e compararam a resposta do tecido pulpar frente a duas novas formulações de resinas compostas (HL-72 e Henamelite) com a produzida pelo cimento de óxido de zinco e eugenol. Avaliaram ainda o efeito do pré-tratamento ácido da dentina antes da restauração com resina composta e determinaram se a resposta pulpar intensificava com o aumento da permeabilidade dentinária provocada pelo condicionamento ácido. Além disso, avaliaram se a espessura de 1mm de dentina remanescente minimizaria a resposta pulpar. Para isto, utilizaram 150 dentes humanos sem cárie de pessoas com faixa etária entre 24 e 67 anos. As cavidades foram preparadas com a forma quadrada medindo 3x3mm por 2,5mm de profundidade, com alta-rotação refrigerado à água. Os dentes foram divididos em três grupos: 50 dentes foram restaurados com resina composta sem tratamento ácido da dentina; 56 dentes foram restaurados com resina composta após pré-tratamento ácido da dentina (ácido fosfórico a 50% por 120 segundos); e, 44 dentes foram restaurados com cimento de óxido de zinco e eugenol. Os resultados indicaram que os

novos compósitos (HL-72 e Enamelite), supostamente de pH neutro e não contendo ácido metacrílico quando usados isoladamente ou em conjunção com o condicionamento pelos ácidos cítrico a 50% ou fosfórico, foram tóxicos à polpa quando aplicados em cavidades profundas e sem a dentina estar protegida. Além disso, a intensidade da resposta inflamatória aumentou após os procedimentos de pré-tratamento ácido, indicando aumento na permeabilidade dentinária. Quando a espessura da dentina remanescente foi de 1mm ou menos, independente se fosse dentina primária ou reparadora, a porcentagem de dentes com abscessos aumentou. Assim, o autor sugeriu o uso de uma base de hidróxido de cálcio para proteger a dentina previamente ao condicionamento ácido.

Em 1976, RIDER et al.⁴⁵ descreveram o aperfeiçoamento técnico para medir o comportamento de adesão de vários materiais com a estrutura dura do dente através de ensaios de tração. Observaram também a correlação entre a natureza do preparo e a rugosidade superficial do dente usando microscopia eletrônica de varredura e o rugosímetro Talysurf. Foram usados no estudo molares e pré-molares humanos que após a extração eram armazenados em soro fisiológico em temperatura ambiente. A superfície vestibular foi desgastada com lixas de granulação nº 400, lavada e os dentes armazenados em água destilada. A seguir, as superfícies dentais foram condicionadas com ácido ortofosfórico a 50% e óxido de zinco a 7% (P/P). Em seguida, as amostras foram lavadas e secas, durante 2 minutos, com ar comprimido e armazenadas em água a 37°C por 24 horas antes do ensaio. O ensaio de tração foi feito em uma máquina Dartec com uma velocidade de 1mm/min. Segundo os resultados obtidos não houve uma adesão apreciável entre as resinas compostas e a superfície de dentina. O tratamento superficial efetuado sobre a dentina não promoveu a retenção da resina. Na superfície do esmalte a resina composta mostrou boa retenção e ficou claro que o grau de retenção não depende da natureza da resina composta, uma vez que a união fracassou entre a camada superficial de resina sem carga e a restauração em resina composta.

Em 1977, ASMUSSEN⁰² investigou alguns fatores que afetam a penetração dos monômeros resinosos no esmalte condicionado com ácido fosfórico a 35%. Ele verificou a viscosidade, tensão superficial e ângulo de contato de 14 tipos de monômeros. A viscosidade foi medida por um aparelho viscosímetro Haake-Hugelfall. A tensão superficial foi medida com um tensiômetro interfacial de Krüss. Já o ângulo de contato foi medido sobre a estrutura de um esmalte dentário condicionado, utilizando um microscópio posicionado perpendicularmente à superfície do dente. Os resultados obtidos neste estudo indicaram que a

viscosidade não é um fator limitante na penetração dos monômeros resinosos à estrutura do esmalte condicionada.

SOETOPO et al. ⁴⁸, em 1978, investigaram o efeito da concentração do ácido fosfórico sobre a resistência de união à tração no esmalte e verificaram a penetração dos adesivos dos materiais Concise Enamel Bond System (3M), Restodent (Lee Pharmaceuticals) e Nuva System (Caulk-Dentsply), na interface esmalte condicionado/resina. Para o teste de resistência à tração, foram utilizadas as superfícies vestibulares e linguais de molares humanos que foram incluídos em resina acrílica e tiveram as superfícies desgastadas com discos de carbetto de silício de granulação 600 até se obter uma superfície plana do esmalte. Esta superfície foi condicionada com ácido fosfórico nas concentrações de 2%, 7,5%, 16%, 40% e 60% por um mesmo período de tempo, lavadas por 15 ou 60 segundos, secas, e em seguida foi aplicado um dos adesivos, sobre o qual foi confeccionado um cilindro de resina composta. As amostras foram levadas a uma máquina de ensaios universal (Instron) a uma velocidade de 1 mm/min.. Para a observação da penetração do adesivo no esmalte condicionado, as amostras foram dissolvidas após imersão numa solução de ácido clórico por 1 hora e em seguida foram feitos cortes histológicos da interface esmalte/resina para a observação em microscópio de luz polarizada com 500x de aumento. Pelos resultados, os autores verificaram que o tempo de lavagem do ácido fosfórico é um fator que influencia na resistência de união. Nas concentrações de 16% e 30%, o tempo de lavagem de 60 segundos propicia melhor resistência de união ao esmalte do que o tempo de 15 segundos, o que não ocorreu com a concentração de 2%. Em média, os mais altos valores de resistência de união foram obtidos com a concentração do ácido variando entre 7,5% e 40%. Os autores concluíram que a penetração da resina no esmalte condicionado formando "tags", não é o fator principal na resistência de união da resina ao esmalte. Isto, segundo eles, se deve porque não observaram nenhuma penetração do adesivo dentro do esmalte quando se usou ácido fosfórico à 2%, e uma resistência de união similar foi alcançada quando o esmalte foi condicionado com ácido fosfórico à 40%, onde houve formação substancial de "tags". Eles sugerem que pode existir uma união secundária entre o adesivo e o esmalte, juntamente com o imbricamento mecânico promovido, no caso, pelos "tags".

TORNEY ⁵⁴, em 1978, investigou se o pré-tratamento da dentina com ácido aumentaria a retenção dos materiais restauradores. A porção coronária de 120 molares e pré-molares humanos foi desgastada para expor uma camada plana e contínua da dentina. O condicionamento foi feito com ácido fosfórico a 37% tamponado com óxido de zinco a 7%,

em peso. Grupos de 30 amostras de superfícies dentinárias foram condicionadas por 30, 60 e 120 segundos. De acordo com os resultados, a qualidade retentiva da superfície da dentina para as resinas utilizadas não foi aumentada pelo ataque ácido, mas deixou a superfície da dentina lisa, limpa e abriu levemente os orifícios dos túbulos dentinários.

FUSAYAMA et al.¹⁹, em 1979, desenvolveram um novo equipamento para ensaio de tração e avaliaram as propriedades adesivas do Clearfil Bond System-F, comparando-as com as das resinas Adaptic Total System e Concise Enamel Bond. As superfícies do esmalte e dentina de incisivos centrais superiores e oclusal de molares humanos foram preparadas por desgaste até obter uma superfície plana. Os dentes foram estocados em água e secos imediatamente antes do uso. As superfícies foram condicionadas com ácido fosfórico a 40%, por 60 segundos e, em seguida, lavadas e secas. A aplicação dos materiais sobre as superfícies preparadas seguiram as instruções do fabricante. A maioria das amostras foi imersa em água a 37°C, 10 minutos após a restauração e armazenada por uma semana, um mês e três meses, antes de ser submetida ao ensaio de tração. Os autores concluíram que a resina Clearfil produziu um aumento significativo na adesão com o esmalte e dentina sendo superior aos outros materiais estudados. Além disso, o condicionamento ácido sobre a superfície do esmalte e dentina aumentou consideravelmente a resistência de união, sendo que no esmalte a adesão aumentou gradualmente com o tempo, quando as amostras foram armazenadas em água.

Em 1982, BOWEN¹¹ et al. realizaram um estudo para testar um novo método de preparo da superfície dentinária utilizando várias combinações de agentes condicionadores, ativadores e de união. Para isto, foram usados dentes humanos que tiveram a face vestibular desgastada com lixas, deixando expostas uma área de dentina. Em seguida foram feitas 22 combinações diferentes de possíveis tratamentos superficiais da dentina com a utilização do oxalato férrico a 6,8 %, NTG-GMA (N-Tolilglicino-Glicidil Metacrilato), PMDM (Piromelítico Dimetacrilato) e 4-META (4-Metacriloxietil Trimelitato Anidrido). Após o tratamento superficial, foram confeccionados cilindros de resina composta com o auxílio de uma matriz. As amostras ficaram armazenadas em água até serem levadas a uma máquina de ensaios universal para verificar a resistência de união à tração. Eles verificaram que os maiores valores de resistência foram obtidos quando a seguinte combinação foi usada: oxalato férrico a 6,8% por 60 segundos, seguido da aplicação do NTG-GMA e PMDM. Também verificaram que esta combinação foi efetiva na união com a estrutura de esmalte condicionada.

RETIEF et al.⁴², em 1982, avaliaram o efeito de técnicas restauradoras como bisel cavo-superficial, condicionamento ácido e aplicação de resina de baixa viscosidade na infiltração marginal de cavidades tipo classe V restauradas com resina composta. Dentes caninos e humanos foram limpos com pedra pomes e estocados em etanol a 70%. O adesivo de baixa viscosidade (Adaptic bonding) e a resina restauradora Adaptic foram os materiais utilizados após o condicionamento com o ácido fosfórico a 30%. Cavidades tipo classe V foram feitas na face vestibular de 60 dentes por um único profissional. Em 30 espécimes a margem cavo-superficial foi biselada em ângulo de 45° e estendidos até a junção dentino-esmalte. As preparações foram limpas com peróxido de hidrogênio a 3%, lavadas e secas com ar comprimido. A parede axial da cavidade foi protegida com uma camada de hidróxido de cálcio para simular uma situação clínica. Cada dente foi restaurado imediatamente após a preparação cavitária. O agente ácido foi aplicado durante 1 minuto nas margens em esmalte do preparo. Em seguida, o agente de união foi aplicado, seguido da inserção do material restaurador de acordo com as instruções do fabricante. Os dentes restaurados foram armazenados em água destilada a 37°C por 7 dias antes de fazer o acabamento com discos Sof-lex. Todas as restaurações foram polidas ao nível da margem cavo superficial. Após o selamento do ápice da raiz dos dentes e cobertura com vernizes, os dentes foram imersos em uma solução de 25 ml contendo tabletes de corante vermelho fluorescente. Em seguida, os dentes foram submetidos a 100 ciclos térmicos que variavam entre 5°C e 55°C. Após a ciclagem térmica, os dentes foram armazenados na solução corante a 37°C, durante uma semana. Segundo as conclusões dos autores, o condicionamento da parede em esmalte da cavidade preparada em ângulo e biselada reduziu significativamente a infiltração marginal.

Em 1983, BOWEN & COBB¹⁰ descreveram um novo método para a união da resina composta Adaptic (Johnson's & Johnson's) ao esmalte e a dentina. No grupo experimental, eles utilizaram amostras obtidas a partir de dentes humanos onde condicionaram o esmalte ou dentina por 60 segundos, com uma solução de oxalato férrico, sendo em seguida, lavadas e secas. No passo seguinte, aplicaram uma solução de acetona a 10% com NTG-GMA (N-Tolilglicino-Glicidil Metacrilato) por 60 segundos, e após, uma gota de acetona foi aplicada sobre a superfície e deixada evaporar. Uma nova solução de acetona com 5% de PMDM (Piromelítico Dimetacrilato) foi aplicada por 60 segundos e deixada secar. Nos outros grupos, foram utilizados o condicionamento com ácido fosfórico a 30%, condicionamento mais o adesivo, ou apenas água e acetona (grupo controle). Sobre as superfícies tratadas de esmalte ou dentina de todos os oito grupos, foram confeccionados

cilindros da resina composta *Adaptic* (Johnson's & Johnson's). As amostras permaneceram por vários dias em água e em seguida levadas a uma máquina de tração. Os resultados mostraram que a união ao esmalte sempre foi superior à dentina. Para o grupo experimental, os valores de resistência sobre a dentina foram extremamente superiores aos demais grupos e no esmalte similares àqueles obtidos com o grupo que fez o condicionamento ácido e aplicou o adesivo recomendado pelo fabricante. Em vista disso, os autores concluem que este novo método de união ao esmalte e/ou dentina, promoveu uma adesão suficientemente durável e poderia aumentar o conforto do paciente, reduzir custos, fadiga e o tempo de trabalho para o cirurgião-dentista.

Em 1984, MUNKSGAARD & ASMUSSEN ³⁰ investigaram a resistência de união à tração entre uma resina restauradora e a dentina tratada com uma mistura de HEMA (Hidroxietil Metacrilato) e glutaraldeído. Eles utilizaram dentes humanos recém-extraídos que foram incluídos em resina epóxica e desgastados com lixas de carbeto de silício de granulação final 1000, até se obter uma superfície plana de dentina. Em um grupo, as amostras foram tratadas inicialmente com EDTA 0,5 M, seguido da aplicação da solução contendo HEMA e glutaraldeído em várias concentrações. Em outro grupo, o tratamento foi similar ao grupo anterior, omitindo-se apenas o EDTA. No grupo chamado controle, tanto o EDTA, quanto a solução de HEMA e glutaraldeído foram omitidos. Sobre a superfície das amostras foi aplicado agente de união *Concise Enamel Bond* (3M) e construído um cilindro da resina composta *Concise* (3M) com o auxílio de uma matriz de teflon com diâmetro interno de 3,57 mm e 5 mm de altura. Em seguida, as amostras foram armazenadas em água a 37°C por 24 ou 72 horas, até serem levadas a uma máquina de ensaios universal (Instron) com uma velocidade de 0,5 mm/min.. Os resultados foram analisados estatisticamente e mostraram que os mais altos valores de resistência foram alcançados quando a superfície dentinária foi tratada com a concentração de HEMA a 35% e glutaraldeído a 3%. O EDTA não influenciou significativamente os resultados de resistência de união. Segundo os autores, os mais altos valores obtidos neste estudo (180 Kg/cm² ou 17,6 MPa) podem ser clinicamente satisfatórios e suportar as forças de contração de polimerização das resinas compostas.

TYAS & BEECH ⁵⁷, em 1985, empreenderam um estudo para comparar 3 produtos restauradores de lesões abrasivas cervicais. O estudo também foi feito em laboratório para avaliar a resistência de união desses materiais e correlacionar com os dados clínicos. Cem lesões cervicais foram restauradas, das quais oitenta e três cavidades com o compósito *Cervident* (20 pacientes) ou ionômero de vidro *Fuji* tipo II (18 pacientes) e 17

cavidades (6 pacientes) com uma resina de micro carga ativada quimicamente ou fisicamente, usando o agente Scotchbond para unir a resina à superfície da dentina. Antes da restauração, as cavidades foram limpas com solução de pedra pomes e água, lavadas durante 15 segundos e secas por mais 15 segundos com ar comprimido usando-se isolamento relativo para prevenir a contaminação pela saliva. De acordo com os resultados, o cimento de ionômero de vidro foi o material que melhor retenção obteve nas cavidades cervicais, e as restaurações com o Cervident apresentaram alta porcentagem de perda em 6 meses. Resultados semelhantes foram observados com as restaurações feitas com o Scotchbond.

Em 1986, BARKMEIER et al.⁰⁷ avaliaram o esmalte condicionado pelo ácido fosfórico a 37%, na forma de gel, durante 15 e 60 segundos, através da observação das características morfológicas da superfície pelo MEV e pela determinação da resistência ao cisalhamento usando uma resina restauradora fotoativada. Quarenta dentes pré-molares humanos extraídos foram desgastados com lixas de granulação 240 e 600, até adquirir uma superfície plana e divididos em dois grupos de 20 dentes. Após a profilaxia, as amostras do grupo 1 foram condicionadas com ácido fosfórico a 37%, por 15 segundos, e as do grupo 2, por 60 segundos. Em seguida, foi aplicado o agente de união (Prisma Bond), seguido pela inserção do compósito (Prisma-fill), através de uma matriz plástica cilíndrica (3mm de altura x 3,7mm de diâmetro), polimerizado e o corpo de prova armazenado em água destilada por 7 dias a 37°C. Em seguida, as amostras foram tracionadas em uma máquina de ensaios universal Instron usando velocidade de 5 mm por minuto. As fotomicrografias em microscopia eletrônica de varredura demonstraram que não existiu diferença no padrão de condicionamento ácido do esmalte entre os tempos de 15 e 60 segundos. Os resultados também mostraram que não houve diferença estatisticamente significativa ($P < 0,05$) na resistência ao cisalhamento na superfície do esmalte condicionado durante 15 ou 60 segundos.

Em 1986, GLASSPOOLE & ERICKSON²⁰ avaliaram o efeito do tempo de condicionamento ácido e da lavagem sobre a resistência ao cisalhamento da união compósito e esmalte condicionado. Foram usados neste estudo esmalte de dentes bovinos e humanos. Os dentes foram embutidos em resina acrílica e a superfície de união foi preparada por desgaste com lixas abrasivas de granulação 120, 320 e 600 (grupo I). As amostras do grupo II foram limpas usando pedra pomes de granulação fina, e lavadas a seguir. O condicionamento foi feito com ácido fosfórico a 37%, na forma de gel. De acordo com os resultados não houve diferença significativa na resistência de união entre os tempos de 15 - 60 segundos. Também não houve diferença significativa na resistência à união para os tempos entre 15 - 45 segundos

de lavagem. A análise feita em MEV mostrou diferença qualitativa no grau de condicionamento ácido, mas os padrões morfológicos foram semelhantes.

Em 1986, RETIEF et al.⁴⁴ estudaram a resistência de união de quatro agentes de adesão à dentina através de ensaios de tração e avaliaram o efeito dos procedimentos restauradores na interface resina-dentina. Foram usados no experimento 72 dentes incisivos centrais permanentes, cujas faces vestibulares foram desgastadas com lixa de carbeto de silício de granulação nº600 até expor a dentina. Os seguintes sistemas adesivos foram avaliados: Scotchbond, aplicado sobre superfície da dentina não tratada, e o compósito P10 (A); Scotchbond, aplicado sobre a dentina condicionada com ácido cítrico, e o P 10 (B); J&J. Dentin Bonding Agent aplicado sobre a dentina não tratada, e o compósito Adaptic (D); Creation Bonding System aplicado sobre a dentina condicionada com Den-Mat Cavity Cleanser, e o compósito Spectrabond (E); Dentin-Adhesive System aplicado sobre a dentina tratada com Vivadent Dentin Conditioner, e o compósito Isopast (F). Os resultados em (MN.m⁻²) na ordem decrescente foram: D=3,0; B=0,9; F=0,1; A=0,1; E=0. De acordo com os resultados os autores concluíram que os sistemas de união à dentina denominados de primeira e segunda geração apresentavam baixos valores de resistência à união em estudos "in vitro" e que não obteriam sucesso nas situações clínicas.

BARKMEIER et al.⁰⁶, em 1987, determinaram a resistência de união de braquetes ortodônticos sobre a superfície do esmalte condicionada com solução de ácido fosfórico a 5% e 37%. Foram utilizados 20 dentes humanos do grupo dos pré-molares que foram divididos em 4 grupos de 5 dentes cada. No grupo 1, as amostras foram condicionadas com ácido fosfórico a 5% (Lee Cleanse & Bond) por 15 segundos. No grupo 2, as amostras foram condicionadas com a mesma solução, mas durante 60 segundos. No grupo 3, as amostras foram condicionadas por 60 segundos com o ácido fosfórico a 37% (L.D.Caulk). No Grupo 4, as amostras foram condicionadas por 60 segundos com ácido fosfórico a 37% (Lee Cleanse & Bond). Os resultados indicaram que não houve diferença estatisticamente significativa nos valores de resistência de união entre as amostras condicionadas durante 15 ou 60 segundos, mesmo quando foram condicionadas com ácido fosfórico a 5% ou 37%. Foram feitas também fotomicrografias das superfícies após o condicionamento ácido com estas soluções e ficou evidente a diferença nos padrões produzidos com cada solução. Mesmo assim, os valores de resistência de união foram semelhantes.

HANSEN²⁴, em 1989, avaliaram o comportamento clínico de restaurações

feitas em resina composta microparticulada (Silux Plus, 3M) sobre áreas de erosão cervical. Os sistemas adesivos usados foram o Gluma (Bayer) e o Scotchbond Dental Adhesive (3M), um precursor do Scotchbond 2 (3M). Foram verificados o grau de descoloração marginal, formação de fendas e degraus entre o dente e a restauração. Os resultados, após 3 anos, indicaram os dentes restaurados com Gluma obtiveram sucesso em 96 % dos casos e com o Scotchbond, 66%, para este tipo de restauração. Os autores concluíram que as erosões de áreas cervicais poderiam ser restauradas sem a confecção de retenções ou cavidades convencionais, se um desses sistemas adesivos fosse usado.

CHAPPELL et al.¹⁴, em 1990, avaliaram a resistência de união ao cisalhamento de quatro sistemas adesivos e observaram o padrão de fratura através de microscopia eletrônica de varredura (M.E.V.). Eles utilizaram 64 dentes humanos do grupo dos terceiros molares, recém-extraídos, os quais foram divididos em 4 grupos de 16 dentes. Cada dente foi seccionado perpendicularmente ao longo eixo com um disco diamantado sob irrigação. Após isto, a superfície dentinária exposta foi desgastada com uma lixa de granulação 320 para uniformizar a camada de "smear layer". Em seguida, foram aplicados os quatro sistemas adesivos (Gluma, da Columbus Dent; Dentin Adhesit, da Vivadent; Scotchbond 2, da 3M e o Tenure, da Dent-Mat) de acordo com as recomendações do fabricante. Sobre as superfícies tratadas foram confeccionados cilindros de resina composta com o auxílio de uma matriz plástica com diâmetro interno de 3,3 mm e 2 mm de altura. As resinas compostas utilizadas foram as recomendadas pelos fabricantes: Lumifor (Columbus Dent), Heliomolar (Vivadent), P-50 (3M) e Perfection (Dent-Mat). Após a remoção da matriz, as amostras foram armazenadas em solução salina a 37°C por 72 horas e levadas em seguida a uma máquina de ensaios universal (Instron) com uma velocidade de 0,5 mm/min. para o teste de resistência ao cisalhamento. As amostras foram observadas, a seguir, em M.E.V. para verificar o padrão da fratura. Os resultados obtidos foram analisados pelo teste de Tukey ao nível de 5% e indicaram que os valores obtidos com o Scotchbond 2 (22,9 MPa) foram estatisticamente superiores aos outros três sistemas adesivos. O Tenure (14,4 MPa) foi inferior estatisticamente ao Scotchbond 2 e superior ao Gluma (5,7 MPa) e ao Dentin Adhesit (5,6 MPa), que tiveram os menores valores de resistência de união ao cisalhamento. Sob M.E.V., ficou claro que o Dentin Adhesit tinha grande porosidade na camada de adesivo e o Scotchbond 2 promoveu falhas coesivas na dentina e na resina, pois a resistência de união deste material excedeu a resistência coesiva do compósito e da dentina.

MJOR & FEJERSKOV²⁹, em 1990, descreveram os aspectos físicos e

químicos do esmalte dentário e da dentina. Em condições fisiológicas, o esmalte dental recobre a parte do dente que está exposto ao meio oral. É o tecido mais mineralizado e portanto, o mais duro do corpo humano. No esmalte maturado o conteúdo inorgânico representa 96 a 97% do peso, sendo o restante material orgânico e água. Como o componente mineral pesa três vezes mais do que o componente orgânico, é mais adequado expressar a relação entre o material orgânico e inorgânico em termos de volume. Cerca de 86% do volume do esmalte maturado são constituídos por material inorgânico, 12% são água e cerca de 2% do volume total são formados pela matriz orgânica. O componente orgânico é constituído de proteínas solúveis e insolúveis e peptídeos que estão presentes em quantidades aproximadamente iguais. A proteína solúvel representa a fração protéica do esmalte que é dissolvida quando o esmalte é desmineralizado em EDTA (etileno diamino tetra-acetato de sódio) ou em ácido orgânico fraco. A proteína insolúvel remanescente pode ser observada ao microscópio. A densidade do esmalte diminuiu a partir da superfície da junção amelo-dentinária e da borda incisal para a margem cervical. Além disso, o esmalte é mais duro na borda incisal, diminuindo em direção à margem cervical. Este padrão básico com relação à densidade e à dureza reflete a distribuição das proteínas do esmalte e a principal propagação da formação e mineralização do esmalte durante o seu longo período de formação. A composição da dentina é geralmente estimada em cerca de 70% de material inorgânico, 18% de material orgânico e 12% de água. Por causa da mineralização normal e progressiva da dentina depois que o dente está completamente formado, a composição varia dependendo da idade do dente. Se consideramos os volumes ocupados por esses componentes, é evidente que uma parte proporcionalmente grande em relação à matéria inorgânica é constituída por matéria inorgânica e água. Os valores referentes à composição da dentina representam uma média e são de menor importância que a variação na distribuição dos componentes específicos. A porção inorgânica da dentina, como em todos os outros tecidos mineralizados, constitui-se principalmente de cristais de hidroxiapatita. A menor entidade de repetição desses cristais tem fórmula $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{H})_2$, e é chamada de unidade molecular da hidroxiapatita. Alguns fosfatos de cálcio amorfos também estão presentes, e provavelmente em maior quantidade no tecido recém-formado do que o tecido maturado ou velho. Os cristais são formados de vários milhares de unidades moleculares. São de forma achatada e, vistos de lado, parecem agulhas. Os cristais têm mais de 20 nm de comprimento. Sua largura é relativamente menor e a espessura pode ser maior que 3,5 nm. São, portanto, semelhantes aos cristais do cimento e do osso, mas menores que aqueles do esmalte. Além disso, dispõem-se de maneira aleatória na matriz orgânica da dentina, contrastando com os cristais de hidroxiapatita do esmalte, que são mais regulares. Outros sais

inorgânicos tais como carbonatos, fosfatos de cálcio, diferentes da hidroxiapatita e sulfatos estão presentes, bem como vestígios de certos elementos, tais como F, Cu, Zn, Fe, e outros. A porção orgânica consiste principalmente de colágeno, que representa 17% do tecido e 93% de todo o material orgânico. Frações de lipídios, glicosaminoglicanas e compostos não identificados de proteína constituem cada um cerca de 0,2%.

Em 1991, KANCA ²⁶ relatou os resultados obtidos quando o sistema de união esmalte-dentina (All-Bond) foi usado para produzir a união ao esmalte, a dentina, porcelana e três tipos de metais. Uma ênfase especial foi dada pelo fato desse material unir-se a superfícies úmidas. Além disso, o ácido fosfórico foi utilizado para tratamento simultâneo da superfície do esmalte e dentina para simplificar o procedimento e reduzir a dificuldade da técnica. Foram usados no estudo dentes molares humanos que após serem embutidos em resina acrílica, tiveram a superfície desgastada com lixas de granulação 320. Para a avaliação da união na superfície do esmalte, os dentes foram divididos em três grupos. No primeiro grupo o esmalte foi condicionado por 15 segundos com ácido fosfórico a 32%, na forma de gel. Em seguida, a superfície foi lavada e seca. O esmalte do segundo grupo foi condicionado com ácido fosfórico a 10%, na forma de gel, durante 25 - 30 segundos, lavados e secos. No terceiro grupo, as amostras foram tratadas com ácido fosfórico a 10%, por 25 - 30 segundos, lavadas e somente o excesso de água foi removido, deixando a superfície úmida. A aplicação dos "primer" e adesivo sobre a superfície do esmalte seguiu as instruções do fabricante. Em seguida, uma matriz de teflon de 2,5 mm de espessura por 4 mm de diâmetro foi posicionada sobre a superfície e preenchida com incrementos do compósito Bisfill. Cada incremento do compósito foi fotopolimerizado durante 40 segundos. A seguir, a matriz foi removida e as amostras foram armazenadas em água a 37°C, por 24 horas. Logo após a armazenagem, as amostras foram submetidas ao teste de resistência ao cisalhamento em uma máquina de ensaio universal Instron com velocidade de 5 mm/min.. De acordo com os resultados, as amostras com a superfície do esmalte tratada com ácido fosfórico a 37%, na forma de gel tiveram uma resistência média de união de 29,88 MPa. A superfície do esmalte tratada com ácido fosfórico a 10%, na forma de gel, lavada e seca teve uma média de resistência à união de 25,27 MPa. A superfície do esmalte tratada com ácido fosfórico a 10%, na forma de gel, por 25 a 30 segundos, com a superfície deixada úmida, apresentou resistência de 32,42 MPa. O teste de Newman-Keuls mostrou não haver diferença estatística significativa entre os grupos estudados. Na dentina, a média de resistência de união para a superfície da dentina tratada com ácido fosfórico a 10%, lavada e com as superfícies secas foi de 16,11 MPa. A média de

resistência ao cisalhamento para o grupo tratado com ácido fosfórico à 10% e a superfície deixada úmida foi de 29,34 MPa. O teste T mostrou resistência de união estatisticamente superior para os valores obtidos na superfície úmida em relação ao outro grupo. Nove das dez amostras fraturaram coesivamente na dentina. Isto indicou a grande consistência da união proporcionada pela dentina. Os resultados indicaram que o sistema de união dental All Bond pode ser usado para unir resinas compostas a todas superfícies típicas intraorais. Além disso, a superfície do esmalte ou da dentina não precisou estar seca para ter um bom efeito de adesão.

NAKABAYASHI et al.³³, em 1991, verificaram em seu estudo, através da utilização de microscopia eletrônica de varredura, a formação da chamada "camada híbrida" em dentina e esmalte, utilizando adesivos contendo o 4-META (4-metacriloxietil trimelitato anidrido) em sua composição. As examinações microscópicas no esmalte revelaram um achado surpreendente, segundo os autores. De acordo com a teoria normalmente aceita da formação dos "tags", o pré-tratamento do esmalte com ácido fosfórico cria retenções mecânicas pela dissolução do material interprismático. O adesivo penetra, então, nas microrretenções e cria uma união mecânica com o esmalte. Neste estudo, os autores observaram que além disso, há uma penetração do adesivo ao redor dos prismas, encapsulando-os. Uma análise química desta interface mostrou que os "tags" são formados puramente de resina e que no final dos "tags", há a presença de uma delgada camada, onde a resina impregna o material interprismático, formando uma mistura de resina e esmalte. Eles chamaram esta zona de transição de "camada híbrida" em esmalte. Esta camada mostrou-se, ainda, muito resistente à dissolução ácida com o ácido clorídrico, e talvez, segundo os autores confere uma certa resistência à cárie. Já em dentina, o 4-META, inicialmente mostrou-se ineficaz, pois o ácido fosfórico utilizado como condicionador de esmalte e dentina, desnaturava o colágeno dentinário. Os autores resolveram então, neste estudo, utilizar um pré-tratamento da dentina com a solução chamada 10-3 (ácido cítrico 10% e oxalato férrico 3%). Com isso, a resistência de união aumentou 200%. A formação de "tags" dentro dos túbulos dentinários foi idêntica, seja quando foi usado o ácido fosfórico ou a solução 10-3. Quando a solução 10-3 foi usada, notou-se a formação de uma zona intermediária formada por dentina e resina, chamada também de "camada híbrida". Os autores concluem neste estudo que quando a hibridização ocorre, a resistência de união aumenta significativamente, seja em esmalte ou dentina. Além disso, forma-se um selamento da dentina e do esmalte, prevenindo a hipersensibilidade e cáries secundárias.

PHILLIPS³⁹, em 1991, descreveu que uma das maneiras mais efetivas para

se aumentar o selamento das margens e a adesão mecânica é pelo uso da técnica do condicionamento ácido. Esta técnica resolveu, em grande parte, os problemas normalmente verificados com restaurações de resina, ou seja, a infiltração marginal e o manchamento. O processo para se conseguir a união entre o esmalte e a resina para restauração envolve um discreto condicionamento do esmalte de maneira a promover sua dissolução seletiva resultando em microporosidades. Normalmente, o centro dos prismas de esmalte são preferencialmente dissolvidos e as bordas deixadas intactas. Outro padrão de ataque mostra preferencialmente a dissolução na periferia dos prismas, podendo haver ainda uma combinação entre estes dois padrões. O esmalte condicionado tem uma alta energia de superfície, diferentemente daquela do esmalte normal, o que permite à resina molhar rapidamente sua superfície e penetrar nas microporosidades. Uma vez que a resina penetrou nas microporosidades, ela pode ser polimerizada para formar uma união mecânica com o esmalte. Estes filamentos de resina podem penetrar entre 10 e 20 micrometros dentro das porosidades do esmalte, mas este comprimento depende do tempo de condicionamento ácido. Vários ácidos foram usados para produzir as microporosidades desejadas, mas o ácido universalmente utilizado é o fosfórico, em uma concentração que varia entre 30 e 50%. A concentração de 37% é a mais comumente fornecida pelos fabricantes. Originalmente, o tempo de aplicação foi determinado em 60 segundos, mas numerosos estudos mostram agora que o tempo de 15 segundos também promove uma forte união. Entretanto, o tempo de aplicação pode variar na dependência da história em particular do dente. Assim, por exemplo, um dente com alto conteúdo de flúor, em função da exposição à água de abastecimento fluoretada, pode necessitar algumas vezes de um tempo de ataque maior. Uma vez que o dente é atacado, o ácido deve ser lavado e removido inteiramente com um jato de água, por aproximadamente 15 segundos, e após isto o esmalte deve ser completamente seco. A resistência adesiva do esmalte atacado varia de 16 a 22 MPa, dependendo da resina que é aplicada. Uma resina à base de BIS-GMA/TEGDMA tende a apresentar um valor mais baixo; entretanto, quando se usa alguns dos novos agentes de união ao esmalte e à dentina pode-se conseguir valores maiores. Isto pode ser devido à melhor capacidade de umedecimento da superfície de esmalte, produzida por estes agentes. Tem sido também mostrado que a secagem do esmalte com ar quente, ou usando o banho de etanol, pode-se aumentar a resistência da união. Isto sugere que a umidade ainda pode estar presente nos microporos, apesar da superfície estar aparentemente seca. Em resumo, a técnica do ataque ácido propiciou um uso mais simples, conservador e efetivo das resinas em muitos procedimentos odontológicos. A dentina possui grandes obstáculos para uma união adesiva, os quais são maiores que os do

esmalte. Ela é heterogênea e seu alto conteúdo de água impõe requisitos ao material, que se propõe a ser um efetivo agente de união entre o material restaurador e a dentina. Sua natureza tubular propicia uma grande área, pela qual o fluido dentinário pode escoar para a superfície, afetando adversamente a adesão. Uma complicação adicional é a presença da camada de esfregaço ("smear layer"), sobre a superfície da dentina cortada. Por estas razões é que o desenvolvimento de um adesivo dentinário foi retardado em mais de uma década após ter-se conseguido resultados perfeitos com a técnica do condicionamento ácido. O adesivo ideal deve ser hidrófilo, para deslocar água e poder umedecer a superfície, permitindo assim que este agente penetre nas porosidades da dentina ou que reaja com seus componentes orgânicos ou inorgânicos. Desde que a maioria das resinas restauradoras são hidrófobas, o adesivo dentinário deve conter tanto substâncias hidrófilas como hidrófobas. A parte hidrófila do adesivo é entendida como um grupo ativo, útil para unir-se tanto ao cálcio, nos cristais de hidroxiapatita, como ao colágeno. Já, a parte hidrófoba, por sua vez, se unirá com a resina restauradora. Uma maneira conveniente para se examinar o progresso nesta área é classificar os adesivos dentinários de acordo com as suas gerações. A primeira geração de adesivos dentinários pode ser considerada aquela desenvolvida antes da década de 80. A segunda geração destes materiais gozou de um sucesso comercial no começo da década de 80, enquanto a terceira geração compreende os adesivos dentinários mais recentemente desenvolvidos. Na primeira geração dos adesivos, o procedimento mais comum foi o uso do ácido glicerosfosfórico dimetacrilato, de maneira a obter uma molécula bifuncional, na qual se acreditava que o grupo fosfato hidrófilo iria reagir com os íons cálcio da hidroxiapatita. Já o grupamento metacrilato ficaria apto para se unir à resina restauradora acrílica. Foi obtida uma resistência de união relativamente baixa e que diminuía com a armazenagem em água. Um outro sistema utilizava-se de um co-monômero ativador de superfície, utilizado com resinas acrílicas. Ele se baseava na reação de adição da N-fenilglicina com um metacrilato de glicidila (NPG-GMA). Propunha-se, com isto, um mecanismo de união por quelação entre uma parte do NPG e o cálcio. Na segunda geração, conquistas significativas foram feitas no desenvolvimento dos agentes de união para as resinas compostas. Nessa época, elas já tinham largamente substituído os produtos acrílicos. A proliferação na comercialização desses produtos acompanhou estes avanços, ao conseguir-se resistência de união três vezes maior que com os agentes adesivos anteriores. Dizia-se de alguns produtos terem uma resistência à união de 30 a 50% em relação à resistência à união com esmalte. A maioria dos produtos comerciais eram monômeros diversos de ésteres fosfatados, nos quais o cloro entrava por substituição. Além de sua aplicação à dentina, eles serviam para unir as resinas ao esmalte

condicionado. Acredita-se que o mecanismo de união é uma adesão iônica ao cálcio por um grupamento clorofosfato, apesar de não existir uma evidência que suporte esta hipótese. Um consenso existente é de que tal união entre o fosfato e o cálcio pode ser sujeita a uma hidrólise eventual, resultando na perda da união. As pesquisas têm sido concentradas em sistemas nos quais a adesão a longo prazo seja mais provável. A terceira geração dos adesivos são capazes de produzir uma resistência de união quase comparável àquela que existe entre a resina e o esmalte condicionado. Por outro lado, a melhoria na resistência da união tem sido acompanhada por um aumento na complexidade do uso, onde são necessários dois ou três passos para a aplicação do adesivo. A química varia em cada produto, mas o que existe em comum entre eles é o tratamento ácido da dentina, como primeiro passo no procedimento de aplicação do adesivo. Lembramos que um dos primeiros adesivos dentinários, foi o sistema NPG-GMA. No desenvolvimento deste material, verificou-se que tratando a superfície da dentina com um ácido fraco, aumentava a adesão em função de uma quelação com íons cálcio. Subseqüentemente, íons metálicos mordentes favoreciam mais a quelação quando empregados. Um exemplo era a solução ácida de oxalato férrico, que foi usada para combinar a sua função de limpeza com a de mordente. Este tratamento era seguido pela aplicação do NPG-GMA. Como o oxalato férrico produz uma mancha preta, ele foi substituído pelo oxalato de alumínio. Quando foi verificado que os íons de oxalato férrico ou de alumínio eram importantes para a quelação, o seu uso espalhou-se, pois verificou-se que o ácido nítrico presente como um contaminante do oxalato agia como um condicionador de dentina. Um dos produtos faz uso do oxalato de alumínio e do nitrato de alumínio. Em outro, uma solução de ácido nítrico e NPG é aplicada como condicionador, seguindo-se o uso do adesivo dentinário resinoso. Os aldeídos têm sido utilizados como um método em potencial para união ao colágeno. Em um material, uma solução de glutaraldeído e hidroxietil-metacrilato (HEMA) é usada após o pré-tratamento da superfície com EDTA (ácido etileno-diamino-tetraacético). Um sistema semelhante utiliza o ácido maleico em lugar do EDTA. Aquele ácido é incorporado a uma solução de HEMA, como agente desmineralizador. Este tratamento é seguido pela aplicação de um monômero polimerizável e composto de BIS-GMA e HEMA. Outros materiais utilizam o 4-META (anidro 4-metiloxietil-trimetílico) como um agente possível de unir-se ao colágeno. É obvio que estes produtos comerciais usam uma variedade de substâncias químicas, numa tentativa de unir-se por adesão, tanto aos componentes inorgânicos como aos orgânicos da dentina, e fazem propagandas a este respeito. Entretanto, quando estes esquemas de adesão química são propostos há freqüentemente pouca ou nenhuma evidência para suportá-los. É mais provável que a união seja micromecânica. A

natureza ácida do primeiro condicionador ou "primer", como é o exemplo dos ácidos nítrico, maleico e EDTA, provoca essencialmente a remoção da camada de esfregaço. Quando o condicionador é usado por um tempo prescrito, há uma súbita abertura dos túbulos dentinários, bem como um ataque modesto da dentina intertubular. Isto permite a penetração de um monômero polimerizável como o HEMA, nesta textura fina de dentina condicionada o que promove uma excelente união mecânica.

SUH ⁵⁰, em 1991, relatou que o sistema All-Bond é o único que une compósito a todas superfícies relatadas: dentina, esmalte, ligas metálicas, amálgama, porcelana e compósitos. Assim, o autor mostrou que a alta resistência de união do All-Bond (27,2 MPa) foi devido a remoção da "smear layer" pelo condicionamento ácido e penetração do adesivo não só nos túbulos dentinários, como também nas microestruturas da dentina peritubular e intratubular, formando "microtags". O autor mostrou ainda que o condicionamento ácido, usando géis convencionais que contém sílica para dar consistência, deixa resíduos na superfície da dentina e que os sistemas All-Etch e Uni-Etch são feitos na forma de semi-gel contendo um agente polimérico estável como espessante e não deixam resíduos sobre a superfície condicionada. Além disso, espalham-se melhor na superfície e são fáceis de serem removidos.

Em 1992, a Companhia 3M ⁵³ lançou no mercado o sistema Scotchbond Multi-Use. De acordo com o perfil técnico do produto, esse sistema está indicado para produzir adesão nas superfícies do esmalte e dentina, nos reparos em porcelana, nos reparos em compósitos e na união de compósito à amálgama. O sistema Scotchbond Multi-Use é formado por um condicionador ácido, um "primer" e um adesivo polimerizado por luz visível. O condicionador ácido consiste em uma solução aquosa de ácido maleico a 10%, na forma de gel que não usa sílica como espessante e é indicado para ser utilizado simultaneamente sobre a superfície do esmalte e da dentina, durante 15 segundos. O "primer" consiste de uma solução aquosa formada pelo HEMA e um co-polímero do ácido polialcenoico (Vitrebond). O adesivo é a base de uma resina polimerizável pela luz visível formada pelo sistema BIS-GMA e HEMA.

Em 1992, BAIER ⁰³ relatou em um simpósio alguns aspectos sobre os princípios da adesão sobre a estrutura dentária. Ele classificou o esmalte dentário como sendo um material de alta energia superficial, pois tem forte atração molecular e estrutura cristalina. A dentina é um material de baixa energia superficial, bem como o colágeno, saliva e as resinas

restauradoras, pois possuem ligação inter-moleculares fracas e pouca cristalinidade. Atualmente tem sido dado ênfase para as modificações e umedecimento da estrutura dentinária pelos "primers", que podem até conter água e que estão promovendo o sucesso dos adesivos atuais chamados de quarta geração. A melhora do umedecimento da fase orgânica, significa um aumento na infiltração e ancoragem dos sistemas adesivos e resinas compostas. O autor enfatiza ainda que a adesão ao esmalte, dentina e aos metais, freqüentemente é inibida pelo pobre umedecimento da superfície, podendo levar também a formação de poros ou bolhas na interface resina/substrato que funciona como ponto de concentração de tensões. Conclui o autor que os melhores sistemas adesivos são aqueles que tem o ângulo de contato mais baixo, ou seja, maior poder de umedecimento sobre a estrutura ao qual esta sendo aplicado.

Em 1992, BARKMEIER & COOLEY ⁰⁴ descreveram os resultados de um simpósio a respeito da evolução dos sistemas adesivos em estudos feitos em laboratório. De acordo com os autores, a união dos materiais resinosos sobre a superfície do esmalte condicionado com ácido está clinicamente demonstrada nos procedimentos preventivos, restauradores e ortodônticos. A união da resina sobre o esmalte dental condicionado tem mostrado excelente evolução na resistência à união e virtual eliminação da microinfiltração marginal. No entanto a união à dentina tem sido mais um desafio. A primeira geração dos sistemas adesivos à dentina não produziu alta resistência de união ou preveniu a microinfiltração marginal em estudos de laboratório. As novas gerações de sistemas adesivos, geralmente usam um condicionador de dentina para modificar ou remover a "smear layer" e uma subseqüente aplicação do agente de união. Os novos sistemas adesivos têm mostrado resistência à união que se aproxima aos valores de união ao esmalte. A resistência de união tem melhorado com a evolução dos sistemas de união à dentina e a microinfiltração na margem de cimento-dentina tem reduzido significativamente. Os autores concluíram que embora os ensaios de laboratório dos sistemas adesivos proporcionem um mecanismo para separar e comparar sistemas desenvolvidos recentemente, procedimentos clínicos são essenciais para documentar o desempenho clínico por longo período.

BERTOLOTTI ⁸, em 1992, descreveu que o condicionamento ácido da dentina é feito para criar superfícies capazes de uma união micromecânica e/ou química da dentina com o agente adesivo da resina. Os principais efeitos do condicionamento da dentina podem ser classificados como físico ou químico. As alterações físicas são principalmente aumento ou redução na espessura e morfologia da "smear layer" e alterações na forma dos túbulos dentinários. As alterações químicas são principalmente as modificações do conteúdo

de material orgânico (usualmente em torno de 20% por volume) e descalcificação da porção inorgânica. O ácido fosfórico na forma líquida, considerado o primeiro condicionador de dentina remove alguma superfície dentinária e deixa um padrão limpo e bem definido de condicionamento ácido. A abertura dos túbulos dentinários é aumentada e toma a forma de um funil. O ácido fosfórico que usa sílica fundida como espessante para formar o gel, da mesma forma promove a abertura dos túbulos dentinários, mas deixa uma substancial cobertura do agente espessante sobre a superfície da dentina condicionada que dificilmente é removida através da lavagem com água. Historicamente, diversos ácidos têm sido pesquisados como condicionadores de dentina, onde podem estar inclusos os ácidos clorídrico, oxálico, pirúvico, fosfórico, maleico, cítrico e nítrico. No entanto, para avaliar um ácido é melhor comparar as constantes de dissociação. Assim, o ácido clorídrico tem pKa 1,4; nítrico, 1,4; maleico, 1,8; fosfórico, 2,1; cítrico, 3,1; oxálico, 4,1. A utilização de um ácido forte pode resultar em remoção de uma camada da superfície condicionada. No entanto, quando o ácido concentrado for diluído o processo de dissolução da camada condicionada é seletivo. Assim, ácidos com baixo pKa tendem a ser usados mais na forma de soluções diluídas do que os ácidos com alto pKa.

EICK et al. ¹⁷, em 1992, realizaram a segunda parte de um trabalho no qual verificaram a resistência de união ao cisalhamento de 4 sistemas adesivos: 2 sistemas adesivos comerciais (Tenure, Dent-Mat ; e Mirage Bond, Chamaleon) e 2 experimentais (um baseado em oxalato férrico e outro em oxalato de alumínio). Para isto, utilizaram dentes humanos do grupo dos terceiros molares que foram seccionados no terço oclusal com um disco diamantado, incluídos em resina acrílica ativada quimicamente e desgastados com lixas de carbetto de silício de granulação 320 para simular a formação de "smear layer". Em seguida, a superfície dentinária foi tratada com os 4 sistemas adesivos seguindo as recomendações dos fabricantes. Também foram preparadas amostras para a observação em microscopia eletrônica de varredura e de transmissão. Os autores verificaram que os resultados de resistência de união ao cisalhamento alcançados com estes sistemas adesivos (entre 8 a 14 MPa) foram superiores àqueles alcançados com os sistemas adesivos do estudo prévio. Os sistemas adesivos usados neste estudo aumentaram e melhoraram o umedecimento e a natureza hidrofílica. A capacidade de umedecimento do sistema adesivo parece ser um dos fatores mais importante no sucesso dos adesivos atuais. Os autores ainda reconheceram que os sistemas adesivos de Bowen contribuíram significativamente nos avanços da adesão com a dentina e no ganho de conhecimentos necessários para o desenvolvimento de sistemas adesivos melhores.

GWINNETT & KANCA ²¹ ; em 1992, realizaram um estudo para verificar se havia uma relação entre resistência de união ao cisalhamento sobre a dentina e a criação de uma camada híbrida, que representaria a difusão da resina dentro deste substrato. Para isto, utilizaram 4 sistemas de união à dentina: 2 que preservavam e/ou modificavam a "smear layer" (Prisma Universal Bond 3 e XR Bonding) e dois que removiam a "smear layer" (All Bond e Tenure). Também utilizaram 4 marcas comerciais de resina composta, indicada pelo fabricante para o respectivo adesivo: APH, Herculite, P-50 e Marathon. Empregaram 90 dentes molares humanos, divididos em 9 grupos, sendo 7 grupos (1-7) para o ensaio em dentina e 2 grupos (8 e 9) em esmalte. Os dentes foram incluídos em gesso pedra e desgastados com uma lixa de papel de carbetto de silício de granulação 320 até se obter uma superfície plana de esmalte ou dentina (1 mm do limite amelo-dentinário). Em seguida foi delimitada uma área a ser tratada de 0,178 cm² com uma fita adesiva contendo um orifício central. Nos grupos 1 e 2 foram utilizados os sistemas adesivos All Bond e Tenure, seguindo as instruções do fabricante. Os grupos 3 e 4 foram similares aos grupos 1 e 2, mas os condicionadores ácidos foram descartados. No grupo 5, o material All Bond foi aplicado sobre a dentina umedecida com um algodão. Nos grupos 6 e 7 foram aplicados respectivamente os sistemas adesivos P.U.B.3 e XR Bonding de acordo com as instruções do fabricante. Já para os grupos 8 e 9 (esmalte) somente os materiais All Bond e P.U.B.3 foram utilizados. Após o tratamento superficial do esmalte ou dentina, foram confeccionados cilindros da resina composta correspondente ao adesivo que foram polimerizados em camadas de 1 mm com o aparelho Maxilite (Dentsply). As amostras foram então armazenadas em um banho d'água a 37°C por 24 horas, até serem levadas a uma máquina de ensaios universal (Instron, modelo 1123) a uma velocidade de 5 mm/min. Paralelamente, foram realizadas observações da superfície fraturada com o auxílio de microscopia eletrônica de varredura. Os resultados obtidos foram analisados usando o método ANOVA e o teste t Student's, e indicaram que os materiais que removem a "smear layer" (All Bond e Tenure) foram superiores estatisticamente ($p < 0,05$) aos materiais que preservaram e/ou removeram a "smear layer" (P.U.B.3 e XR Bonding). Em esmalte não houve diferença estatística entre os grupos 8 e 9 (All Bond e P.U.B.3). Nos grupos 3 e 4 (All Bond e Tenure sem o condicionador ácido), a resistência de união ao cisalhamento foi estatisticamente inferior àquela obtida com os grupos 1 e 2 (com o condicionador ácido). Já no grupo 5 (All Bond), cujas amostras tiveram a superfície dentinária umedecida, os valores foram estatisticamente superiores aos demais grupos, devido a natureza hidrofílica dos componentes do produto, o que levou à penetração deste material no interior da dentina, propiciando a ocorrência de uma falha coesiva na dentina. Para os grupos do All Bond e Tenure que

seguiram as recomendações do fabricante, a falha foi adesiva na interface resina/dentina, mas as irregularidades na dentina sugeriram que a falha fosse coesiva. Já para os demais grupos em dentina, a falha sempre foi adesiva na interface resina/dentina, indicando nenhuma interação do adesivo com o interior da dentina. Com isso, concluem que a remoção da "smear layer" é essencial para a difusão do adesivo no interior da dentina, principalmente se ela estiver úmida.

NAKABAYASHI & TAKARADA ³¹, em 1992, investigaram a efetividade do tratamento superficial da dentina com o 2-hidroxietil metacrilato (HEMA) antes da aplicação de um adesivo resinoso. Utilizaram para isto, dentes bovinos como amostras, cujas superfícies foram desgastadas até a dentina com discos de papel Carbimet de granulação 180 e 600 sob irrigação. Estas superfícies foram delimitadas com uma fita adesiva contendo um orifício central de 5,6 mm de diâmetro e em seguida, tratadas com uma solução 10-3 (ácido cítrico 10% / cloreto férrico 3%) ou 10-0 (ácido cítrico 10%) por 10 segundos, lavadas por 15 segundos e secas. As amostras pré-tratadas foram divididas em 2 grupos: um grupo recebeu a aplicação imediata de um adesivo e o outro grupo recebeu a aplicação do HEMA por vários períodos de tempo (0, 1, 10, 30 e 60 min.), até que um adesivo fosse aplicado. O adesivo usado foi o 4-META (4-metacriloxietil trimelítico anidro) a 5%. Sobre o adesivo foi aderido um cilindro de PMMA (Mitsubishi Rayon Co.) que serviu para o manuseio das amostras na verificação da resistência de união à tração das mesmas. As amostras foram então mantidas num banho d'água a 37°C por 24 horas, até serem levadas a uma máquina de ensaios universal (Autograph DSS 500, Japão) com velocidade constante de 2 mm/min. até a fratura. Os resultados obtidos indicaram através do teste t Student's que o HEMA melhorou significativamente a resistência de união à tração das amostras. Quanto aos pré-tratamentos, as amostras que tiveram suas superfícies tratadas com a solução 10-3 (13,3 MPa), tiveram valores de resistência à tração superiores àquelas tratadas com a solução 10-0 (4,9 MPa). No entanto, quando o tempo de aplicação do HEMA foi aumentado para 60 minutos (13,3 MPa), os valores de resistência à tração se igualaram àqueles obtidos com a solução 10-3 no tempo 0. Com o auxílio de M.E.V. e M.E.T., os autores verificaram que quando se usa a solução 10-3 há a formação de uma zona de transição de dentina reforçada com resina, chamada de camada híbrida, que melhora muito a resistência de união da resina à estrutura dentária. Quando foi usada a solução 10-0, não houve a formação da camada híbrida, mas se o tempo de aplicação do HEMA for estendido, começa ocorrer a formação da camada híbrida e os valores de resistência de união à tração vão aumentando. Os autores concluíram que os íons ferro da solução 10-3 melhoraram a difusibilidade da resina na dentina, assim como o

HEMA, que também facilita esta difusão.

NAKABAYASHI et al. ³², em 1992, investigaram a adesão do agente adesivo 4-META / MMA-TBB e a influência do pré-tratamento da dentina com a solução 10-3 (ácido cítrico 10% e cloreto férrico 3%) por 10 e 30 segundos utilizando dentes humanos vivos cariados e não cariados. Dois pacientes de 56 e 57 anos de idade, com vários dentes cariados ou não e que estavam comprometidos periodontalmente e indicados para extração, serviram como voluntários para o estudo. Eles foram anestesiados e a superfície vestibular foi desgastada para expor uma camada de dentina que foi condicionada com a solução 10-3 por 10 ou 30 segundos e em seguida, aplicado o adesivo Superbond, da C&B (4-META / MMA-TBB) de acordo com as instruções do fabricante. Os dentes foram extraídos logo após e foram preparados para a observação em M.E.T.. Os resultados revelaram a formação de uma camada híbrida de resina-dentina, criada pela impregnação e encapsulamento dos cristais de hidroxiapatita. A adesão "in vivo" foi considerada durável, pois as observações em M.E.T. foram comparáveis àquelas observadas em dentina bovina. Foi notado também neste estudo que a dentina vitalizada exibiu maior resistência à desmineralização pela solução ácida do que um dente extraído. Além disso, os dentes cariados foram mais facilmente dissolvidos que os dentes não cariados.

RETIEF ⁴⁰, em 1992, relatou, em um simpósio, algumas aplicações clínicas dos adesivos em esmalte. Ele afirmou que um tratamento superficial do esmalte com ácidos é necessário para oferecer uma melhora na adesão entre a resina restauradora e o esmalte. O condicionamento ácido do esmalte resulta em um significativo aumento na superfície da área disponível para a união e aumenta o umedecimento da região. Clinicamente a aparência do esmalte condicionado é uma área esbranquiçada e fosca. Esta aparência indica que esmalte foi devidamente condicionado. Normalmente o ácido fosfórico é o ácido de escolha, mas é possível que outros ácidos como o pirúvico e o maleico sejam muito usados no futuro. O autor diz ainda que há controvérsia sobre qual concentração seria a mais adequada para o ácido fosfórico. Quando concentrações acima de 27 % são usadas, há a formação de um subproduto chamado monohidrato fosfato monocálcio, enquanto concentrações abaixo de 27% resultam na formação de dihidrato fosfato dicálcio. O primeiro subproduto é muito solúvel e seria facilmente lavado em situações clínicas. Já o segundo é menos solúvel e se não for completamente removido após a lavagem, pode interferir na união da resina composta com o esmalte condicionado. Outro aspecto ressaltado pelo autor foi o fato de que o dente a ser restaurado, deveria estar isolado com um lençol de borracha para prevenir a contaminação

com a saliva antes e após o condicionamento ácido do esmalte. Se a saliva contaminar o esmalte condicionado, novo condicionamento deverá ser realizado, apesar de alguns estudos verificarem que uma leve contaminação com saliva não afeta a resistência de união com o esmalte.

Também em 1992, RETIEF et al.⁴³ determinaram o efeito do condicionamento ácido da dentina sobre a resistência ao cisalhamento e quantificaram a microinfiltração usando sistemas de adesão dentinária experimentais, além disso, avaliaram o efeito de procedimentos restauradores sobre a dentina pelo microscópio eletrônico de varredura. Trinta dentes humanos compreendendo primeiros e segundos molares foram usados para avaliar a resistência ao cisalhamento. Em 15 dentes, o condicionador foi aplicado sobre a dentina por 30 segundos. Nos 15 dentes remanescentes, a camada de "smear layer" foi removida pela aplicação do ácido fosfórico a 37%, na forma de gel, por 20 segundos. O "primer" foi aplicado para condicionar a dentina seguido pela aplicação de adesivo dentinário e pela inserção da resina composta Bisfil-M, em 3 incrementos. As amostras foram armazenadas em soro fisiológico a 37°C por 24 horas. A seguir as amostras foram submetidas ao ensaio de cisalhamento usando a máquina de ensaio universal Instron a uma velocidade de 0,5 mm/min.. Cavidades de classe V circulares foram preparadas na região de raiz de 30 dentes caninos. Em 15 dentes a restauração foi feita usando o condicionador dentinário e nos 15 restantes a "smear layer" foi removida com ácido fosfórico antes do procedimento restaurador. A microinfiltração das restaurações foi determinada quantitativamente por um método espectrofotométrico. Após a análise dos resultados pelo teste de Student os autores concluíram que a remoção da "smear layer" com ácido fosfórico reduziu a resistência de união ao cisalhamento na superfície da dentina, mas também reduziu significativamente a microinfiltração.

TRIOLO & SWIFT⁵⁵, em 1992, compararam a resistência de união ao cisalhamento de nove adesivos dentinários de terceira geração e um adesivo éster fosfonado (Scotchbond Dual Cure, 3M) como grupo controle. Para isto, utilizaram 120 dentes humanos do grupo dos terceiros molares, que foram divididos ao acaso em 10 grupos de 12 dentes. Os dentes foram incluídos em resina acrílica ativada quimicamente com a superfície oclusal nivelada junto à junção amelo-dentinária e voltada para cima 2 mm aquém do plano da resina. As superfícies dentinárias foram então desgastadas manualmente com lixas de papel de carbetto de sílcio de granulação 320, 400 e 600, sob irrigação, até se obter uma superfície de dentina plana que foi delimitada por uma fita adesiva com um orifício central de 4,6 mm de

diâmetro. Em seguida, todos os condicionadores, "primers" e agentes de união foram aplicados de acordo com as recomendações do fabricante dentro de cada um dos 10 grupos. Depois disso, foram confeccionados cilindros de uma resina composta microparticulada (Silux Plus, 3M) sobre a superfície tratada com o auxílio de uma matriz gelatinosa com diâmetro interno de 4,65 mm. Após a fotopolimerização da resina composta, as amostras permaneceram 24 horas à 37°C e 100% de U.R. e em seguida termocicladas em banhos de 5°C a 55°C por 600 vezes e acondicionadas por 28 dias em água destilada a 37°C até serem levadas a uma máquina de ensaios universal (Instron) para realizar o teste de cisalhamento. Os resultados encontrados pelos autores, indicaram que os produtos All Bond - Bisco (19,3 MPa) e Amalgambond - Parkell (23,3 MPa), obtiveram os maiores valores, seguido pelo Clearfil Photo Bond - Kuraray (13,2 MPa) e Prisma Universal Bond 3 - Dentsply (12,0 MPa), e estes pelos produtos Gluma - Bayer/Miles Dental (3,3 MPa), Power Bond - Cosmedent (5,9 MPa), Scotchbond 2 - 3M (7,6 MPa), Tenure - Den-Mat (4,3 MPa) e XR Bond - Kerr (5,4 MPa), que apresentaram os menores valores de resistência ao cisalhamento. Os autores concluíram que talvez a diferença entre estes valores fosse devida à capacidade dos adesivos umedecerem e penetrarem na superfície dentinária condicionada, associada ao tipo de falha. Para os grupos do All Bond e Amalgambond, quase a totalidade das amostras apresentaram falha coesiva na dentina, indicando que o adesivo penetrou na dentina e que sua força coesiva foi maior que a da dentina. Já para o grupo intermediário (P.U.B.3 e Clearfil Photo Bond) as falhas foram tanto coesivas na dentina quanto adesivas na interface dentina / compósito; para os demais grupos, que tiveram os menores valores, as falhas foram todas adesivas entre a dentina e a resina composta. Os autores concluem que, aparentemente, nestes grupos um mínimo de resina penetrou na superfície dentinária.

Em 1992, VAN MEERBEEK et al.⁵⁸ investigaram a interface entre o adesivo resinoso e a superfície dentinária pré tratada com 25 sistemas adesivos comerciais. Este estudo foi baseado em observações de microscopia eletrônica de varredura (M.E.V.) e categorizou os sistemas adesivos morfológicamente e esclareceu seu mecanismo de adesão. Eles utilizaram terceiros molares humanos que tiveram suas raízes seccionadas e a superfície oclusal desgastada com lixas de granulação 600 até se obter uma área plana de dentina. As superfícies das amostras foram tratadas em seguida com todos os sistemas adesivos estudados de acordo com as orientações do fabricante. Em seguida foram incluídos em resina epóxica e cortados perpendicularmente na área tratada. As superfícies obtidas foram então polidas com lixas de granulação 600, e preparadas para a observação em M.E.V.. Pelas amostras

observadas, os autores classificaram os sistemas adesivos em três grupos. No primeiro grupo de produtos, houve a remoção da camada de "smear layer" e a formação de uma camada híbrida de resina dentro da dentina. Entre os produtos deste grupo estão o All Bond e All Bond 2 (Bisco), o Scotchbond 2 (3M), o Syntac (Vivadent), o Denthesive (Kulzer), o Tenure (Den-Mat) e o Gluma (Bayer Dental). No segundo grupo de produtos, notou-se a preservação ou modificação da camada de "smear layer". Os túbulos dentinários foram obliterados com "plugs" formado de partículas globulares de "smear layer", envolvida pelos monômeros hidrofílicos dos adesivos, os quais têm afinidade por componentes orgânicos e inorgânicos da dentina. Neste grupo se situam novamente o All Bond e All Bond 2 (Bisco), o Prisma Universal Bond (Espe), o Prisma Universal Bond 2 e 3 (Caulk-Dentsply) e o Pertac Universal Bond (Espe). No terceiro grupo de produtos, a camada de "smear layer" foi parcialmente dissolvida, criando uma fina camada de dentina impregnada por resina ou por "plugs" de "smear layer". Neste grupo estão os produtos XR Bonding (Kerr), Imperva Bond (Shofu) e J&J LC Dentin Enamel BA (Johnson & Johnson). Os autores concluem ressaltando que neste estudo ficou claro que a aplicação dos mais recentes sistemas adesivos induzem a mudanças estruturais na morfologia da superfície dentinária, criando uma interface retentiva chamada de camada híbrida. Esta zona de interdifusão oferece locais para a copolimerização com a resina composta e, conseqüentemente, promove uma proteção em potencial para o tecido pulpar.

Em 1993, AASEN & ARIO⁰¹ compararam a resistência de união de dois sistemas adesivos sobre esmalte e dentina, variando a concentração e tempo de aplicação do agente condicionador. Foram utilizados os ácidos fosfórico e maleico em cinco diferentes concentrações e tempo de aplicação. Após cada condicionamento, os dois sistemas adesivos foram aplicados. A seguir, foram confeccionados cilindros de resina composta sobre a área tratada. As amostras foram então levadas a uma máquina de ensaios universal para a realização do ensaio de cisalhamento. Os resultados obtidos foram analisados estatisticamente e indicaram que a média geral para o ácido fosfórico foi 25,6 MPa, em esmalte e, 26,2 MPa, em dentina. Já para o ácido maleico a média geral foi 26,7 MPa, em esmalte e, 23,9 MPa, em dentina. Com base nestes resultados, os autores concluíram que para as concentrações e tempos de aplicação estudados, o ácido maleico promoveu uma resistência de união equivalente àquela produzida pelo ácido fosfórico.

EICK et al.¹⁸, em 1993, descreveram a terceira parte de um estudo no qual usaram microscopia eletrônica de varredura e de transmissão para analisar os dados de

resistência de união ao cisalhamento e microestrutura da interface dentina / adesivo. Eles utilizaram os seguintes adesivos: o P.U.B. 3 (Dentsply); All Bond (Bisco); Scotchbond 2 e Scotchbond Multi-Purpose (3M); e Superbond (Sun Medical). Para a confecção das amostras eles usaram dentes humanos recém-extraídos do grupo dos terceiros molares, que foram seccionados no terço oclusal com um disco diamantado e logo após, desgastados com lixas de granulação 320. Em seguida foram aplicados os sistemas adesivos de acordo com as instruções do fabricante. Também foram preparadas amostras para a observação em M.E.V. e M.E.T. . Os resultados mostrados neste estudo indicaram que os produtos Scotchbond Multi-Purpose (25 MPa) e Superbond (22,9 MPa) produziram os mais altos valores de resistência de união ao cisalhamento, seguido pelo All Bond (15,6 MPa), Scotchbond 2 (11,4 MPa) e P.U.B. 3 (11,2 MPa). Os autores analisaram a interface dentina / adesivo com estes sistemas adesivos e observaram que a estrutura do colágeno na camada de dentina desmineralizada pode influenciar no comportamento da adesão. Os sistemas adesivos que não desnaturaram completamente o colágeno (Scotchbond Multi-Purpose e Superbond) quando condicionaram a dentina, produziram os mais altos valores de resistência de união ao cisalhamento. As falhas ocorridas com esses materiais, geralmente, foram do tipo coesiva no adesivo, compósito ou dentina, o que não ocorreu com os demais produtos, que tiveram falhas adesivas.

ØILO³⁴, em 1993, relatou em seu estudo fatores que podem afetar os valores de resistência de união em estudos laboratoriais, como o tipo de ensaio utilizado, tempo de estocagem das amostras, tipo e qualidade do substrato, e forma de manipulação do material. Quanto aos tipos de ensaios mais empregados, temos dois que são os mais conhecidos e descritos na especificação da I.S.O.. O primeiro é o ensaio de tração, no qual a força de trabalho é aplicada num ângulo de 90° (perpendicular) com a superfície do dente. O segundo é o ensaio de cisalhamento, no qual a força de trabalho é aplicada paralelamente à superfície do dente. Segundo o autor, comparando os dois ensaios, o ensaio de resistência ao cisalhamento, em alguns casos, exibe resultados mais altos do que teste de resistência à tração, mas seguindo uma mesma classificação para os mesmos produtos. Já para alguns casos, os valores são confusos devido à variabilidade de fatores que podem afetar a adesão como o tipo e os detalhes de cada ensaio, o tipo e a qualidade do esmalte e dentina, as condições de estocagem antes do ensaio e também a qualidade do material, bem como sua forma de manipulação. O autor conclui no seu estudo que uma padronização dos ensaios é necessária e urgente, para se obter valores comparáveis capazes de serem usados por cirurgiões-dentistas e futuramente ajudar no melhoramento dos sistemas adesivos.

Também em 1993, ØILO & AUSTRHEIM ³⁵ compararam o efeito de dois ensaios de resistência de união sobre esmalte e dentina: cisalhamento e tração. Também verificaram as condições de armazenagem das amostras sobre os valores de resistência de união. Para isto eles utilizaram 4 sistemas adesivos com as respectivas resinas compostas, divididos em 4 grupos: o Gluma / Pekafill (Bayer), o Scotchbond 2 / Silux Plus (3M), o Scotchbond Multi Purpose / Silux Plus (3M), e o Syntac / Heliomolar (Vivadent). As amostras foram confeccionadas a partir de dentes humanos do grupo dos terceiros molares, que tiveram suas superfícies bucais desgastadas com lixas de carvão de silício de granulação 1000, até expor uma área plana de dentina com 4 mm de diâmetro. Em seguida foram aplicados os sistemas adesivos em cada grupo, e logo após, cada grupo foi subdividido em três subgrupos. No primeiro, foi feito o ensaio de tração após estocagem de 24 horas; no segundo, foi feito o ensaio de cisalhamento após estocagem de 24 horas; e no terceiro subgrupo foi feito o ensaio de cisalhamento após termociclagem. Sobre a superfície das amostras de cada grupo, foram confeccionados cilindros de resina composta a partir de moldes plásticos com formatos específicos para cada ensaio. Após o tempo de estocagem ou termociclagem, as amostras foram levadas a uma máquina de ensaios universal até a fratura das amostras. Os resultados obtidos foram analisados através do teste de múltipla escolha LSD, a um nível de 5% de significância, e mostraram que não houve diferença estatisticamente significativa entre os dois tipos de ensaios usados com o tempo de estocagem de 24 horas. Além disso, foi observado que o valor de resistência de união ao cisalhamento não foi alterado para o produto Gluma, quando houve a termociclagem, o que não ocorreu para os produtos Scotchbond Multi-Purpose e Syntac, que tiveram resultados mais altos, e o Scotchbond 2, que obteve resultados mais baixos quando houve a termociclagem. Foram feitas também observações em M.E.V., e ficou claro que conforme os valores de resistência foram aumentando, as falhas coesivas na dentina também aumentaram em quantidade. Neste estudo, os autores concluíram que tanto o ensaio de resistência a tração e ao cisalhamento, parecem dar valores de comparável magnitude e são ensaios igualmente representativos para um estudo "in vitro" dos sistemas adesivos.

SWIFT Jr. & CLOE ⁵¹, em 1993, avaliaram a resistência de união ao cisalhamento sobre o esmalte condicionado com três tipos de agentes ácidos de esmalte e dentina. Além disso, verificaram se um adesivo hidrofílico aumentaria a resistência de união em comparação a um hidrofóbico. Para isto eles utilizaram 20 dentes humanos do grupo dos molares, que foram incluídos em resina acrílica autopolimerizável. Em seguida, as superfícies

proximais das amostras foram desgastadas com discos diamantados nº918B-220, até se obter áreas planas e paralelas na superfície do esmalte. As amostras foram divididas em 4 grupos: no grupo 1 (controle), foi usado o Scotchbond Etching Gel, da 3M (ácido fosfórico a 35%) por 15 segundos; no grupo 2, foi usado o Gluma 1&2 Conditioner, da Bayer (ácido oxálico a 1,6% + nitrato de alumínio a 2,6% + glicina a 2,7%) por 30 segundos; no grupo 3, foi aplicado o Scotchbond Multi-Purpose etchant, da 3M (ácido maleico a 10%) por 15 segundos; e no grupo 4, foi aplicado o All-Etch, da Bisco (ácido fosfórico a 10%) por 15 segundos. Em seguida, os condicionadores foram lavados e as superfícies secas. Numa das faces proximais dentro de cada grupo, foi aplicado um adesivo hidrofóbico (Gluma 4 Sealer, da Bayer) e noutra face foi aplicado um adesivo hidrofílico (Scotchbond Multi-Purpose adhesive, da 3M) e polimerizados por 20 segundos. Foram então construídos sobre cada superfície, cilindros da resina composta AP.H (Caulk/Dentsply), com o auxílio de moldes plásticos com 2,9 mm de diâmetro por 3 mm de altura. As amostras foram estocadas em água destilada por 24 horas e termocicladas 300 vezes com banhos entre 5°C e 55°C. Logo após, as amostras foram levadas a uma máquina de ensaios universal (Instron) a uma velocidade de 5 mm/min. até a fratura. Os resultados obtidos foram analisados com o software S.A.S. e mostraram que o grupo controle (ácido fosfórico a 35%), teve os mais altos valores de resistência de união ao cisalhamento (24,5 MPa). Os grupos 2 e 3 tiveram médias estatisticamente iguais (13,2 MPa) entre si e inferiores ao grupo controle. Já o grupo 4, teve uma média de 6,3 MPa, a qual foi significativamente menor do que a dos outros grupos. Os autores também concluíram neste estudo, que não houve diferença estatística entre os dois tipos de adesivos usados, ou seja, o hidrofílico (Scotchbond Multi-Purpose) e o hidrofóbico (Gluma 4 Sealer).

Em 1993, TAM & PILLIAR ⁵² verificaram a resistência de união à tração de quatro sistemas adesivos sobre dentina e observaram com o auxílio de microscopia eletrônica de varredura, o padrão de fratura na interface dentina-compósito. Os sistemas adesivos usados foram o All Bond 2 (Bisco), o Scotchbond Multi-Purpose (3M Dental), o Scotchbond 2 (3M Dental) e o Prisma Universal Bond 3 (Caulk/Dentsply). Este último foi usado somente em esmalte, como controle. As resinas compostas usadas foram as recomendadas pelos fabricantes, ou seja, a Bis Fil (Bisco) e a P-50 (3M Dental). Para a confecção das amostras foram utilizados pequenos discos de dentina bovina geometricamente cortados para o teste de tração ou de análise morfológica da interface. Um número mínimo de 10 amostras foram feitas para cada grupo de material testado. Após a confecção das amostras, elas

permaneceram por 24 horas em água à 37°C até serem levadas a uma máquina de ensaios universal (Instron). Os resultados mostraram que o material All Bond 2 obteve os mais altos valores de resistência à tração em dentina, seguido pelo material Scotchbond Multi-Purpose e por último o Scotchbond 2. As observações feitas em microscopia eletrônica de varredura revelaram que o padrão de fratura mais comum ocorrido ao longo da interface resina composta-dentina, foi do tipo coesivo no adesivo pois os "tags" de adesivo que penetraram nos túbulos dentinários se romperam junto à superfície dentinária.

TRIOLO Jr. et al. ⁵⁶, em 1993, avaliaram a resistência de união ao cisalhamento do compósito Z-100 (3M) ao esmalte condicionado com ácido fosfórico a 35%, ácido maleico a 10% e com a solução ácido oxálico a 1,6% + nitrato de alumínio a 2,6%, durante três períodos de tempo, ou seja, 15, 30 ou 60 segundos. Também verificaram o efeito do "primer" do Scotchbond Multi-Purpose (3M) sobre a resistência ao cisalhamento. Para isto utilizaram 90 dentes humanos do grupo dos molares, que foram incluídos em anéis de P.V.C. utilizando resina acrílica autopolimerizável. As superfícies proximais dos dentes foram desgastadas com discos diamantados 918B-220 (Brasseler, USA) até ficarem paralelas e com uma área plana de esmalte, totalizando 180 áreas de união. Os dentes foram divididos aleatoriamente em três grupos de acordo com o tipo de condicionador utilizado. Ainda, cada grupo foi dividido em três subgrupos, de acordo com tempo de condicionamento utilizado. Após o condicionamento ácido, em metade das amostras foi aplicado o "primer" do Scotchbond Multi-Purpose e, em todas, foi aplicado o adesivo do mesmo produto. Logo após, foram confeccionados cilindros (3 mm de altura x 2,9 mm de diâmetro) do compósito restaurador Z-100 com o auxílio de uma matriz plástica. As amostras ficaram armazenadas em água destilada à temperatura ambiente por 24 horas, até serem termocicladas 300 vezes em banhos d'água entre 5°C e 55°C. Após isto, foram levadas a uma máquina de ensaios universal (Instron) com uma velocidade de 5 mm/min.. Os resultados obtidos foram analisados pelo teste-t Student's e mostraram que, com o tempo de condicionamento de 60 segundos, todos os grupos tiveram médias de resistência ao cisalhamento similares. No entanto, com 30 segundos de condicionamento, o grupo tratado com a solução de ácido oxálico a 1,6% + nitrato de alumínio a 2,6%, obteve média estatisticamente mais baixa do que os demais grupos. Já com o tempo de condicionamento de 15 segundos, o grupo tratado com ácido fosfórico, obteve média de resistência ao cisalhamento superior aos demais grupos. Os autores ainda verificaram neste estudo, que o uso do "primer" do Scotchbond Multi-Purpose sobre o esmalte condicionado, teve um mínimo efeito sobre a resistência ao cisalhamento. Em

geral, houve uma pequena diminuição nas médias de resistência de união, mas não foi estatisticamente significativa.

BARKMEIER & ERICKSON⁰⁵, em 1994, verificaram a resistência de união ao cisalhamento sobre dentina e esmalte humanos com um novo sistema adesivo comercial: o Scotchbond Multi-Purpose (SBMP), da 3M. Para isto, utilizaram como amostras 60 dentes humanos do grupo dos molares que tiveram suas superfícies desgastadas com uma lixa de papel de carbetto de sílicio. Os dentes foram divididos em 6 grupos de 10 amostras cada: 5 grupos (1-5) para a investigação em esmalte e 1 grupo (6) para dentina. No grupo 1, as amostras foram condicionadas com ácido fosfórico a 37%, lavadas, secas, e em seguida um adesivo de esmalte (3M) foi aplicado; no grupo 2, as amostras foram condicionadas com ácido fosfórico a 37% e em seguida o adesivo do SBMP foi aplicado; no grupo 3, as amostras também foram condicionadas com ácido fosfórico a 37% e em seguida foram aplicados o "primer" e o adesivo do SBMP; no grupo 4, as amostras foram condicionadas com ácido maleico a 10% e o adesivo do SBMP foi aplicado; no grupos 5 e 6, as amostras foram condicionadas com ácido maleico a 10% e em seguida foram aplicados o "primer" e o adesivo do SBMP. Após feito o tratamento superficial e aplicação dos adesivos sobre as superfícies das amostras, foram confeccionados cilindros de resina composta (P-50 / 3M) com o auxílio de uma matriz plástica com diâmetro interno de 3,66 mm e 1,8 mm de altura, que foram fotopolimerizados por 60 segundos com um aparelho Visilux 2 (3M). Os autores também fizeram mais 5 grupos de 10 amostras cada utilizando dentes bovinos: 2 grupos para esmalte (7 e 8) e 3 grupos para dentina (9-11). No grupo 7, as amostras foram condicionadas com ácido fosfórico a 37% e em seguida foi aplicado o adesivo do SBMP; no grupo 8, as amostras foram condicionadas com ácido maleico a 10% e o adesivo do SBMP foi aplicado em seguida; nos grupos 9, 10 e 11 as amostras foram condicionadas com ácido maleico 10% e em seguida foram aplicados o "primer" e o adesivo do SBMP, mas com uma ressalva: no grupo 10, o "primer" foi excessivamente seco com um jato de ar por 15 segundos, e no grupo 11, a camada de adesivo foi extremamente adelgada com um jato de ar. Em seguida, foram confeccionados cilindros de resina composta fotopolimerizável (P-50 / 3M) da mesma maneira descrita anteriormente. As amostras dos 11 grupos permaneceram em água destilada a 37°C por 24 horas até serem levadas a uma máquina de ensaios universal (Instron) com uma velocidade de 5 mm/min. Os resultados indicaram que a resistência de união ao cisalhamento sobre o esmalte humano, seguindo as instruções do fabricante (grupo 5 - 26,8 MPa), foi relativamente alta e semelhante aos valores alcançados no esmalte bovino (25,6 e 23,4 MPa),

apesar de serem estatisticamente inferiores aos demais grupos em esmalte (grupo 2, 38,0 MPa e grupo 4, 38,3 MPa). Para a dentina humana, os resultados também foram semelhantes aos da dentina bovina. Quando o "primer" foi excessivamente seco (grupo 10 - 19,7 MPa), ou quando a camada de adesivo foi extremamente adelgada (grupo 11 - 10,1 MPa), os resultados foram estatisticamente inferiores àqueles alcançados pelo grupo que seguiu as recomendações do fabricante (grupo 9 - 23,4 MPa). Com isso, os autores concluíram que para o tratamento superficial da dentina, as recomendações do fabricante devem ser rigidamente seguidas, o que não ocorre com o esmalte, que se mostrou mais flexível quanto a técnica de uso do SBMP.

CHARLTON & BEATTY ¹⁵, em 1994, compararam, "in vitro", a resistência de união ao cisalhamento de dois sistemas adesivos sobre a dentina humana seca ou úmida. Para isto, eles utilizaram 60 dentes humanos do grupo dos molares que tiveram suas superfícies oclusais desgastadas até se obter uma área plana de dentina. Os dentes foram divididos em 2 grupos de 30 dentes cada. Em um dos grupos foi utilizado o produto Scotchbond Multi-Purpose (3M) e no outro o Optibond (Kerr). Cada grupo foi dividido em dois subgrupos: em um, a dentina foi deixada seca, e em outro, úmida. Após a aplicação e polimerização de cada sistema adesivo, foram construídos cilindros de resina composta sobre a área avaliada. As amostras foram armazenadas em água à temperatura ambiente, por 48 horas, e então termocicladas. Após uma semana, as amostras foram submetidas ao ensaio de cisalhamento numa máquina de ensaios universal (Tinius Olsen, model 1000), numa velocidade de 0,5mm/min. Os resultados foram submetidos à análise estatística, e indicaram que não houve diferença nos valores de resistência de união ao cisalhamento para os grupos com dentina seca ou úmida. Com isso, os autores concluíram que para estas novas gerações de sistemas adesivos, a presença de umidade sobre a superfície dentinária não compromete, a curto prazo, a resistência de união.

Em 1994, DE GOES ¹⁶ desenvolveu um trabalho de tese com o objetivo de avaliar a qualidade do condicionamento promovido pelos ácidos fosfórico a 35%, fosfórico a 10% e maleico a 10% sobre a superfície do esmalte e dentina, após 15 e 60 segundos de tratamento, usando microscópio eletrônico de verredura e ensaios de resistência ao cisalhamento. Para isto, foram utilizados 78 dentes humanos constituídos por grupos caninos, pré-molares e molares, cujas raízes foram seccionadas e as coroas dentárias remanescentes incluídas com resina acrílica ativada quimicamente em tubos de PVC. A face vestibular foi desgastada com lixas d'água de granulação número 180 e 400, respectivamente, até conseguir

uma área plana de 5mm de diâmetro na superfície do esmalte ou dentina. Após a preparação das superfícies dentárias, uma fita adesiva circular com um orifício central de 4mm de diâmetro foi aderida sobre a superfície do esmalte ou dentina, com a finalidade de delimitar a área onde se efetuaria a união adesivo-material restaurador. A área delimitada para a união (esmalte ou dentina) foi tratada com um dos seguintes agentes: ácido fosfórico a 35% (3M); ácido fosfórico a 10% (Bisco); e, ácido maleico a 10% (3M), por 15 e 60 segundos, respectivamente. Em seguida, as amostras foram lavadas, secas e aplicados o Scotchbond Primer e Adesivo, conforme a indicação do fabricante, e o compósito restaurador Z 100 (3M) foi inserido através de uma matriz de aço inoxidável (4mm de diâmetro por 5mm de altura), em três camadas, cada uma polimerizada durante 40 segundos. Os corpos de prova foram armazenados a 37°C e 100% de umidade relativa durante 24 horas e submetidos ao ensaio de resistência ao cisalhamento em máquina de ensaio universal Otto Wolpert Werke, a uma velocidade de 6mm/min.. As superfícies do esmalte ou dentina condicionadas dos dentes restantes foram revestidas com ouro-paládio sob alto vácuo para observação em microscopia eletrônica de varredura. As fotomicrografias da superfície do esmalte mostraram que os ácidos fosfóricos a 35% e a 10% produziram padrões morfológicos semelhantes após 15 ou 60 segundos de condicionamento, enquanto que o tratamento com ácido maleico a 10%, por 15 segundos, produziu um aspecto topográfico superficial significativamente diferente. No entanto, após 60 segundos de condicionamento, o padrão morfológico tornou-se semelhante àquele produzido pelos ácidos fosfóricos a 35% e a 10%. O condicionamento da dentina, por 15 ou 60 segundos, com ácido fosfórico a 35% e ácido fosfórico a 10%, removeu completamente a camada de "smear layer" e proporcionou a abertura dos túbulos dentinários. No entanto a ação do ácido maleico a 10%, durante 15 segundos, removeu a camada de "smear layer", mas deixou a abertura dos túbulos dentinários parcialmente fechada, enquanto que, após 60 segundos de condicionamento a camada de "smear layer" foi completamente removida e os túbulos dentinários abertos. Os valores médios de resistência ao cisalhamento (MPa) na superfície do esmalte após 15 e 60 segundos de condicionamento foram 10,64 e 7,58 para o ácido fosfórico a 35%; 12,27 e 10,91 para o ácido fosfórico a 10%; e, 10,16 e 14,22 para o ácido maleico a 10%, respectivamente. Na superfície da dentina os valores médios foram 4,24 e 4,18 para o ácido fosfórico a 35%; 4,84 e 4,79 para o ácido fosfórico a 10%; e, 6,00 e 4,75 para o ácido maleico a 10%, respectivamente. A análise de variância e o teste de Tukey mostraram que a média de resistência ao cisalhamento na superfície do esmalte condicionado com ácido fosfórico a 10%, durante 15 segundos, foi significativamente superior ($P < 0,05$) do que o ácido fosfórico a 35% e ácido maleico a 10%. Para o esmalte

condicionado com ácido maleico, durante 60 segundos, os valores médios foram estatisticamente superiores ($P < 0,05$), em relação aos valores produzidos na superfície condicionada com os ácidos fosfóricos a 10% e a 35% que são estatisticamente diferentes entre si ($P < 0,05$), em relação aos valores obtidos após 60 segundos de tratamento. Entretanto, o condicionamento efetuado com ácido maleico a 10%, durante 60 segundos, produziu valores estatisticamente superiores ($P < 0,05$), em relação ao tempo de 15 segundos de tratamento. A análise de variância e o teste de Tukey mostraram que os valores médios obtidos na superfície da dentina condicionada com ácido maleico a 10%, durante 15 segundos, foram significativamente superiores ($P < 0,05$) em relação ao ácido fosfórico a 35%. Após o tratamento por 60 segundos não houve diferença estatisticamente significativa entre os diferentes tratamentos. Entretanto, a média de resistência ao cisalhamento sobre a superfície da dentina produzida pelo condicionamento com ácido maleico a 10% durante 15 segundos, foi estatisticamente superior ($P < 0,05$) em relação ao tempo de 60 segundos. Os valores obtidos na superfície da dentina condicionada pelos ácidos fosfóricos a 10% e 35% não apresentaram diferença estatisticamente significativa ($P < 0,05$) entre os tempos de 15 e 60 segundos.

HALLETT et al. ²³, em 1994, compararam a resistência de união ao cisalhamento de uma resina composta sobre o esmalte de dentes permanentes e decíduos condicionados com os ácidos maleico a 10% e fosfórico a 37%. Além disso, investigaram a morfologia da superfície do esmalte condicionado e da região de fratura. Para isto, eles utilizaram 60 dentes humanos permanentes do grupo dos terceiros molares e 20 dentes humanos decíduos do grupo dos primeiros molares. Os dentes tiveram suas superfícies proximais desgastadas com lixas de carbetto de silício de granulação 600 até promover a formação de uma área plana de esmalte. Os dentes foram divididos em 4 grupos de 20 dentes cada. No grupo 1, os dentes permanentes foram condicionados com ácido maleico a 10% por 15 segundos; no grupo 2, os dentes permanentes foram condicionados com ácido maleico a 10% por 30 segundos; no grupo 3, os dentes permanentes foram condicionados com ácido fosfórico a 37% por 15 segundos; e no grupo 4, os dentes decíduos foram condicionados com ácido maleico a 10% por 15 segundos. Após o condicionamento, os dentes foram lavados e secos com ar comprimido por 15 segundos, produzindo uma aparência branco-fosca. Cinco dentes de cada grupo foram selecionados para a observação em M.E.V. e sobre os 15 dentes restantes, foram confeccionados cilindros da resina composta Z-100 (3M), juntamente com o "primer" e adesivo do Scotchbond Multi-Purpose. As amostras permaneceram 48 horas em

água destilada e, logo após, foram termocicladas 1000x em banhos entre 5°C e 55°C. Após isto, foram levadas a uma máquina de ensaios universal (Instron) a uma velocidade de 0,5mm/min. até a fratura. As áreas de fratura foram observadas em uma lupa estereoscópica com 16x de aumento para verificar o tipo de fratura. Os valores de resistência ao cisalhamento foram analisados através do teste de Newman-Keuls ao nível de 1% de significância. Os resultados encontrados levaram os autores a concluir que o uso do ácido fosfórico a 37% não aumentou significativamente os valores de resistência, quando comparado com o ácido maleico a 10%, em dentes permanentes e decíduos, bem como o aumento no tempo de condicionamento. As observações em M.E.V. mostraram que o ácido maleico a 10% produziu padrões de condicionamento mais moderados, quando comparado com o ácido fosfórico 37%. As falhas mais comumente observadas ocorreram na interface adesivo-resina. Além disso, os autores concluíram que os valores obtidos com o produto Scotchbond Multi-Purpose foram inferiores àqueles relatados pelo fabricante, mas, o tempo de condicionamento de 15 segundos pode ainda ser recomendado.

HOLTAN et al. ²⁵, em 1994, compararam a resistência de união ao cisalhamento sobre a dentina com cinco sistemas adesivos disponíveis recentemente no mercado e um sistema adesivo (Scotchbond 2) mais antigo como controle. Os sistemas adesivos avaliados foram o Syntac (Vivadent), o Denthesive (Kulzer), o All Bond 2 (Bisco), o XR Bond (Kerr Corp.) e o Scotchbond Multi-Purpose (3M Dental), juntamente com o compósito Silux Plus (3M Dental). Para a confecção das amostras foram utilizados dentes humanos, que foram incluídos em resina acrílica e desgastados em seguida com discos diamantados de granulação 400 até se obter uma superfície plana de dentina. Sobre a superfície dentinária, foi delimitada uma área de 5 mm de diâmetro sob a qual foi colocada uma matriz com o mesmo diâmetro interno e 3 mm de altura, onde foi aplicado cada sistema adesivo e logo após, a resina restauradora. As amostras permaneceram por 24 horas em um recipiente fechado à temperatura ambiente até serem levadas a uma máquina de ensaios universal (Instron) para o ensaio de resistência de união ao cisalhamento. Os resultados obtidos foram analisados através do teste de múltipla comparação de Bonferroni e do teste ANOVA e mostraram que as maiores médias de resistência de união foram alcançadas pelos materiais XR Bond (17,1 MPa) e Scotchbond Multi-Purpose (15,9 MPa), seguido pelo Syntac (13,5 MPa). Logo após vieram o All Bond 2 (6,2 MPa) e o Scotchbond 2 (4,9 MPa), que foi igual estatisticamente ao Denthesive (3,4 MPa), o menos resistente.

Em 1994, McGUCKIN et al. ²⁸ investigaram, "in vitro", a resistência de união

ao cisalhamento de seis sistemas adesivos sobre esmalte e dentina humanos. Também verificaram o efeito sobre a resistência de união após o uso do "primer" sobre o esmalte e do condicionamento da dentina com ácido fosfórico. Foram utilizados para isto, 48 dentes humanos livres de cárie, do grupo dos incisivos e caninos superiores, que foram incluídos em resina acrílica, deixando exposta 2 mm da superfície vestibular do dente. Esta superfície foi desgastada numa politriz com lixas de papel de carbetto de silício de granulação 600 até expor uma área de 4 mm de diâmetro aproximadamente. Cada dente foi usado quatro vezes (2 vezes em esmalte e duas vezes em dentina), desgastando a superfície para formar novo local de união. Os seis sistemas adesivos testados e seus respectivos compósitos foram: Denthesive - Charisma (Kulzer); Gluma - Pekatux (Miles Dental); Prisma Universal Bond 3 - AP.H (Caulk-Dentsply); Scotchbond 2 - Silux Plus (3M Dental); Tenure - Visar Seal (Den-Mat) e XR Bond - Herculite (Kerr-Sybron). Os dentes foram divididos em 6 grupos de 8 dentes cada, sendo que em cada grupo foram feitos quatro tratamentos. No primeiro tratamento foi utilizado o "primer" sobre o esmalte. No segundo não foi usado o "primer" sobre o esmalte. No terceiro, a dentina não foi condicionada com ácido fosfórico, e no quarto, a dentina foi condicionada com ácido fosfórico. Sobre as superfícies tratadas foram construídos cilindros de resina com o auxílio de uma matriz de nylon com 1,9 mm de diâmetro interno por 3 mm de altura. As amostras permaneceram 24 horas em água à 37°C, até serem levadas a uma máquina de ensaios universal (Instron) a uma velocidade de 0,5 mm/min. Os resultados obtidos foram analisados pelos testes ANOVA e Tukey com 5% de significância. Os autores verificaram que o uso do "primer" dentinário sobre o esmalte melhorou a resistência de união com os produtos Prisma Universal Bond 3 (9,7 MPa para 13,7 MPa) e XR Bonding (14,0 MPa para 16,1 MPa) e não afetou para os produtos Denthesive (14,0 MPa para 12,3 MPa), Scotchbond 2 (8,7 MPa para 8,5 MPa) e Tenure (6,1 MPa para 6,0 MPa), enquanto a união foi prejudicada com o material Gluma (9,2 MPa para 6,7 MPa). Já quanto ao condicionamento ácido da dentina, eles verificaram que a resistência de união melhorou para os produtos Denthesive (5,9 MPa para 10,0 MPa), Prisma Universal Bond 3 (8,2 MPa para 12,3 MPa) e XR Bonding (10,7 MPa para 12,7 MPa), mas não teve efeito sobre o Gluma (7,3 MPa para 8,1 MPa), Scotchbond 2 (5,9 MPa para 5,3 MPa) e Tenure (8,0 MPa para 9,9 MPa). Os autores enfatizam que o ideal seria a realização de mais estudos para se conseguir o melhor tratamento superficial do esmalte e dentina para um dado sistema adesivo.

Em 1994, PERDIGÃO & SWIFT ³⁶ examinaram a morfologia do substrato dentinário, após a utilização de vários sistemas adesivos recentes, através da utilização da

microscopia eletrônica de varredura. Os sistemas adesivos usados foram o All Bond 2 (Bisco), Amalgambond (Parkell), Gluma 2000 (Bayer), Optibond (Kerr) e o Scotchbond Multi Purpose (3M Dental). Estes produtos foram aplicados sobre a estrutura dentinária seca e umedecida seguindo as recomendações de cada fabricante. Após, foi aplicada uma camada da resina composta Silux Plus (3M Dental) sobre os produtos e fotopolimerizadas por 40 segundos. As amostras foram armazenadas por 24 horas à temperatura ambiente, sendo então cortadas longitudinalmente num micrótomo para tecidos duros (Silverstone-Taylor) e desmineralizadas parcialmente numa solução de ácido hidrolórico 6N por 30 segundos. Secções transversais também foram obtidas das amostras da mesma maneira. Os cortes histológicos foram então cobertos com ouro-paládio sob alto vácuo para a observação em M.E.V.. Os autores verificaram que todos os condicionadores removeram a camada de "smear layer" e formaram uma camada de resina infiltrada nesta zona desmineralizada. Além disso, verificaram que quando a dentina estava visivelmente úmida, a formação de prolongamentos na região intertubular da dentina, foi mais evidente.

Também em 1994, PERDIGÃO & SWIFT Jr.³⁷ realizaram um estudo onde verificaram se a forma de apresentação e a concentração do gel do ácido fosfórico, afetava a resistência de união ao cisalhamento à dentina, utilizando o sistema adesivo Clearfil Photo Bond, que contém em sua composição um éster fosfonado. Eles utilizaram géis de ácido fosfórico de alta (32% e 40%) e baixa concentração (10%) contendo sílica ou polímeros como espessante. Também verificaram, neste estudo, a resistência de união ao cisalhamento do sistema Clearfil Liner Bond, o qual inclui o Photo Bond. Como amostras utilizaram 60 dentes humanos do grupo dos molares, que foram incluídos em resina acrílica ativada quimicamente. Em seguida as amostras foram desgastadas com lixas de papel de carbetto de silício de granulação 240, 400 e 600 até expor uma área plana de dentina. No passo seguinte, as 60 amostras foram divididas em 6 grupos. No grupo 1, as amostras tiveram a camada de "smear layer" preservada e serviram como controle; no grupo 2, as amostras foram condicionadas com gel de ácido fosfórico a 40% por 15 segundos e tendo sílica como espessante; no grupo 3, as amostras foram condicionadas com ácido fosfórico a 32%, tendo polímeros como espessante; nos grupos 4 e 5, as amostras foram condicionadas com ácido fosfórico a 10%, contendo, respectivamente, polímeros e sílica como espessantes; e no grupo 6, as amostras foram condicionadas com um agente 10/20 Ca (ác. cítrico a 10% + cloreto de cálcio a 20%) por 40 segundos, lavadas por 15 segundos e secas com jato de ar, aplicando em seguida o SA Primer. No passo seguinte, o Clearfil Photo Bond foi aplicado em todos os

grupos como o fabricante recomenda; somente no grupo 6, o Protect Liner foi aplicado e fotopolimerizado por 20 segundos. Cápsulas de gelatina nº4 foram usadas como matriz para se condensar inicialmente duas camadas da resina composta Pertac-Híbrid (ESPE) e em seguida 1 camada da resina composta Herculite XRV. Após 48 horas, as amostras foram termocicladas 1000 vezes em banhos variando de $10^{\circ}\pm 5^{\circ}\text{C}$ e $50^{\circ}\pm 5^{\circ}\text{C}$ e levadas em seguida numa máquina de ensaios universal (Instron) com uma velocidade de 5 mm/min.. Os resultados obtidos indicaram que não houve diferença estatística significativa entre os grupos que variaram a concentração e o tipo de espessante do gel. Ainda pelos resultados, os autores verificaram que a média dos grupos que utilizaram ácido fosfórico girou em torno de 5,2 MPa a 7,6 MPa, enquanto que o grupo que utilizou a solução 10/20 Ca teve uma média de 15,9 MPa e foi estatisticamente superior aos demais grupos. Já o grupo 1 (controle) teve uma média de 1,3 MPa e foi estatisticamente inferior aos demais grupos. A explicação dada pelos autores para estes resultados foi o fato do ácido fosfórico desmineralizar a superfície dentinária em cerca de 5 μm , enquanto a solução 10/20 Ca desmineralizou somente 1 a 1,5 μm . Concluem ainda, que o conteúdo de cálcio influencia a união do produto Clearfil Photo Bond à dentina e talvez isto explicaria estes resultados.

Ainda em 1994, PERDIGÃO et al. ³⁸ avaliaram a resistência de união ao cisalhamento de quatro sistemas adesivos sobre a dentina humana com diferentes graus de calcificação e observaram com o auxílio de microscopia eletrônica de varredura (M.E.V.), a interface dentina/compósito. Foram usados neste estudo, 120 dentes humanos do grupo dos molares que tiveram as superfícies oclusais desgastadas com lixas de carbetto de silício de granulação 240, 400 e 600, até se obter uma área plana de dentina. As amostras foram divididas em 3 grupos de 40 dentes e cada grupo recebeu um tratamento diferente. Um grupo teve a superfície dentinária deixada intacta. Outro grupo recebeu um tratamento superficial com uma solução mineralizante, e finalmente um terceiro grupo teve a superfície tratada com uma solução desmineralizante. Em seguida, as amostras foram incluídas em anéis com uma resina acrílica ativada quimicamente. Cada grupo foi dividido em 4 subgrupos com 10 amostras cada, ou seja, um sistema adesivo para cada subgrupo. Os sistemas adesivos usados foram: Scotchbond Multi-Purpose (3M), All Bond 2 (Bisco), Prisma Universal Bond 3 (Dentsply) e Amalgambond Plus (Parkell). Os sistemas adesivos foram aplicados de acordo com as recomendações do fabricante, ou seja, a superfície dentinária permaneceu úmida para os grupos com Amalgambond Plus, All Bond 2 e Scotchbond Multi-Purpose. Foram confeccionados cilindros da resina composta Command Ultrafine, da Kerr e Z100, da 3M

com o auxílio de uma matriz de cápsula de gelatina de diâmetro interno de 4,85 mm. As amostras foram termocicladas e armazenadas em água a 37°C por 7 dias até serem levadas a uma máquina de ensaios universal (Instron) com uma velocidade de 5,0 mm/min. para verificar a resistência de união ao cisalhamento. Após a fratura, as amostras foram preparadas para a observação em M.E.V.. Os resultados obtidos foram analisados pelo teste ANOVA e de Duncan's. Os autores verificaram que as médias para cada sistema adesivo, foram estatisticamente superiores em dentina normal quando comparadas com a dentina desmineralizada ou hipermineralizada. A resistência de união ao cisalhamento foi significativamente maior para a dentina hipermineralizada do que para a dentina desmineralizada para todos os sistemas adesivos, com exceção para o Prisma Universal Bond 3, que foi igual.

5 - PROPOSIÇÃO

5 - PROPOSIÇÃO

Enquanto a união dos materiais restauradores resinosos ao esmalte já é um fato bem estabelecido, a união à superfície da dentina tem sido um desafio aos pesquisadores e clínicos. Com a introdução de novos sistemas adesivos no mercado odontológico, fica difícil analisar a qualidade da união à superfície do esmalte e dentina e as características de união desses produtos em relação aos já existentes. Assim, julgamos oportuno realizar um estudo "in vitro" para avaliar e comparar:

a) A resistência de união ao cisalhamento de onze sistemas adesivos comerciais sobre esmalte e dentina; e,

b) O aspecto morfológico da região de fratura na superfície de esmalte e dentina através da utilização de microscopia eletrônica de varredura.

6 - MATERIAIS E MÉTODO

6 - MATERIAIS E MÉTODO

6.1 - MATERIAIS

Foram utilizados neste estudo onze sistemas adesivos comerciais, recomendados para uso em esmalte e/ou dentina, juntamente com o condicionador ácido específico. Em combinação com os sistemas adesivos, foram utilizados os respectivos compósitos desenvolvidos e comercializados pelos próprios fabricantes dos sistemas adesivos, excessão feita aos materiais Multi Bond Alpha (DFL, Ind. e Com. Ltda) e ao All Bond 2 (Bisco, Itasca, IL, USA), aos quais foi combinado o compósito Z-100 (3M Dental Products). As combinações sistemas adesivos / compósitos, bem como a composição destes materiais, são vistas nas tabelas 1 e 2. Na tabela 3 estão os nomes completos das abreviações da tabela 2.

Tabela 1. Descrição das combinações sistemas adesivos / compósito usadas no estudo.

Sistema Adesivo	Compósito	Fabricante
Heliobond	Heliomolar	Vivadent, Schaan, Liechtenstein
Scotchbond 2	P-50	3M Dental Products St. Paul, MN.
XR Bonding	Herculite XRV	Kerr, Manufacturing Co. Romulus, MI.
Prisma Universal Bond 3	AP.H	Caulk-Dentsply Milfort, DE
Syntac	Tetric	Vivadent, Schaan, Liechtenstein
Pro-Bond	TP.H	Caulk-Dentsply Milfort, DE.
Denthesive II	Charisma	Kulzer, Friederichsdorf, Germany
All Bond 2	Z-100	Bisco, Itasca, IL, USA
Multi Bond Alpha	Z-100	DFL Prod. Odontológicos Ltda
Scotchbond Multi Purpose	Z-100	3M Dental Products St. Paul, MN.
Optibond	Herculite XRV	Kerr, Manufacturing Co. Romulus, MI.

Tabela 2. Descrição dos sistemas adesivos utilizados na pesquisa

Sistema Adesivo	Condicionador (tempo)	"Primer"	Adesivo
Heliobond	ác. fosfórico a 37% (30 segundos)	-	Bis-GMA 60% PEG-DMA 40%
Scotchbond 2	ác. fosfórico a 35% (15 segundos)	HEMA ác. maleico 2,5%	Bis-GMA HEMA
XR Bonding	ác. fosfórico a 37,5% (30 segundos)	DMA-fosf. 3,75%	UDMA 60% TEG-DMA 30% DMA-fosf. 10%
Prisma Universal Bond 3	ác. fosfórico a 37% (60 segundos)	HEMA PENTA	UDMA TEG-DMA PENTA glutaraldeído
Syntac	ác. fosfórico a 37% (30 segundos)	TEG-DMA ác. maleico 4% acetona	PEG-DMA glutaraldeído a 50%
Pro-Bond	ác. fosfórico a 37% (60 segundos)	PENTA 6% acetona 75% etanol 19%	UDMA 56% PENTA 5% glutaraldeído 7% monômeros fotop. 36% iniciadores fotop. 2%
Denthesive II	ác. fosfórico a 37% (60 segundos)	Di-HEMA fosf. MMEM	Bis-GMA
All Bond 2	ác. fosfórico a 10% (15 segundos)	A - NTG-GMA B - BPDM	Bis-GMA UDMA HEMA
Multi Bond Alpha	ác. fosfórico a 10% (20 segundos)	A- NTG-GMA acetona B- PMGDM fotoiniciadores	resinas monoméricas e dimetacrilato acetona peróxido de benzoíla 1%
Scotchbond Multi-Purpose	ác. maleico a 10% (15 segundos)	HEMA ác. polialcenóico água	Bis-GMA HEMA
Optibond	ác. fosfórico a 37,5% (30 segundos)	HEMA PAMM GPDM álcool etílico água	TEG-DMA UDMA GPDM

Tabela 3 - Nome completo das abreviações mencionadas na tabela 2.

ABREVIACÃO	FÓRMULA QUÍMICA COMPLETA
BIS-GMA	Bisfenol A-Glicidil Metacrilato
BPDM	Bisfenil Dimetacrilato
Di-HEMA fosf.	Di-Hidroxietyl Metacrilato fosfatado
DMA fosf.	Dimetacrilato fosfatado
GPDM	Glicerol Fosfato Dimetacrilato
HEMA	Hidroxietyl Metacrilato
MEM	Mono-Metacriloxietyl maleato
NTG-GMA	N-Tolilglicino-Glicidil Metacrilato
PAMM	Mono Metacriloxietyl Ftalato
PEG-DMA	Polietileno Glicol Dimetacrilato
PENTA	Éster Fosfonado Penta-Acrlato
PMGDM	Piromelítico Glicidil Dimetacrilato
TEG-DMA	Trietileno Glicol Dimetacrilato
UDMA	Uretano Dimetacrilato

Os demais produtos e equipamentos utilizados no desenvolvimento da metodologia desse estudo, foram descritos no decorrer do texto.

6.2 - MÉTODO

6.2.1 - Preparação das Amostras

Foram utilizados neste estudo 176 dentes humanos não cariados extraídos por razões ortodônticas ou cirúrgicas, constituídos de grupos pré-molares e molares. Os dentes foram submetidos a uma profilaxia usando pedra pomes e água com escova tipo pincel em velocidade de baixa rotação, selecionados e armazenados pelo período máximo de seis meses em soro fisiológico à temperatura ambiente até o início do experimento.

As raízes dos dentes foram seccionadas e as coroas remanescentes incluídas com resina acrílica ativada quimicamente (Clássico, Artigos Odontológicos Ltda) em cilindros de plástico, com 20 mm de diâmetro externo por 20 mm de altura, com a face vestibular voltada para cima e projetada 1 mm além da borda do cilindro de plástico.

Nesta fase do experimento, as amostras foram divididas em 2 grupos contendo 88 dentes cada um, de acordo com o substrato usado no ensaio de resistência de união ao cisalhamento.

6.2.2 Preparação das amostras para o ensaio de cisalhamento sobre a superfície do esmalte.

Os primeiros 88 dentes embutidos em resina acrílica nos cilindros de plástico (amostras) foram posicionados individualmente na região central de uma base metálica circular medindo 20,5 mm de diâmetro interno por 75 mm de diâmetro externo por 29,0 mm de altura e pesando 500 gramas. A inserção da amostra foi feita até que a borda superior do cilindro de plástico ficasse paralela à superfície da base metálica, e a face vestibular do dente projetada além das bordas justapostas, mantidas em posição por meio de um parafuso inserido numa das faces laterais da base metálica (Fig. 1).

Em seguida, com o auxílio de uma politriz vertical (P.F. Dujardin & Co., Dusseldorf, Germany) e lixas d'água de granulação número 180 e 400, a superfície do esmalte dental foi levemente desgastada, sob refrigeração, usando como base o suporte metálico, sem fazer pressão, até conseguir uma área plana de 5 mm de diâmetro na superfície do esmalte dentário de todas as amostras.

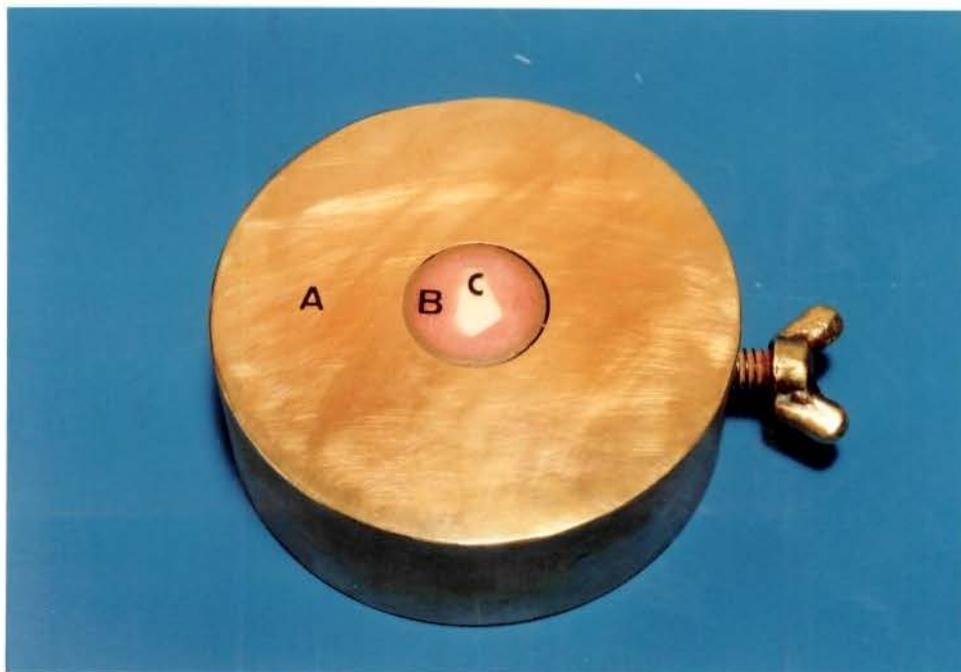


Figura 1 - Base metálica (A) utilizada como suporte para desgastar a superfície dental (C) embutida em resina acrílica no cilindro de plástico (B).

6.2.3 - Preparação das amostras para o ensaio de cisalhamento sobre a superfície da dentina.

Da mesma forma, as faces vestibulares dos 88 dentes restantes foram desgastadas usando lixas d'água de granulação nº 180 seguida pela nº 400, sob refrigeração, e posicionada na politriz vertical (P.F. Dujardin & Co., Dusseldorf, Germany) até conseguir uma área plana de 5 mm de diâmetro na superfície dentinária de todas as amostras. Após o desgaste, a superfície vestibular foi examinada com Lupa Estereoscópica (Carl Zeiss, Germany) com 50 vezes de aumento para verificar se nenhuma estrutura de esmalte permanecia na superfície.

6.2.4 - Preparação dos corpos de prova para o ensaio de cisalhamento.

Após a preparação da superfície dental em esmalte ou dentina, uma fita adesiva (Contact) circular com um orifício central de 4 mm de diâmetro foi aderida sobre a superfície do esmalte ou dentina, com a finalidade de delimitar a área onde se efetuaria a união adesivo-material restaurador (Fig. 2).

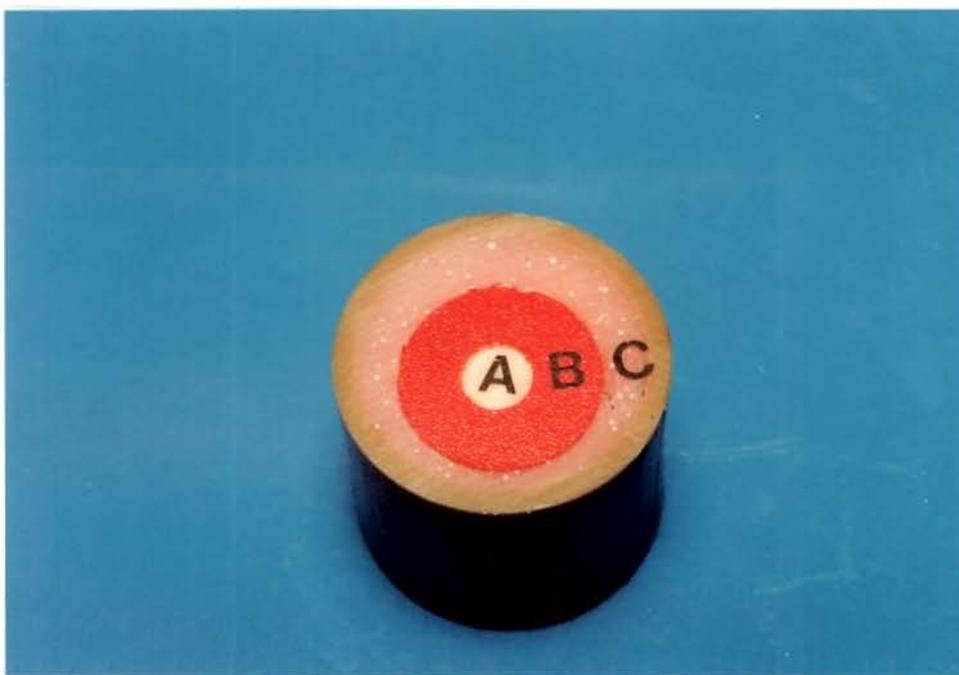


Figura 2 - Área da superfície dental (A) delimitada pela fita adesiva (B) no cilindro de plástico preenchido pela resina acrílica autopolimerizável (C).

As 88 amostras com a superfície dental em esmalte, foram divididas em onze grupos de 8 amostras cada (um grupo para cada sistema adesivo testado). A seguir, as superfícies de esmalte foram condicionadas com os agentes condicionadores e pelo tempo indicado por cada fabricante de cada sistema adesivo. A aplicação dos agentes condicionadores foi feita através de um pincel e em seguida, as superfícies das amostras foram lavadas em água corrente com o auxílio de uma seringa triplice ar / água, por 15 segundos e secas com jatos de ar pelo mesmo período.

As 88 amostras com a superfície em dentina, também foram divididas em onze grupos de 8 amostras cada um. Para estes grupos, o condicionamento ácido sobre a dentina foi feito somente quando o fabricante do produto recomendava em suas instruções de uso (Optibond, Scotchbond Multi-Purpose, All Bond 2 e Multi Bond Alpha), e era realizado do mesmo modo que os grupos com superfície em esmalte.

Após os procedimentos de condicionamento ácido, as amostras foram posicionadas individualmente em uma base metálica sextavada externamente e com diâmetro interno de 20,5 mm. A inserção da amostra foi feita até que a superfície plana do dente incluído em resina acrílica ficasse paralela à margem superior da base metálica e foi mantida em posição por meio de um parafuso inserido numa das faces laterais. Este conjunto foi fixado junto a uma haste metálica, fixada previamente à bancada de trabalho através de parafusos (Fig. 3).

No segundo passo do procedimento, o "primer" de cada sistema adesivo avaliado foi aplicado com o auxílio de um pincel sobre a superfície condicionada de esmalte e dentina de acordo com as instruções dos fabricantes. Logo a seguir, uma fina camada de "adesivo" foi aplicada sobre as superfícies esmalte ou dentina, usando outro pincel. A camada de "adesivo" foi suavemente espalhada com jato de ar e polimerizada pela exposição à luz visível (Visilux 2, 3M), durante o tempo preconizado por cada fabricante. Os procedimentos de aplicação e tempo de polimerização do "primer" e "adesivo" de cada produto testado, foram realizados seguindo as instruções do fabricante.

Em seguida, uma matriz circular em aço inoxidável com 20,5 mm de diâmetro externo e, seccionada no centro por um corte longitudinal, foi posicionada e fixada por meio de um parafuso lateral na porção interna de uma outra base metálica sextavada externamente. Este conjunto foi posicionado sobre o dispositivo que continha a amostra, e também fixados por dois parafusos na região superior. A região central da matriz circular de aço inoxidável possui uma perfuração de 4 mm de diâmetro por 5 mm de altura, que coincide com a área demarcada na superfície do esmalte ou dentina da amostra. Essa

justaposição foi possível em função das pequenas movimentações permitidas na matriz circular de aço inoxidável, pela liberação dos parafusos laterais (Fig. 4).

Logo após, o compósito usado em combinação com cada sistema adesivo, foi inserido no orifício central da matriz de aço inoxidável, em três camadas, por meio de um instrumento plástico e a adaptação do material às paredes da cavidade foi obtida com movimentos de compactação. Cada camada de compósito foi polimerizada durante 40 segundos, usando a emissão da luz visível através da ponta ativa da fibra óptica do aparelho Visilux 2 (3M Dental Products Division St. Paul, MN.), com intensidade de luz de 530 mW/cm², posicionada junto a matriz metálica de aço inoxidável. A seguir, os parafusos que uniam a matriz de aço inoxidável bipartida à base metálica foram liberados, permitindo assim, a remoção da matriz e, conseqüentemente, a obtenção do corpo de prova para o ensaio de cisalhamento (Fig. 5).

Logo após a confecção, os corpos de prova foram armazenados a 37°C e 100% de umidade relativa em estufa Heraeus (Alemanha), durante 24 horas. Após este período, os corpos de prova foram submetidos ao ensaio de cisalhamento em uma máquina de ensaio universal Otto Wolpert Werke (Germany) a uma velocidade de 6 mm/minuto. Para isso, o corpo de prova foi alojado horizontalmente numa luva metálica, com 20,5 mm de diâmetro interno por 20 mm de altura, fixada ao mordente superior da máquina de ensaio universal. No mordente inferior foram fixadas as extremidades de uma tira metálica de aço inoxidável com 5 mm de largura por 10 cm de comprimento, formando uma alça que envolvia o cilindro confeccionado em compósito, aderido à superfície de esmalte ou dentina, para fazer o esforço de tração (Fig. 6). A resistência de união ao cisalhamento foi calculada pela seguinte fórmula:

$$R_c = \frac{F}{A}$$

onde: R_c é, a resistência ao cisalhamento; F, a força aplicada; e A, a área de união.



Figura 3 - Corpo de prova posicionado em base metálica fixada a um dispositivo metálico preso à bancada de trabalho. A, corpo de prova; B, base metálica; C, dispositivo metálico

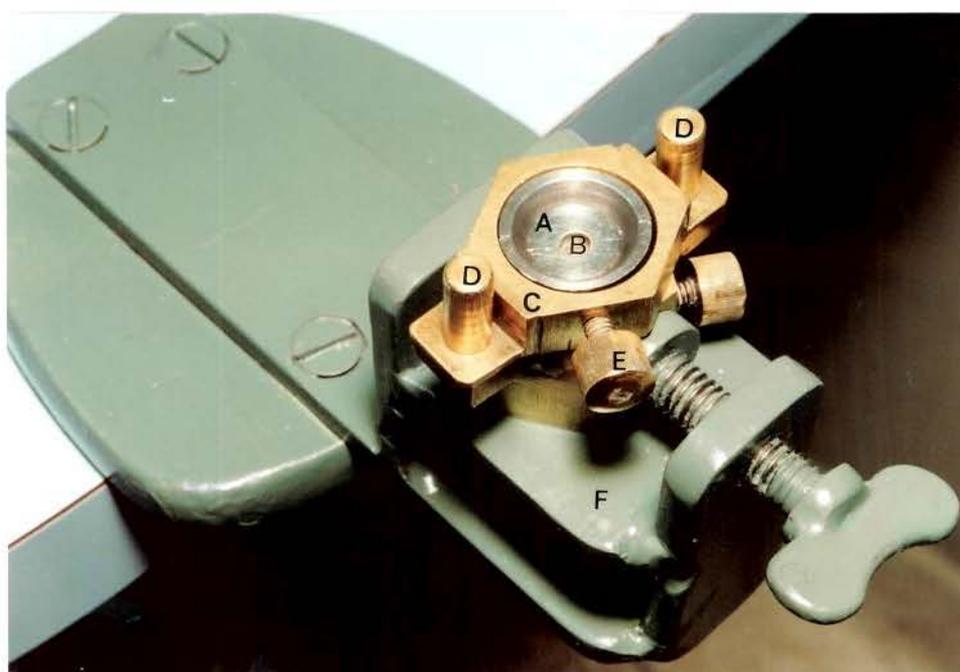


Figura 4 - Posicionamento da matriz circular em aço inoxidável. A, matriz de aço inoxidável; B, perfuração; C, suporte metálico sextavado; D, parafusos para fixação do suporte metálico; E, parafuso para a fixação da matriz de aço inoxidável; F, dispositivo metálico.



Figura 5 - Disposição seqüencial da amostra e matrizes utilizadas para confecção do corpo de prova. A, amostra; B, matriz usada para posicionar a amostra; C, suporte metálico com a matriz de aço inoxidável no seu interior; D, parafusos de fixação; E, corpo de prova.

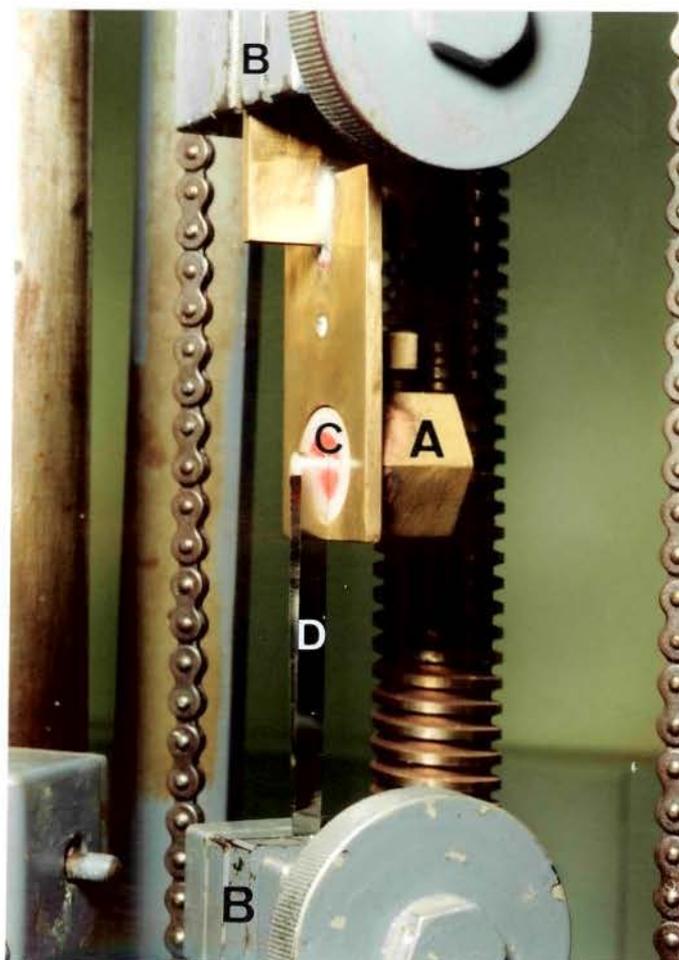


Figura 6 - Corpo de prova posicionado para o ensaio de cisalhamento. A, luva metálica; B, mordente da máquina de ensaio universal; C, corpo de prova; D, matriz metálica.

6.2.5 - Análise da região fraturada em Microscopia Eletrônica de Varredura.

Foram utilizadas nesta parte do estudo, 4 amostras fraturadas e representativas de cada grupo de sistema adesivo usado, tanto em esmalte quanto em dentina. Logo após a realização dos ensaios de resistência de união ao cisalhamento, as superfícies dentais foram revestidas com ligas de ouro-paládio sob alto vácuo (Balzers-SCD 050 sputter coater, Germany) para observação em Microscópio Eletrônico de Varredura (Zeiss DSM 960, Germany), com o objetivo de se verificar o tipo de falha ocorrida e a morfologia da região fraturada.

7 - RESULTADOS

7 - RESULTADOS

7.1 - Ensaio de Resistência ao Cisalhamento

Os resultados obtidos no ensaio de resistência ao cisalhamento na união entre a superfície (esmalte e dentina) e o sistema adesivo juntamente com o compósito restaurador, estão registrados nas tabelas 4, 5, 6, 7, 8, 9, 10, 11, 12, 13 e 14 (apêndice).

Esses valores foram submetidos à análise da variância com esquema fatorial, cujos fatores foram: Substrato, que analisa a superfície do esmalte ou dentina; Material, que avalia o tipo de sistema adesivo usado. De acordo com a tabela 15 (apêndice), os fatores Substrato e Material, e a interação Substrato x Material apresentaram diferença estatística significativa ao nível de 5% de probabilidade, pelo teste F.

Os valores médios foram submetidos ao teste de Tukey ao nível de 5% de probabilidade e estão apresentados nas tabelas 16 e 17, e ilustrados nas figuras 7 e 8.

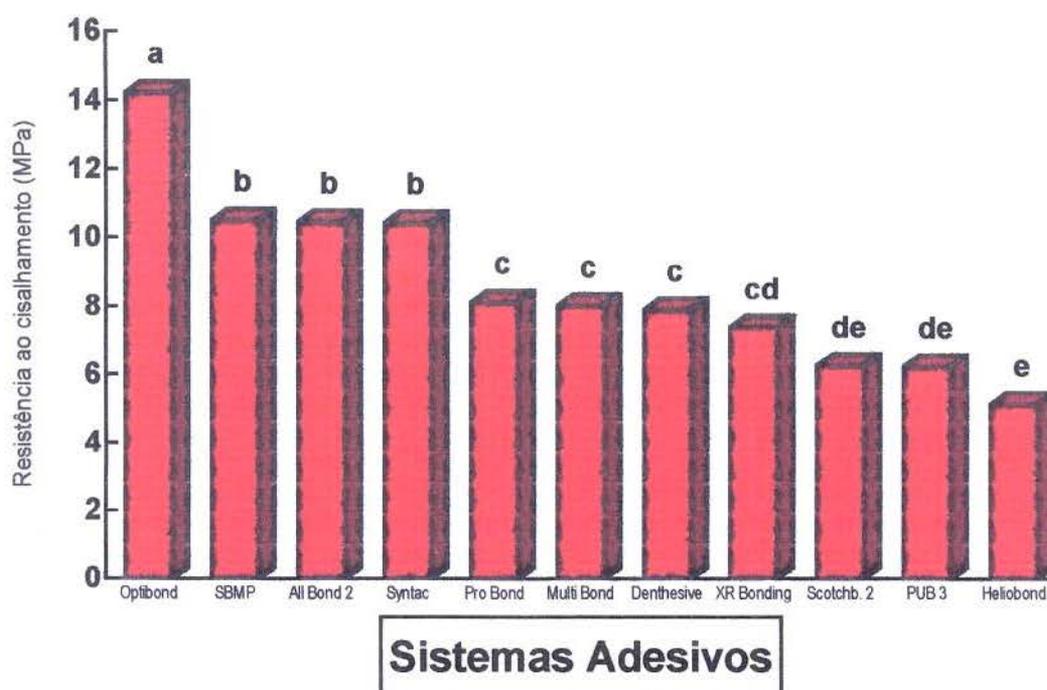
Tabela 16 - Médias de resistência de união ao cisalhamento após a utilização da combinação dos sistemas adesivos / compósitos restauradores sobre a superfície do esmalte (MPa).

Sistema Adesivo	Média		D.P.M.*
Optibond	14,22	a	0,53
Scotchbond Multi-Purpose (SBPM)	10,50	b	0,54
All Bond 2	10,45	b	0,61
Syntac	10,43	b	0,49
Pro-Bond	8,11	c	0,37
Multi Bond Alpha	8,00	c	0,40
Denthesive II	7,90	c	0,37
XR Bonding	7,38	cd	0,17
Scotchbond 2	6,25	de	0,20
Prisma Universal Bond 3 (PUB 3)	6,23	de	0,20
Heliobond	5,12	e	0,22

* Desvio Padrão da Média

D.M.S. 5% = 1,51615

Médias seguidas por letras distintas diferem entre si ao nível de 5% de probabilidade, pelo Teste de Tukey



Barras seguidas por letras distintas diferem entre si ao nível de 5% de probabilidade, pelo Teste de Tukey.

Figura 7 - Ilustração gráfica dos valores médios de resistência ao cisalhamento após a utilização dos sistemas adesivos sobre a superfície do esmalte, em MPa.

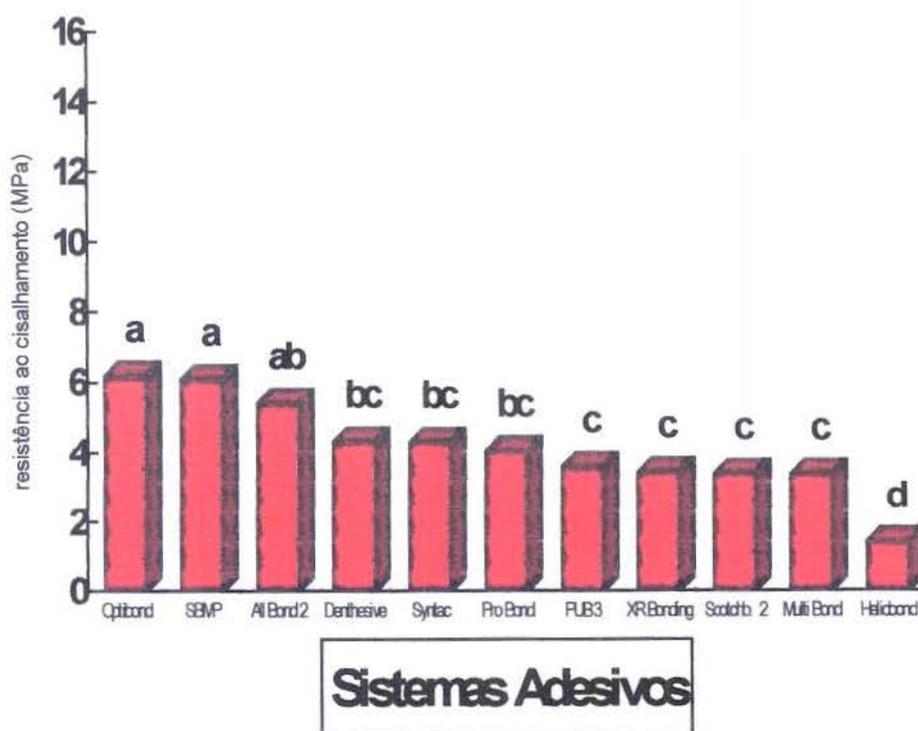
Tabela 17 - Médias de resistência de união ao cisalhamento após a utilização da combinação dos sistemas adesivos / compósitos restauradores sobre a superfície da dentina (MPa).

Sistema Adesivo	Médi a		D.P.M.*
Optibond	6,17	a	0,28
Scotchbond Multi-Purpose (SBMP)	6,06	a	0,24
All Bond 2	5,39	ab	0,29
Denthesive II	4,30	bc	0,24
Syntac	4,29	bc	0,20
Pro-Bond	4,05	bc	0,21
Prisma Universal Bond 3 (PUB 3)	3,60	c	0,22
XR Bonding	3,45	c	0,16
Scotchbond 2	3,39	c	0,16
Multi Bond Alpha	3,38	c	0,24
Heliobond	1,40	d	0,15

* Desvio Padrão da Média

D.M.S 5% = 1,51615

Médias seguidas por letras distintas diferem entre si ao nível de 5% de probabilidade, pelo Teste de Tukey



Barras seguidas por letras distintas diferem entre si ao nível de 5% de probabilidade, pelo Teste de Tukey.

Figura 8 - Ilustração gráfica dos valores médios de resistência ao cisalhamento após a utilização dos sistemas adesivos sobre a superfície da dentina, em MPa.

7. 2 - Análise morfológica da superfície do esmalte e dentina na região fraturada após o ensaio de resistência de união ao cisalhamento.

Nesta parte do estudo foram obtidas fotomicrografias de amostras representativas de cada geração de sistema adesivo, bem como do tipo de falha ocorrida mais freqüentemente.

As fotomicrografias feitas sobre a superfície de esmalte na região de fratura (Figs. 9, 10, 11, 12, 13 e 14), mostraram que para todos os sistemas adesivos avaliados, a fratura foi sempre coesiva no adesivo. Nas figuras 10, 12 e 14 podemos observar que a fratura coesiva no adesivo ocorreu junto à superfície do esmalte condicionado pelo ácido, deixando resíduos de adesivo no centro dos prismas de esmalte.

Nas fotomicrografias feitas sobre a superfície dentinária, também na região de fratura, podemos observar que com produto Optibond (Figs. 15 e 16), a falha foi do tipo coesiva no adesivo. A figura 16 ilustra os túbulos dentinários preenchidos com adesivo que fraturou junto à superfície da dentina, bem como restos de adesivo sobre esta superfície. Com produto XR Bonding (Figs. 17 e 18), também observamos falhas adesivas sobre a camada de "smear layer" solubilizada pelo adesivo. Finalmente com o produto Heliobond (Figs. 19 e 20), observamos também falhas do tipo adesiva, entre a superfície dentinária e o adesivo.

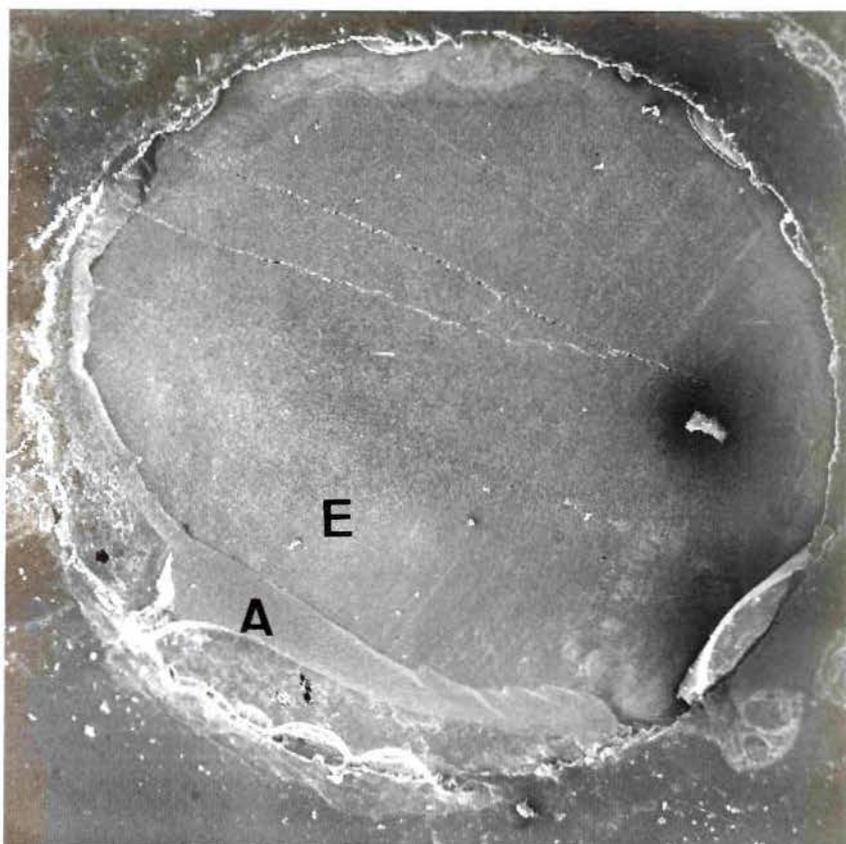


Figura 09 - Aspecto morfológico da superfície do esmalte na região fraturada após o ensaio de cisalhamento utilizando o sistema adesivo Optibond (20x). Notar os resíduos do adesivo (A) aderido na superfície do esmalte aparentemente sem adesivo (E).

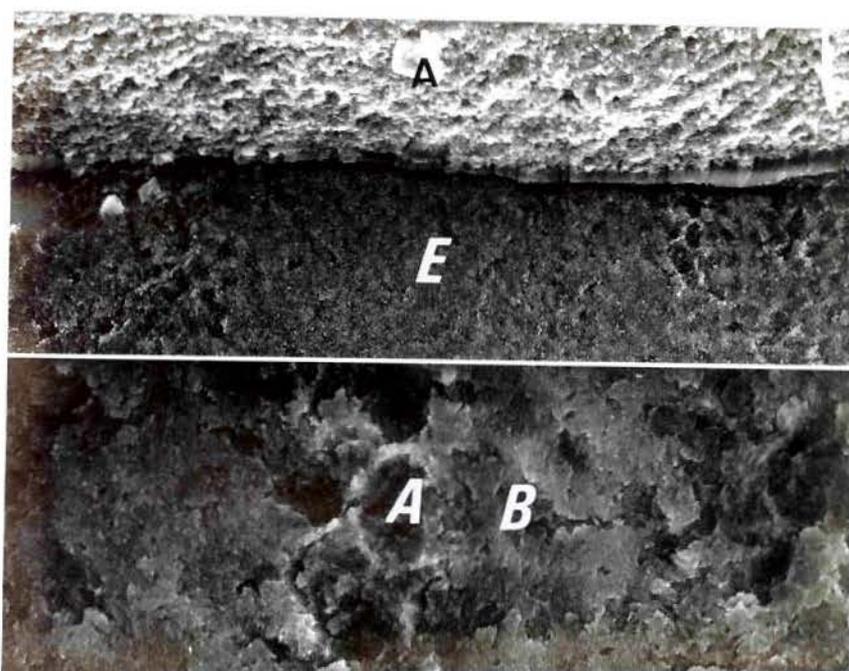


Figura 10 - Aspecto morfológico da superfície do esmalte na região de fratura após o ensaio de cisalhamento utilizando o sistema adesivo Optibond . Na parte superior (500x) nota-se a interface entre esmalte (E) e adesivo (A). Na parte inferior (2000x) nota-se o centro dos prismas de esmalte preenchido parcialmente (A) ou totalmente (B) pelo adesivo.

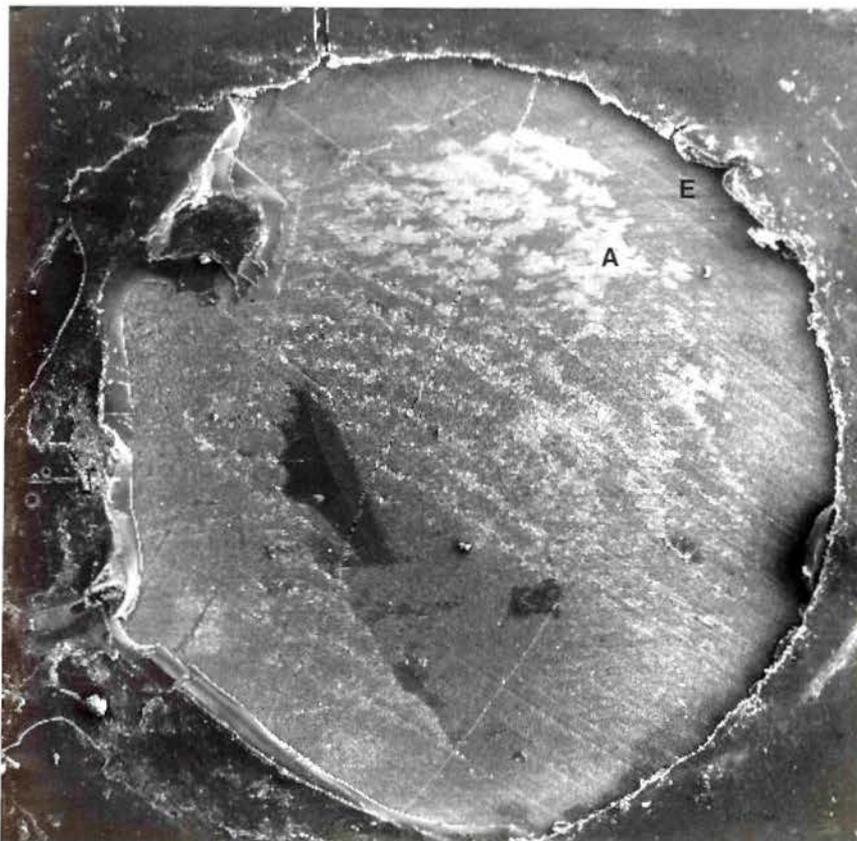


Figura 11 - Aspecto morfológico da superfície do esmalte na região de fratura após o ensaio de cisalhamento utilizando o sistema adesivo XR Bonding (20x). Notar restos de adesivo (áreas esbranquiçadas; letra A) sobre a superfície do esmalte (E).

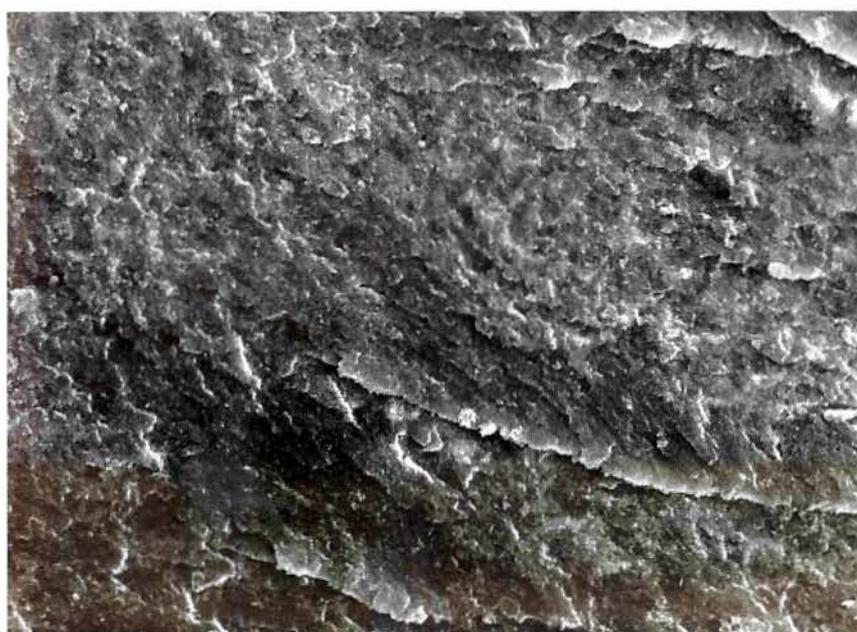


Figura 12 - Aspecto morfológico da região (letra A, Fig.11) onde o adesivo XR Bonding se uniu à superfície do esmalte (1000x).

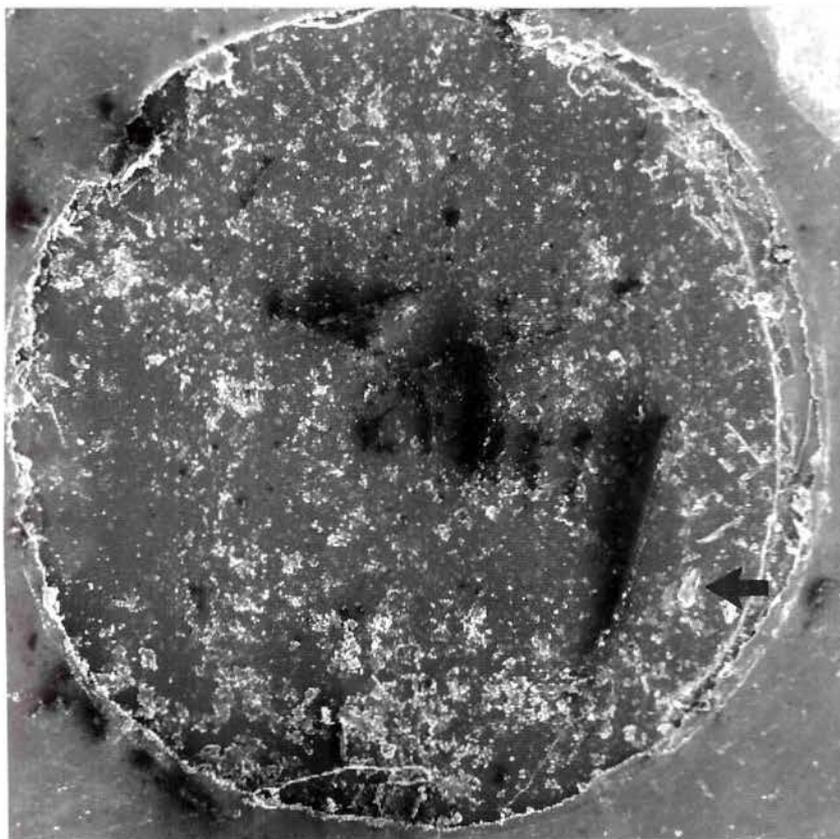


Figura 13 - Aspecto morfológico da superfície do esmalte na região de fratura após o ensaio de cisalhamento utilizando o sistema adesivo Heliobond (20x). Os pontos claros mostram resíduos de adesivo sobre a superfície do esmalte (seta).

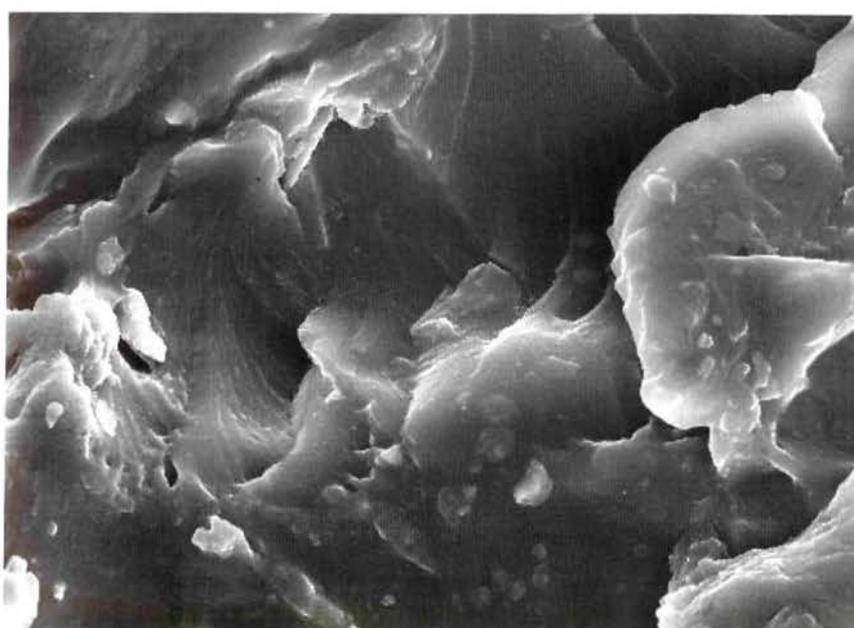


Figura 14 - Aspecto morfológico da região de fratura (seta, Fig. 13) na superfície do esmalte após o ensaio de cisalhamento utilizando o sistema adesivo Heliobond (1000x).

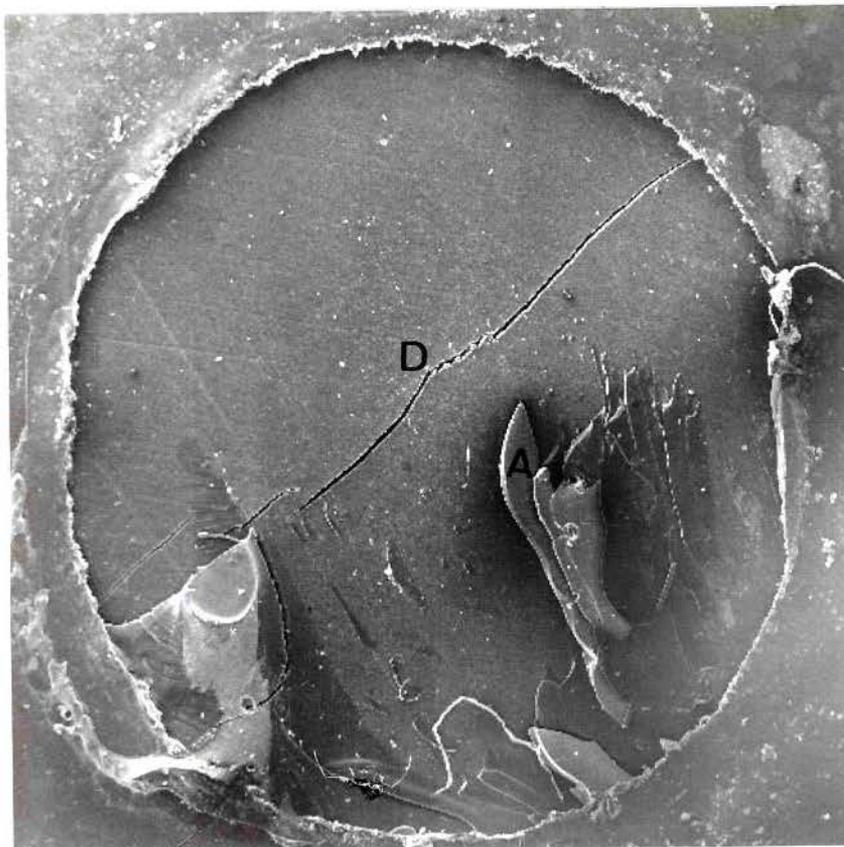


Figura 15 - Aspecto morfológico da superfície da dentina na região de fratura após o ensaio de cisalhamento utilizando o sistema adesivo Optibond (20x). Notar resíduos de adesivo (A) aderido na superfície dentinária (D).

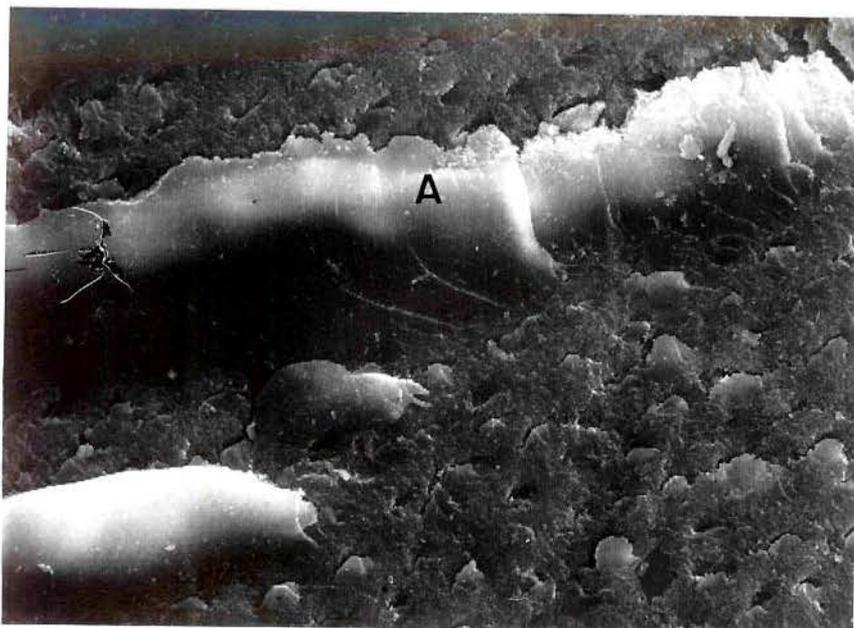


Figura 16 - Aspecto morfológico da superfície da dentina na região de fratura após o ensaio de cisalhamento utilizando o sistema adesivo Optibond (1000x). Na letra A, nota-se restos de adesivo sobre a superfície dentinária. A seta mostra a entrada de um túbulo dentinário preenchida com adesivo.

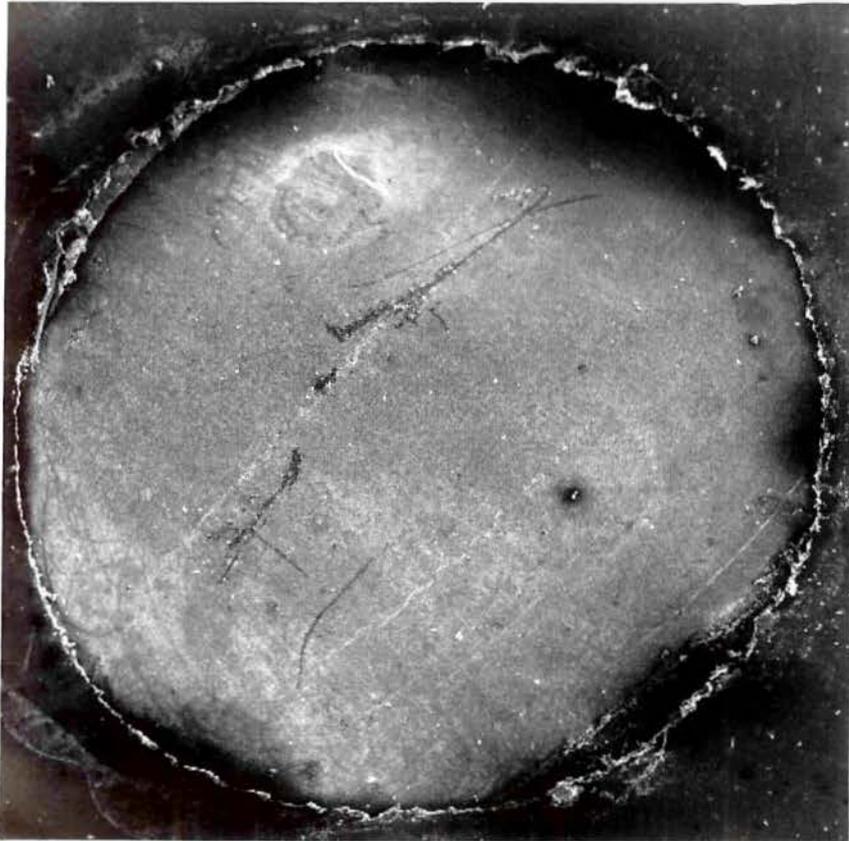


Figura 17 - Aspecto morfológico da superfície da dentina na região de fratura após o ensaio de cisalhamento utilizando o sistema adesivo XR Bonding (20x). Nota-se a superfície dentinária aparentemente livre de restos de adesivo

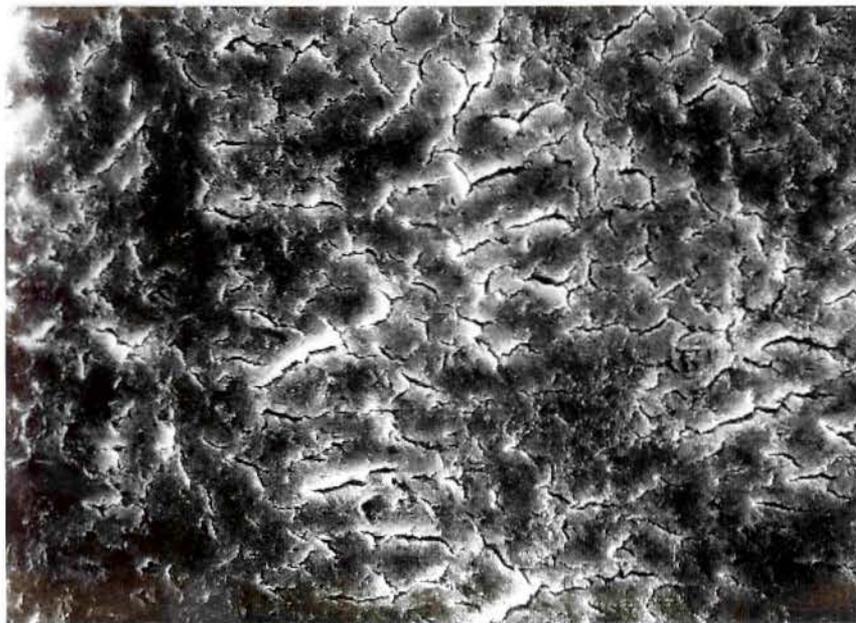


Figura 18 - Aspecto morfológico da superfície da dentina na região de fratura após o ensaio de cisalhamento utilizando o sistema adesivo XR Bonding (1000x). Nota-se sobre toda a superfície dentinária a camada de "smear layer" solubilizada pelo adesivo (as trincas são artefatos de técnica).

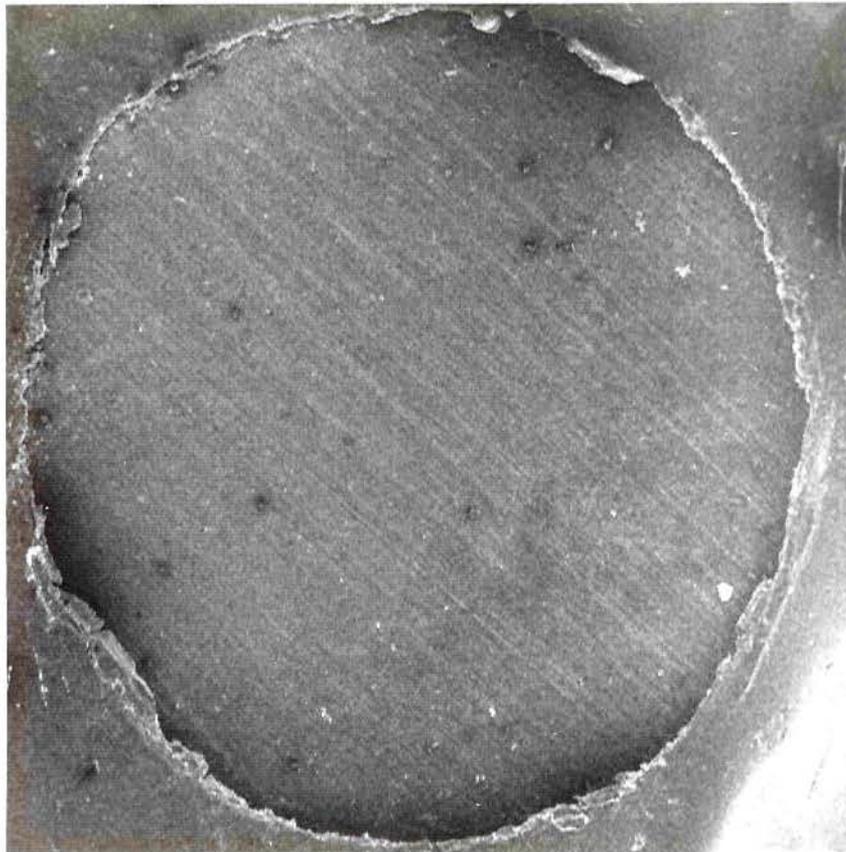


Figura 19 - Aspecto morfológico da superfície da dentina na região de fratura após o ensaio de cisalhamento utilizando o sistema adesivo Heliobond (20x). Notar que a superfície dentinária está aparentemente livre de restos de adesivo.

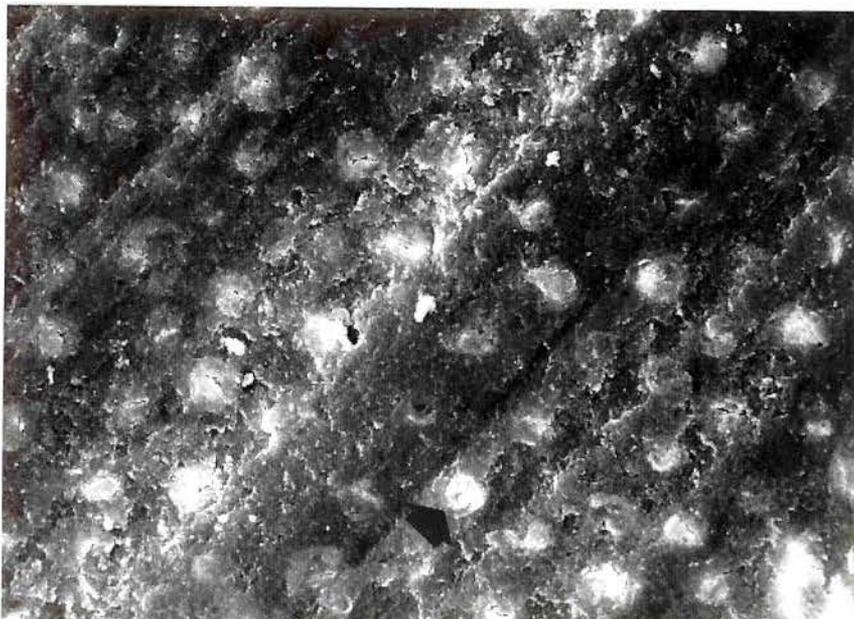


Figura 20 - Aspecto morfológico da superfície da dentina na região de fratura após o ensaio de cisalhamento utilizando o sistema adesivo Heliobond (1000x). Nota-se que a camada de "smear layer" está obliterando a entrada dos túbulos dentinários (seta).

8 - DISCUSSÃO DOS RESULTADOS

8 - DISCUSSÃO DOS RESULTADOS

A capacidade de estabelecer uma efetiva e permanente adesão aos tecidos dentais tem sido o objetivo principal da Odontologia Restauradora. A união do material restaurador polimérico às estruturas dentais através do condicionamento ácido eliminaria o procedimento técnico de remoção de tecido sadio, normalmente utilizado para criar formas de retenção na cavidade. Além disso, a efetiva união implica em íntimo contato entre o dente e a restauração, prevenindo a penetração de bactérias e fluídos bucais, eliminando assim, o risco de cáries secundárias e infiltração marginal ³⁹.

Na superfície do esmalte, a união se baseia no conceito introduzido por Buonocore ¹² em 1955, que consistia no condicionamento com ácido ortofosfórico a 85% por 1 minuto antes da aplicação da resina restauradora. Tradicionalmente, o tratamento com ácido fosfórico a 30%, durante 1 minuto, expõe a estrutura prismática seletivamente dissolvida na região central ou periférica, promovendo assim, uma rugosidade superficial ⁴⁶. Dessa forma, a superfície condicionada apresenta uma alta energia superficial que facilita a penetração e escoamento de uma resina fluida, que pode ser polimerizada no interior dos prismas de esmalte e produzir retenção mecânica ^{46, 22, 02, 03}. Além disso, juntamente com o imbricamento mecânico, formado pelos prolongamentos resinosos, existe uma outra união mecânica e/ou química do adesivo com a estrutura do esmalte condicionado, no interior do prisma de esmalte ^{48, 33}.

Os primeiros agentes resinosos usados para criar a união mecânica com o esmalte dental, após o condicionamento ácido, foram essencialmente resinas fluidas a base de bisfenol-A glicidil metacrilato (BIS-GMA). A aplicação da resina fluida, com o auxílio de um pincel, sobre a superfície do esmalte condicionado e a subsequente aplicação da resina restauradora possibilitaram excelente resistência de união e virtual eliminação da infiltração marginal ^{39, 42}.

Neste estudo, o produto Heliobond foi utilizado como um exemplar dos primeiros agentes resinosos usados sobre esmalte condicionado por ácido. Composto principalmente por BIS-GMA (60%) e PEG-DMA (40%), o Heliobond foi aplicado sobre o esmalte condicionado com ácido fosfórico a 37%, durante 1 minuto, conforme as instruções do fabricante, seguido pela inserção da resina restauradora Heliomolar. O valor médio de resistência de união ao cisalhamento gerado foi 5,12 MPa e a fotomicrografia da área fraturada mostrou falhas de união do tipo coesiva do agente de união no interior do esmalte (tabela 16 e figuras 13 e 14). Essas características são indicativas da efetividade da união

mecânica produzida pela resina fluida na interface esmalte dental-resina restauradora, cujo desempenho clínico já está estabelecido ⁴⁰.

Entretanto, os novos sistemas adesivos indicados para uso simultâneo sobre esmalte e dentina, têm mostrado valores de resistência à união que são equivalentes ou excedem os valores gerados pelos sistemas a base de BIS-GMA ⁹⁴.

A tabela 16 apresenta os valores de resistência de união ao cisalhamento das mais novas gerações de sistemas adesivos. Os valores médios variam de 6,23 MPa a 14,22 MPa. A variação no valor médio de resistência à união é ascendente e na direção dos sistemas adesivos mais recentes. Isso é demonstrado na tabela 16 e figura 7, que caracterizam o comportamento das diversas gerações de sistemas adesivos. O produto Optibond apresentou valor médio (14,22 MPa) estatisticamente superior ao nível de 5% de probabilidade em relação aos produtos Scotchbond Multi-Purpose (10,50 MPa), All Bond 2 (10,45 MPa) e Syntac (10,43 MPa) que não apresentaram diferença significativa entre si ($p < 0,05$). Os produtos Pro-Bond (8,11 MPa), Multi Bond Alpha (8,00 MPa), Denthesive II (7,90 MPa) e XR Bonding (7,38 MPa), não apresentaram valores estatisticamente diferentes entre si, mas foram estatisticamente inferiores àqueles relatados acima. Já, os valores médios apresentados pelos produtos Scotchbond 2 (6,25 MPa) e Prisma Universal Bond 3 (6,23 MPa), foram inferiores estatisticamente aos demais produtos, embora sem apresentar diferença estatística entre si ($p > 0,05$).

Essa variação nos valores de resistência de união ao cisalhamento parece em parte relacionado ao tipo, concentração e tempo de aplicação do agente ácido condicionador. Na tabela 2 estão discriminados o tipo e a concentração do agente ácido, bem como, a composição básica utilizada em cada sistema adesivo. O tempo de aplicação do condicionador ácido seguiu a recomendação do fabricante. Assim, os produtos comercializados pela companhia Kerr (Optibond e XR Bonding) utilizaram ácido fosfórico a 37,5%, durante 30 segundos. Para a utilização dos produtos Scotchbond Multi-Purpose e Scotchbond 2, comercializados pela companhia 3M, o esmalte foi condicionado, respectivamente, com ácido maleico a 10% e ácido fosfórico a 35%, durante 15 segundos. Para os produtos Pro-Bond e Prisma Universal Bond 3 (Caulk/Dentsply) e Denthesive II (Kulzer), o esmalte foi condicionado com ácido fosfórico a 37% durante 60 segundos. No caso dos produtos Syntac e Heliobond (Vivadent) foi usado o ácido fosfórico a 37% com tempo de aplicação reduzido para 30 segundos. Já, para os produtos Multi Bond Alpha (DFL) e All Bond 2 (Bisco), o ácido fosfórico foi usado na concentração de 10% e tempo de aplicação de 20 e 15 segundos, respectivamente.

De acordo com Barkmeier et al.⁰⁷ e De Goes¹⁶, a redução do tempo de aplicação do ácido fosfórico a 35% ou 37% para 15 segundos não produziu efeito significativo na resistência ao cisalhamento em relação ao tempo de 60 segundos. Gwinnet & Kanca²¹ e Aasen & Ario⁰¹ afirmam também, que o uso de agentes ácidos como o ácido fosfórico a 10%, ácido maleico a 10% e ácido nítrico a 2,5%, condicionam o esmalte dental de forma semelhante ao ácido fosfórico, tradicionalmente usado a 37%. Entretanto, outros estudos mostraram que a utilização de ácidos condicionadores em concentrações menores sobre o esmalte, proporcionaram uma considerável redução na resistência de união^{56, 51}. A análise em microscopia eletrônica de varredura feita por Barkmeier et al.⁰⁷ e De Goes¹⁶, revelou que o aspecto morfológico da superfície do esmalte condicionado com ácido fosfórico a 37%, 35% ou 10%, tem as mesmas características. No entanto, o aspecto topográfico da superfície do esmalte condicionado durante 15 segundos foi mais uniforme e regular, em relação a aparência morfológica observada após 60 segundos de condicionamento, cujas depressões na região central dos prismas de esmalte aparentam menor profundidade. Entretanto, De Goes¹⁶ demonstrou que o condicionamento com ácido maleico, durante 15 segundos, promoveu uma alteração morfológica indefinida e mais suave, em relação ao padrão morfológico alcançado com 60 segundos de condicionamento, que foi similar àquele apresentado pelo ácido fosfórico e caracterizado como tipo I, de acordo com Silverstone⁴⁷. Apesar disso, Hallet et al.²³, verificaram em seu estudo que não houve diferença estatisticamente significativa na resistência de união ao cisalhamento quando o esmalte foi condicionado com ácido fosfórico a 35% ou maleico a 10%, durante 15 segundos. Já, Triolo Jr. et al.⁵⁶ e Swift Jr. & Cloe⁵¹, verificaram que a resistência ao cisalhamento foi estatisticamente inferior quando o ácido maleico a 10% foi usado como condicionador do esmalte, quando comparado com o ácido fosfórico a 35%, pelo período de 15 segundos.

Essa controvérsia talvez seja explicada por Bertolotti⁰⁸ que relatou que a escolha do condicionador ácido deve basear-se na sua constante de dissociação (pKa). Assim, segundo o autor, o ácido maleico é considerado mais forte (pKa = 1,8) do que o ácido fosfórico (pKa = 2,1). No entanto, De Goes¹⁶ relatou que o ácido maleico é um ácido orgânico com alto peso molecular quando comparado com o ácido fosfórico, e conseqüentemente, tem maior dificuldade de ligar o grupamento carboxilato à estrutura do esmalte. Assim, a cinética da reação é mais lenta e seria necessário aumentar o tempo de condicionamento para se obter um padrão de descalcificação semelhante àquele obtido com o ácido fosfórico.

Estes aspectos contraditórios também são citados por Barkmeier et al.⁰⁶ que verificaram que os valores de resistência de união ao cisalhamento após condicionamento ácido a 37%, durante 15 ou 60 segundos, foram semelhantes aos valores obtidos após condicionamento com uma solução a 5% durante 15 segundos, embora, a respectiva observação em microscopia eletrônica de varredura tenha mostrado padrões bem diferentes. Entretanto, o fato dos agentes condicionadores produzirem padrões diferentes de descalcificação do esmalte, de acordo com o tipo, concentração e tempo de aplicação, parece não ser o fator crítico na determinação da resistência de união ao cisalhamento. Assim, o aumento nos valores médios de resistência ao cisalhamento apresentados na tabela 16 e figura 7, parece estar relacionado com a baixa viscosidade dos monômeros utilizados na composição dos sistemas adesivos. A presença de monômeros hidrofílicos de baixo peso molecular, grupamentos fosfonados e o uso de acetona e/ou etanol como veículo melhoraram a capacidade de umedecimento e penetração do adesivo sobre a superfície do esmalte. Estes fatores parecem ser primordiais para uma boa ancoragem do adesivo^{03, 17}. Além disso, a adição de monômeros que contém grupos hidrofóbicos e hidrofílicos aumentam a estabilidade da união na superfície do esmalte. A resina fluida penetra em toda extensão e profundidade da região condicionada pelo ácido e se difunde no tecido interprismático do esmalte. Análises químicas da interface mostraram que a região final do prolongamento resinoso está impregnada de material interprismático, formando um novo material constituído parte por dente e parte resina, chamado também de camada híbrida³³.

Assim, apesar dos maiores valores de resistência ao cisalhamento gerados pelos novos sistemas adesivos quando comparados com o produto Heliobond, o aspecto fotomicrográfico da fratura na região de união mostrou ser sempre de natureza coesiva da resina no interior dos prismas de esmalte (figuras 9 e 11). Esta característica morfológica é semelhante ao aspecto observado na região de fratura das amostras confeccionadas com o produto Heliobond (figura 13). Isto significa dizer que a resistência à união dos novos sistemas adesivos excedeu o valor médio estimado requerido para resistir as forças de contração da resina composta.

A união micromecânica dos materiais restauradores resinosos à superfície do esmalte tem sido uma forma segura e facilmente realizável na odontologia restauradora moderna. Entretanto, a união ao tecido dentinário tem se mostrado mais difícil. A maior dificuldade na obtenção da união das resinas à dentina é creditada a complexa estrutura histológica e a variável composição da dentina. Enquanto o esmalte é composto por 86% de hidroxiapatita, por volume, a dentina é formada em média por 70% de material inorgânico.

Além disso, o arranjo regular dos cristais de hidroxiapatita no esmalte, contrastam com a hidroxiapatita na dentina que é aleatoriamente arrumada na matriz orgânica composta principalmente de colágeno ²⁹.

Assim, a efetiva união mecânica alcançada após o condicionamento com ácido fosfórico sobre esmalte não se repetiu quando o mesmo procedimento foi utilizado sobre dentina ^{19, 45, 54}. Neste estudo, a utilização de um agente de união convencional, como o Heliobond, resultou numa baixa resistência à união entre a resina restauradora e a dentina (1,4 MPa). As fotomicrografias apresentadas nas figuras 19 e 20 ilustram as características da falha adesiva ocorrida na interface resina restauradora/dentina, onde o Heliobond foi usado como adesivo. Na figura 19, não aparece nenhum resíduo de resina aderida a superfície da dentina e, na figura 20, pode-se observar a camada de "smear layer" que permaneceu intacta e obliterando a entrada dos túbulos dentinários.

Apesar disso e das referências a respeito de possíveis efeitos do ácido fosfórico sobre a polpa ^{41, 43, 49}, houve um direcionamento das pesquisas para o desenvolvimento de sistemas que tivessem união química com o tecido dentinário. O resultado foi a "primeira e segunda geração" de sistemas adesivos, onde moléculas orgânicas di ou multifuncionais que continham grupos reativos interagem com a dentina e com o monômero da resina restauradora. No entanto, estes sistemas não obtiveram sucesso nas situações clínicas ^{44, 57}.

Na terceira geração dos sistemas adesivos, houve a inclusão de um agente condicionador ("primer"), cuja função era modificar ou remover a "smear layer" e subseqüentemente interagir com a superfície da dentina. Posteriormente o agente adesivo era aplicado sobre a dentina modificada para produzir a união com a resina restauradora.

A tabela 17 e a figura 8 mostram que os valores médios de resistência ao cisalhamento dos agentes adesivos Denthesive II, Syntac, Pro-Bond, Prisma Universal Bond 3, XR Bonding, Scotchbond 2 e Multi Bond Alpha, pertencentes ao grupo da "terceira geração" (excessão feita ao Multi Bond Alpha, que é de "quarta geração"), foram superiores estatisticamente ao valor obtido pelo agente de união convencional (Heliobond), mas não diferiram estatisticamente entre si ($p < 0,05$).

Nestes sistemas, o condicionamento da dentina com agentes ácidos não é indicado por nenhum dos fabricantes. A superfície da dentina é condicionada apenas pelo "primer". No caso do sistema Scotchbond 2, o "primer" é formado por uma solução aquosa do ácido maleico e HEMA. Esse agente solubiliza e dissolve a camada de "smear layer" para que o adesivo (BIS-GMA + HEMA) possa se infiltrar e seja polimerizado. Este sistema

apresentou 3,39 MPa de resistência ao cisalhamento. O XR Bonding utiliza um éster dimetacrilato fosfonado para condicionar a dentina. De acordo com Barkmeier & Cooley ⁰⁴, o uso desse "primer" modificou ou essencialmente removeu a camada de "smear layer". Contrariamente a observação, este estudo mostra através da microscopia eletrônica de varredura, na figura 18, que a camada de "smear layer" foi modificada e solubilizada, mas permaneceu aderida sobre a dentina. O valor de resistência à união foi de 3,45 MPa. O produto Denthesive II utiliza um derivado do HEMA juntamente com um éster do ácido maleico. O valor médio de resistência à união foi 4,30 MPa.

Outros sistemas que utilizam grupos fosfonados são o Prisma Universal Bond 3 e o Pro-Bond, que também incorporaram glutaraldeído no agente adesivo. Esse sistema é indicado para unir-se aos componentes orgânicos e inorgânicos da dentina. O "primer" contém o PENTA em solução de etanol com HEMA. O sistema Pro-Bond difere do Prisma Universal Bond 3 apenas na concentração do etanol. Por isso, os valores de resistência à união entre os dois produtos não apresentaram diferença estatisticamente significativa.

O sistema Multi Bond Alpha utiliza no "primer" o NTG-GMA, um comonômero para ativar a superfície e promover a união entre a dentina e o material restaurador por quelação do cálcio ⁰⁹. Além disso, o outro componente é formado por grupamentos fosfonados. No entanto, o valor de resistência à união permaneceu nos níveis dos demais sistemas desse grupo (3,38 MPa). O Syntac utiliza além de monômeros com radicais acrilatos, o ácido maleico na concentração de 4% com o intuito de remover parcialmente a camada de "smear layer" e permitir maior interação do adesivo (PEG-DMA) com o cálcio da dentina. Além disso, a alta concentração de glutaraldeído (50%) tem a finalidade de unir-se aos componentes orgânicos. O valor médio de resistência de união ao cisalhamento desse sistema foi numericamente superior aos demais sistemas desse grupo (4,29 MPa). Os sistemas adesivos de terceira geração não eliminam completamente a infiltração marginal, mas estudos clínicos com 3 anos de avaliação do Scotchbond 2 em áreas cervicais demonstraram considerável melhora no desempenho clínico (retenção e integridade marginal) ²⁴.

Os produtos All Bond 2, Scotchbond Multi-Purpose e Optibond, usados neste estudo, são considerados sistemas adesivos universais recomendados para proporcionarem união ao esmalte, dentina, porcelana, metal e amálgama de prata. O fator comum entre esses sistemas está na presença de monômeros hidrofílicos tanto no "primer" como no agente de união. Além disso, o condicionador ácido (ácido fosfórico a 10% e 37,5% e ácido maleico a 10%) é indicado para ser aplicado ao mesmo tempo na superfície

do esmalte e dentina, durante 15 ou 30 segundos, para simplificar o procedimento técnico, segundo o fabricante de cada produto.

Assim, apesar dos produtos All Bond 2, Scotchbond Multi-Purpose e Optibond apresentarem diferentes tipos e concentrações no agente condicionador, "primer" e agente de união, o mecanismo e a resistência de união são similares. O condicionador ácido remove a "smear layer", abre os túbulos dentinários e descalcifica a dentina intertubular e peritubular ^{58, 38, 16}. Em seguida, é aplicado o "primer" contendo monômeros hidrofílicos, que umedece e penetra na rede colágena. Além disso, aumenta a energia superficial da dentina que permite a penetração do agente de união na região desmineralizada da dentina, copolimerizando com o "primer" e formando uma camada que envolve a mistura de colágeno e resina, denominada "camada híbrida", por Nakabayashi ^{31, 32, 33} e relatada também por Van Meerbeek et al. ⁵⁸ e Perdigão et al. ³⁸.

Perdigão & Swift ³⁶, demonstraram através da microscopia eletrônica de varredura, que os novos sistemas adesivos de dentina (All Bond 2, Scotchbond Multi-Purpose e Optibond) formam uma camada de resina infiltrada na zona desmineralizada da dentina (camada híbrida) e são capazes de penetrar e formar prolongamentos resinosos na região intratubular da dentina, principalmente, quando a superfície da dentina está umedecida. Neste estudo, os valores de resistência ao cisalhamento do All Bond 2, Scotchbond Multi-Purpose e Optibond foram 5,39 MPa, 6,06 MPa e 6,17 MPa, respectivamente (tabela 17, figura 8), e não apresentaram diferença estatisticamente significativa entre si ($p > 0,05$), apesar da superfície da dentina receber um suave jato de ar após a remoção do gel ácido condicionador com a água.

Gwinnett & Kanca ²¹ e Suh ⁵⁰ sugerem que sistemas adesivos que utilizam a acetona como veículo (All Bond 2) são capazes de formar forte união quando usados sobre dentina úmida. De acordo com esses autores, a acetona facilita a penetração do monômero no interior da dentina umedecida. Neste estudo, após o condicionamento ácido, a dentina foi lavada e submetida a um suave jato de ar. Este procedimento de secagem foi repetido após a aplicação do "primer" e do adesivo. Dessa forma, este procedimento pode ter contribuído com o desmoronamento do colágeno após o condicionamento ácido e, durante a aplicação do "primer", a secagem pode ter ocasionado a volatilização prematura da acetona, dificultando assim, a penetração do adesivo para o interior dos microporos do tecido dentinário. Isto pode explicar o fato do sistema All Bond 2 ter apresentado valor de resistência ao cisalhamento inferior numericamente quando comparado com os sistemas Scotchbond Multi-Purpose e Optibond, neste estudo. Charlton & Beatty ¹⁵, no entanto, não

verificaram diferença significativa na resistência de união quando compararam os sistemas Scotchbond Multi-Purpose e Optibond sobre a superfície da dentina umedecida ou seca. Estes sistemas não contém acetona no "primer", mas os autores acreditam que a natureza hidrofílica de seus "primers" seja suficiente para promover a adequada penetração do monômero na região desmineralizada da dentina para promover a retenção micromecânica.

As figuras 15 e 16 mostram as características da efetividade das microretenções mecânicas na superfície da dentina com os novos sistemas adesivos. As ilustrações feitas em M.E.V. indicam que os altos valores de resistência de união ao cisalhamento estão relacionados com as falhas coesivas na resina restauradora ou na camada do agente de união junto à dentina (figuras 15 e 16). Pode-se especular que a superfície da dentina foi desmineralizada pelos condicionadores ácidos e a superfície foi infiltrada pela resina fluída (agente de união) para formar a denominada camada híbrida. Daí, a conclusão de que a obtenção de altos valores de resistência de união à dentina ou a interconecção entre a camada híbrida e a base dentinária pode ser um fator indicativo da efetividade dessa união, de tal forma, que são equivalentes aos valores obtidos na superfície do esmalte com o adesivo convencional, já estabelecidos como valores suficientes para resistir a contração de polimerização das resinas restauradoras.

Entretanto as mensurações da resistência de união é somente um dos parâmetros usados para avaliar a eficiência dos sistemas adesivos e pode ser relativamente incorretos se as variações e limitações forem negligenciadas. Assim, os valores de resistência à união dependem, por exemplo, do tipo e detalhes do método de ensaio, tipo e qualidade da dentina, condições de armazenagem dos dentes, além da qualidade do material e a forma de manipulação. Estes fatores podem ter influência significativa nos valores resultantes de resistência de união ^{34,35}.

Neste estudo, o tipo e os detalhes do método de ensaio podem ter sido responsáveis pela inferioridade no valor mínimo desejável de resistência ao cisalhamento para resistir as forças de contração de polimerização da resina (5,12 MPa) em relação ao valor de 17 MPa, indicado por Munksgaard & Asmussen ³⁰. Na metodologia deste trabalho, foi utilizada uma fita metálica de 5 mm de largura para envolver completamente a extensão do cilindro de resina composta (5mm de altura) aderido a superfície do substrato (esmalte ou dentina) para produzir o esforço de cisalhamento sem provocar momento fletor. Portanto, diferente do cinzel de borda cortante usados na maioria dos estudos ^{23, 25, 14, 05, 55}.

A observação da região fraturada através da microscopia eletrônica de varredura pode ajudar e indicar a natureza da falha na adesão. Se a falha é de natureza

adesiva (localizada na interface de união do material restaurador com a superfície da dentina ou esmalte), conforme mostra a figura 20, é provável que as propriedades de umedecimento do material ou a reação química foi insuficiente para produzir união. Caso a falha seja coesiva (a fratura ocorre no material adesivo junto à interface do esmalte ou dentina), conforme as ilustrações das figuras 10, 12, 14 e 16, pode-se dizer que a propriedade física do material tem limitada resistência de união no modelo usado no ensaio.

Dessa forma, as observações fotomicroscópicas feitas neste estudo, estão em consonância com os outros trabalhos ^{52, 17, 18} e apesar dos valores de resistência de união serem inferiores aos encontrados na literatura ^{11, 50, 55, 05, 25, 37, 14, 28}, existe uma proporcionalidade percentual entre os valores obtidos para as superfícies do esmalte e dentina. Isto permite supor que os valores médios de resistência ao cisalhamento obtidos para os sistemas adesivos modernos (All Bond 2, Scotchbond Multi-Purpose e Optibond) na superfície da dentina são equivalentes ao valor obtido no esmalte pelo adesivo convencional, mas, se aplicados somente na superfície do esmalte, excedem o valor indicado para compensar a contração de polimerização da resina.

9 - CONCLUSÃO

9 - CONCLUSÃO

Com base nos resultados obtidos, podemos concluir que:

1- Na superfície do esmalte, o sistema adesivo Optibond apresentou valor médio de resistência ao cisalhamento estatisticamente superior ao nível de 5% de significância em relação aos produtos Scotchbond Multi-Purpose, All Bond 2 e Syntac, que não apresentaram diferença significativa entre si.

2- Os produtos Pro-Bond, Multi Bond Alpha, Denthesive II e XR Bonding não apresentaram valores de resistência ao cisalhamento estatisticamente diferentes entre si ($p>0,05$), mas foram estatisticamente inferiores aos sistemas Optibond, Scotchbond Multi-Purpose, All Bond 2 e Syntac.

3- Os valores médios de resistência de união ao cisalhamento obtidos para os sistemas Scotchbond 2 e Prisma Universal Bond 3 não apresentaram diferença estatisticamente significativa entre si ($p<0,05$), mas foram inferiores aos demais produtos, exceto em relação ao XR Bonding, que teve valor médio igual.

4- O sistema de união convencional (Heliobond) apresentou valor médio de resistência ao cisalhamento inferior estatisticamente a todos os sistemas adesivos modernos.

5- As eletrofotomicrografias feitas na região de fratura em esmalte, após o ensaio de cisalhamento, mostraram que para todos os sistemas adesivos avaliados, a fratura foi sempre de natureza coesiva no adesivo.

6- Na superfície da dentina, os valores de resistência ao cisalhamento dos produtos Denthesive II, Syntac, Pro-Bond, Prisma Universal Bond 3, XR Bonding, Scotchbond 2 e Multi Bond Alpha, foram estatisticamente superiores ao valor obtido pelo agente de união convencional Heliobond, mas não diferiram estatisticamente entre si ($p>0,05$).

7- Os valores de resistência ao cisalhamento dos sistemas All Bond 2, Scotchbond Multi Purpose e Optibond não apresentaram diferença estatisticamente significativa entre si. O Produto All Bond 2 não apresentou diferença estatisticamente significativa em relação aos produtos Denthesive II, Syntac e Pro-Bond. No entanto, o Optibond e o Scotchbond Multi-Purpose apresentaram diferença estatisticamente superior em relação aos demais produtos.

8- As eletrofotomicrografias mostraram que para os materiais adesivos Optibond, Scotchbond Multi-Purpose e All Bond 2, a fratura ocorreu junto à interface da dentina (falha coesiva).

9- Para os demais sistemas, a falha ocorreu na interface de união do material com a superfície da dentina (natureza adesiva).

10 - APÊNDICE

10 - APÊNDICE

Tabela 4 - Valores individuais e médias da resistência ao cisalhamento para o produto Scotchbond Multi-Purpose sobre esmalte e dentina (MPa).

Esmalte	Substrato		Média
	Média	Dentina	
9,5648		5,8800	
11,5248		6,6640	
11,4464		6,6640	
8,9376	10,4958	5,5664	6,0601
9,3296		5,7528	
11,9952		6,3504	
8,6240		6,8208	
12,5440		4,7824	

Tabela 5 - Valores individuais e médias da resistência ao cisalhamento para o produto Optibond sobre esmalte e dentina (MPa).

Esmalte	Substrato		Média
	Média	Dentina	
14,1120		6,8208	
15,8368		5,0960	
17,0128		5,4096	
13,4848	14,2198	6,9776	6,174
13,0928		7,2912	
12,9360		5,4096	
14,5040		6,1152	
12,7792		6,2720	

Tabela 6 - Valores individuais e médias da resistência ao cisalhamento para o produto XR Bonding sobre esmalte e dentina (MPa).

Esmalte	Substrato		Média
	Média	Dentina	
7,4480		3,9984	
7,2128		2,9008	
6,8208		3,6064	
7,9184	7,3794	3,3712	3,4496
7,7616		3,0576	
7,0560		2,9792	
6,7424		4,1552	
8,0752		3,5280	

Tabela 7 - Valores individuais e médias da resistência ao cisalhamento para o produto Scotchbond 2 sobre esmalte e dentina (MPa).

Esmalte	Substrato		Média
	Média	Dentina	
6,7424		3,6064	
6,1152		3,2928	
6,8284		3,0576	
5,8800	6,25335	3,9200	3,3908
5,6448		2,7440	
5,4096		3,2928	
6,8982		3,0576	
6,5072		4,1552	

Tabela 8 - Valores individuais e médias da resistência ao cisalhamento para o produto Prisma Universal Bond 3 sobre esmalte e dentina (MPa).

Esmalte	Substrato		Média
	Média	Dentina	
6,2720		2,9000	
6,1152		4,0700	
6,1936		3,5200	
6,4288	6,2328	3,0500	3,59305
6,1152		4,1500	
7,4480		2,7440	
5,4096		4,3904	
5,8800		3,9200	

Tabela 9 - Valores individuais e médias da resistência ao cisalhamento para o produto Dentesive II sobre esmalte e dentina (MPa).

Esmalte	Substrato		Média
	Média	Dentina	
7,9968		4,0768	
8,8592		4,7040	
7,2912		4,3120	
6,8208	7,8988	4,8608	3,7926
8,2320		3,5280	
7,9184		5,2528	
9,6432		3,2144	
6,4288		4,4688	

Tabela 10 - Valores individuais e médias da resistência ao cisalhamento para o produto Heliobond sobre esmalte e dentina (MPa).

Esmalte	Substrato		Média
	Média	Dentina	
4,8608		1,2544	
4,7040		1,1760	
4,5472		1,3328	
5,6448	5,1254	1,6464	1,4014
5,4880		1,0976	
6,0368		1,7248	
4,1552		0,7840	
5,5664		2,1952	

Tabela 11 - Valores individuais e médias da resistência ao cisalhamento para o produto Multi Bond Alpha sobre esmalte e dentina (MPa).

Esmalte	Substrato		Média
	Média	Dentina	
8,7024		3,1360	
8,0752		3,9200	
9,7216		3,2928	
6,8208	8,0066	2,9008	3,3810
6,5856		2,7440	
8,3104		4,3120	
8,9376		2,5088	
6,8992		4,2336	

Tabela 12 - Valores individuais e médias da resistência ao cisalhamento para o produto All Bond 2 sobre esmalte e dentina (MPa).

Esmalte	Substrato		Média
	Média	Dentina	
10,9760	10,4468	4,9392	5,3900
7,9968		6,2720	
9,4080		5,8800	
10,7408		5,2528	
12,8576		3,9984	
11,2112		4,6256	
8,3104		5,8016	
12,0736		6,3504	

Tabela 13 - Valores individuais e médias da resistência ao cisalhamento para o produto Syntac sobre esmalte e dentina (MPa).

Esmalte	Substrato		Média
	Média	Dentina	
10,3488	10,4272	4,4688	4,2924
9,9568		4,7040	
11,3680		4,8608	
12,7792		4,3120	
10,3488		3,7632	
9,6432		3,3712	
7,9184		3,8416	
11,0544		5,0176	

Tabela 14 - Valores individuais e médias da resistência ao cisalhamento para o produto Pro-Bond sobre esmalte e dentina (MPa).

	Substrato		Média
	Esmalte	Dentina	
	8,4672	3,6848	
	7,4480	3,9200	
	7,6048	3,0576	
	9,2512	4,7040	4,0474
	6,9776	4,1552	
	9,4080	4,7824	
	6,7424	3,5280	
	9,0160	4,5472	

Tabela 15 - Análise de variância para os valores de resistência ao cisalhamento obtidos na união das superfícies do esmalte e dentina com os sistemas restauradores.

Causas da variação	G.L.	S.Q.	Q.M.	Valor F	Prob.>F
Material (Mat.)	10	597,7461825	59,7746183	69,0605	0,00001
Substrat (Sub.)	1	877,3151996	877,3151996	1013,6040	0,00001
Mat.xSub.	10	94,5386837	9,4538684	10,9225	0,00001
Resíduo	154	133,2932197	0,8655404		
Total	175	1702,8932856			

Média geral = 6,367377

Coefficiente de variação = 14,611%

 * SANEST - SISTEMA DE ANALISE ESTATISTICA *
 * Autores: Elio Paulo Zonta - Amauri Almeida Machado *
 * Instituto Agronomico de Campinas - I A C *
 * ANALISE DA VARIAVEL TESE - ARQUIVO: MACSESE *

CODIGO DO PROJETO: TESE

RESPONSAVEL: MARIO SINHORETI

DELINEAMENTO EXPERIMENTAL: SISTEMAS ADESIVOS

OBSERVACOES NAO TRANSFORMADAS

NOME DOS FATORES

FATOR NOME

A MATERIAL

B SUBSTRAT

QUADRO DA ANALISE DE VARIANCIA

CAUSAS DA VARIACAO	G.L.	S.Q.	Q.M.	VALOR F	PROB. >F
MATERIAL	10	597.7461825	59.7746183	69.0605	0.00001
SUBSTRAT	1	877.3151996	877.3151996	1013.6040	0.00001
MAT*SUB	10	94.5386837	9.4538684	10.9225	0.00001
RESIDUO	154	133.2932197	0.8655404		
TOTAL	175	1702.8932856			

MEDIA GERAL = 6.367377

COEFICIENTE DE VARIACAO = 14.611 %

TESTE DE TUKEY PARA MEDIAS DE MATERIAL

NUM.ORDEN	NUM.TRAT.	NOME	NUM.REPET.	MEDIAS	MEDIAS ORIGINAIS	5%	1%
1	2	OPTIBOND	16	10.196899	10.196899	a	A
2	1	SBMU	16	8.277950	8.277950	b	B
3	9	ALLBOND2	16	7.918400	7.918400	b	B
4	10	SYNTAC	16	7.359799	7.359799	b	B
5	6	DENTHESI	16	6.100500	6.100500	c	C
6	11	PROBOND	16	6.080900	6.080900	c	C
7	8	MULTIBON	16	5.693800	5.693800	cd	CD
8	3	XRBOND	16	5.414500	5.414500	cd	CD
9	5	PUB3	16	4.912925	4.912925	d	CD
10	4	SCOTCH2	16	4.822075	4.822075	d	D
11	7	HELIOBON	16	3.263400	3.263400	e	E

MEDIAS SEGUIDAS POR LETRAS DISTINTAS DIFEREM ENTRE SI AO NIVEL DE SIGNIFICANCIA INDICADO
 D.M.S. 5% = 1.07208 - D.M.S. 1% = 1.23945

TESTE DE TUKEY PARA MEDIAS DE MATERIAL
DENTRO DE ESMALTE DO FATOR SUBSTRAT

99

NUM.ORDEN	NUM.TRAT.	NOME	NUM.REPET.	MEDIAS	MEDIAS ORIGINAIS	5%	1%
1	2	OPTIBOND	8	14.219799	14.219799	a	A
2	1	SBMU	8	10.495800	10.495800	b	B
3	9	ALLBOND2	8	10.446800	10.446800	b	B
4	10	SYNTAC	8	10.427198	10.427198	b	B
5	11	PROBOND	8	8.114401	8.114401	c	C
6	8	MULTIBON	8	8.006600	8.006600	c	C
7	6	DENTHESI	8	7.898799	7.898799	c	CD
8	3	XRBOND	8	7.379400	7.379400	cd	CD
9	4	SCOTCH2	8	6.253350	6.253350	de	DE
10	5	PUB3	8	6.232800	6.232800	de	DE
11	7	HELIOBON	8	5.125400	5.125400	e	E

TESTE DE TUKEY PARA MEDIAS DE MATERIAL
DENTRO DE DENTINA DO FATOR SUBSTRAT

NUM.ORDEN	NUM.TRAT.	NOME	NUM.REPET.	MEDIAS	MEDIAS ORIGINAIS	5%	1%
1	2	OPTIBOND	8	6.174000	6.174000	a	A
2	1	SBMU	8	6.060101	6.060101	a	A
3	9	ALLBOND2	8	5.390000	5.390000	ab	AB
4	6	DENTHESI	8	4.302200	4.302200	bc	BC
5	10	SYNTAC	8	4.292400	4.292400	bc	BC
6	11	PROBOND	8	4.047400	4.047400	bc	BC
7	5	PUB3	8	3.593050	3.593050	c	C
8	3	XRBOND	8	3.449600	3.449600	c	C
9	4	SCOTCH2	8	3.390800	3.390800	c	C
10	8	MULTIBON	8	3.381000	3.381000	c	C
11	7	HELIOBON	8	1.401400	1.401400	d	D

MEDIAS SEGUIDAS POR LETRAS DISTINTAS DIFEREM ENTRE SI AO NIVEL DE SIGNIFICANCIA INDICADO
D.M.S. 5% = 1.51615 - D.M.S. 1% = 1.75285

TESTE DE TUKEY PARA MEDIAS DE SUBSTRAT

NUM.ORDEN	NUM.TRAT.	NOME	NUM.REPET.	MEDIAS	MEDIAS ORIGINAIS	5%	1%
1	1	ESMALTE	88	8.600032	8.600032	a	A
2	2	DENTINA	88	4.134723	4.134723	b	B

MEDIAS SEGUIDAS POR LETRAS DISTINTAS DIFEREM ENTRE SI AO NIVEL DE SIGNIFICANCIA INDICADO
D.M.S. 5% = 0.27668 - D.M.S. 1% = 0.36492

TESTE DE TUKEY PARA MEDIAS DE SUBSTRAT
DENTRO DE SBMU DO FATOR MATERIAL

NUM.ORDEN	NUM.TRAT.	NOME	NUM.REPET.	MEDIAS	MEDIAS ORIGINAIS	5%	1%
1	1	ESMALTE	8	10.495800	10.495800	a	A
2	2	DENTINA	8	6.060101	6.060101	b	B

TESTE DE TUKEY PARA MEDIAS DE SUBSTRAT
DENTRO DE OPTIBOND DO FATOR MATERIAL

NUM.ORDEN	NUM.TRAT.	NOME	NUM.REPET.	MEDIAS	MEDIAS ORIGINAIS	5%	1%
1	1	ESMALTE	8	14.219799	14.219799	a	A
2	2	DENTINA	8	6.174000	6.174000	b	B

TESTE DE TUKEY PARA MEDIAS DE SUBSTRAT
DENTRO DE XRBOND DO FATOR MATERIAL

NUM.ORDEN	NUM.TRAT.	NOME	NUM.REPET.	MEDIAS	MEDIAS ORIGINAIS	5%	1%
1	1	ESMALTE	8	7.379400	7.379400	a	A
2	2	DENTINA	8	3.449600	3.449600	b	B

TESTE DE TUKEY PARA MEDIAS DE SUBSTRAT
DENTRO DE SCOTCH2 DO FATOR MATERIAL

NUM.ORDEN	NUM.TRAT.	NOME	NUM.REPET.	MEDIAS	MEDIAS ORIGINAIS	5%	1%
1	1	ESMALTE	8	6.253350	6.253350	a	A
2	2	DENTINA	8	3.390800	3.390800	b	B

TESTE DE TUKEY PARA MEDIAS DE SUBSTRAT
DENTRO DE PUB3 DO FATOR MATERIAL

NUM.ORDEN	NUM.TRAT.	NOME	NUM.REPET.	MEDIAS	MEDIAS ORIGINAIS	5%	1%
1	1	ESMALTE	8	6.232800	6.232800	a	A
2	2	DENTINA	8	3.593050	3.593050	b	B

TESTE DE TUKEY PARA MEDIAS DE SUBSTRAT
DENTRO DE DENTHESI DO FATOR MATERIAL

NUM.ORDEN	NUM.TRAT.	NOME	NUM.REPET.	MEDIAS	MEDIAS ORIGINAIS	5%	1%
1	1	ESMALTE	8	7.898799	7.898799	a	A
2	2	DENTINA	8	4.302200	4.302200	b	B

TESTE DE TUKEY PARA MEDIAS DE SUBSTRAT
DENTRO DE HELIOBON DO FATOR MATERIAL

NUM.ORDEN	NUM.TRAT.	NOME	NUM.REPET.	MEDIAS	MEDIAS ORIGINAIS	5%	1%
1	1	ESMALTE	8	5.125400	5.125400	a	A
2	2	DENTINA	8	1.401400	1.401400	b	B

TESTE DE TUKEY PARA MEDIAS DE SUBSTRAT
DENTRO DE MULTIBON DO FATOR MATERIAL

NUM.ORDEN	NUM.TRAT.	NOME	NUM.REPET.	MEDIAS	MEDIAS ORIGINAIS	5%	1%
1	1	ESMALTE	8	8.006600	8.006600	a	A
2	2	DENTINA	8	3.381000	3.381000	b	B

TESTE DE TUKEY PARA MEDIAS DE SUBSTRAT
DENTRO DE ALLBOND2 DO FATOR MATERIAL

NUM.ORDEN	NUM.TRAT.	NOME	NUM.REPET.	MEDIAS	MEDIAS ORIGINAIS	5%	1%
1	1	ESMALTE	8	10.446800	10.446800	a	A
2	2	DENTINA	8	5.390000	5.390000	b	B

TESTE DE TUKEY PARA MEDIAS DE SUBSTRAT
DENTRO DE SYNTAC DO FATOR MATERIAL

NUM.ORDEN	NUM.TRAT.	NOME	NUM.REPET.	MEDIAS	MEDIAS ORIGINAIS	5%	1%
1	1	ESMALTE	8	10.427198	10.427198	a	A
2	2	DENTINA	8	4.292400	4.292400	b	B

TESTE DE TUKEY PARA MEDIAS DE SUBSTRAT
DENTRO DE PROBOND DO FATOR MATERIAL

NUM.ORDEN	NUM.TRAT.	NOME	NUM.REPET.	MEDIAS	MEDIAS ORIGINAIS	5%	1%
1	1	ESMALTE	8	8.114401	8.114401	a	A
2	2	DENTINA	8	4.047400	4.047400	b	B

MEDIAS SEGUIDAS POR LETRAS DISTINTAS DIFEREM ENTRE SI AO NIVEL DE SIGNIFICANCIA INDICADO
D.M.S. 5% = 0.91764 - D.M.S. 1% = 1.21032

11 - SUMMARY

11 - SUMMARY

The purpose of this study was to evaluate the shear bond strength from eleven adhesive systems commercially available on enamel and dentin surface, also using, scanning electron microscopy to observe the failure type occurred in tooth/composite interface.

One hundred seventy-six extracted human permanent molar and premolar teeth were mounted in phenolic rings with cold-cure acrylic resin and the facial surfaces were ground wet in a polishing block on a polishing machine on 180 - followed by 400 - grit silicon carbide paper. Adhesive tape with a circular hole, 4 mm in diameter, was placed on the ground enamel and dentin surfaces to delineate the bonding areas. The delineated area was treated with one of following adhesive systems: Scotchbond Multi-Purpose and Scotchbond 2 (3M Dental), Optibond and XR Bonding (Kerr), All Bond 2 (Bisco), Denthesive II (Kulzer), Syntac (Vivadent), Multi Bond Alpha (DFL), Heliobond (Vivadent), Pro-bond and Prisma Universal Bond 3 (Caulk / Dentsply). During the utilisation of each adhesive system, the manufacturer's instructions were followed. The composite resin used was that indicated for each manufacturer to each adhesive system, exception to Multi Bond Alpha and All Bond 2 materials, that used the Z-100 composite resin (3M). Next, each composite resin, was inserted in a split metal mold in three increments. Each increment was compressed firmly and exposed to visible light for 40 seconds. The specimens were stored in distilled water at 37°C for 24 hours and the shear bond strengths were determined by using an Otto Wolpert Werke universal testing machine operated at a cross-head speed of 6 mm/min.. After the failure, representative specimens from each group were examined by scanning electron microscopy.

In enamel, ANOVA and Tukey's test, at 5% significance level, showed that the product Optibond (14,21 MPa) was superior statistically in relation to other products. Next, came the Scotchbond Multi-Purpose (10,49 MPa), All Bond 2 (10,44 MPa) and Syntac (10,42 MPa) that were statistically equal between themselves and superior in relation to the other products. After, came the products Pro-Bond (8,11 MPa), Multi Bond Alpha (8,00 MPa), Denthesive II (7,89 MPa) and XR Bonding (7,37 MPa) that were statistically equal between themselves and superior to the products Scotchbond 2 (6,25 MPa), Prisma Universal Bond 3 (6,23 MPa) and Heliobond (5,12 MPa), that were equal between themselves. The products Xr Bonding, Scotchbond 2 and Prisma Universal Bond 3, were statistically equal between themselves.

In dentin, ANOVA and Tukey's test, at 5% significance level, showed that the

products Optibond (6,17 MPa), Scotchbond Multi-Purpose (6,06 MPa), All Bond 2 (5,39 MPa) were statistically equal between themselves and superior in relation to the other products. Next, came the products Denthesive II (4,30 MPa), Syntac (4,29 MPa), Pro-Bond (4,04 MPa), Prisma Universal Bond 3 (3,59 MPa), XR Bonding (3,44 MPa), Scotchbond 2 (3,39 MPa) and Multi Bond Alpha (3,38 MPa), that were statistically equal between themselves and superior to the product Heliobond (1,40 MPa), that was inferior to all products. The products All Bond 2, Denthesive II, Syntac and Pro-Bond, were statistically equal between themselves.

Electronmicrographs of enamel surfaces showed that the most common failure type was the coesive one in adhesive. Now, in dentin samples, coesive failure occurred in adhesive to "fourth generation" product, and adhesive failure at dentin/composite interface to "third and first generation" products.

Keys-word: Dental adhesives
Dentin
Enamels - Dentistry
Shear - Dental materials

12 - REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

12 - REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS *

01. AASEN, S.M., ARIO, P.D. A comparison of maleic and phosphoric acids. J dent. Res., Washington, v.72, p.137, Mar. 1993. [abstract, 269]
02. ASMUSSEN, E. Penetration of restorative resins into acid etched enamel: I. Acta odont. scand., Oslo, v.35, n.4, p.175-182, 1977.
03. BAIER, R.E. Principles of adhesion. Operative Dent., Seattle, p.01-09, July, 1992. [supplement, 5]
04. BARKMEIER, W.W., COOLEY, R.L. Laboratory evaluation of adhesive systems. Operative Dent., Seattle, p.50-61, July, 1992. [supplement, 5]
05. _____, ERICKSON, R.L. Shear bond strength of a composite to enamel and dentin using Scotchbond Multi-Purpose. Am. J. Dent., San Antonio, v.7, n.3, p.175-179, June, 1994.
06. _____, GWINNETT, A.J., SHAFFER, S.E. Effects of reduced acid concentration and etching time on bond strength and enamel morphology. J. clin. Orthod., Boulder, v. 21, n. 6, p.395-398, June, 1987.
07. _____, SHAFFER, S.E., GWINNETT, A.J. Effects of 15 vs 60 second enamel acid conditioning on adhesion and morphology. Operative Dent., Seattle, v.11, n.3, p. 111-116, Summer, 1986.
08. BERTOLOTTI, R.L. Conditioning of the dentin substrate. Operative Dent., Seattle, p. 131-136, July, 1992. [supplement, 5]

* De acordo com a NBR 6023 de Agosto/1989, da Associação Brasileira de Normas Técnicas. Abreviaturas de Periódicos "World of Scientific Periodicals".

09. BOWEN, R.L. Adhesive bonding of various materials to hard tooth tissues. IV. Bonding to dentin, enamel, and fluorapatite improved by the use of a surface-active comonomer. J. dent Res., Washington, v.44, n.5, p. 906-911, Sept./Oct. 1965.
10. _____, COBB, E.N. A method for bonding to dentin and enamel. J. Am. dent. Assoc., Chicago, v.107, n.5, p.734-736, Nov. 1983.
11. _____, _____, RAPSON, J.E. Adhesive bonding of various materials to hard tooth tissues: Improvement in bond strength to dentin. J. dent Res., Washington, v.61, n.9, p.1070-1076, Sept. 1982.
12. BUONOCORE, M.G. A simple method for increasing the adhesion of acrylic filling materials to enamel surfaces. J. dent. Res., Washington, v.34, n.6, p.849-853, Dec. 1955.
13. _____, WILEMAN, W., BRUDEVOLD, F. A report on a resin composition capable of bonding to human dentin surfaces. J. dent. Res., Washington, v.35, n.6, p.846-851, Dec. 1956.
14. CHAPPELL, R.P. et al. Shear bond strenght and scanning electron microscopic observation of four dentinal adhesives. Quintess. int., Berlin, v.21, n.4, p.303-310, Apr. 1990.
15. CHARLTON, D.G., BEATTY, M.W. The effect of dentin surface moisture on bond strength to dentin bonding agents. Operative Dent., Seattle, v.19, n.4, p.154-158, July/Aug. 1994.
16. DE GOES, M.F. Efeito do tempo na qualidade do condicionamento promovido pelos ácidos fosfórico e maleico em esmalte e dentina, Tese (Livre Docência em Materiais Dentários) - Faculdade de Odontologia de Piracicaba, Universidade Estadual de Campinas, 1994.
17. EICK, J.D. et al. The dentinal surface: its influence on dentinal adhesion. Part II. Quintess. int., Berlin, v.23, n.1, p.43-51, Jan. 1992.

18. EICK, J.D. et al. The dentinal surface: its influence on dentinal adhesion. Part III. Quintess. int., Berlin, v.24, n.8, p.571-582, Aug. 1993.
19. FUSAYAMA, T. et al. Non- pressure adhesion of a new adhesive restorative resin. J. dent. Res., Washington, v.58, n.4, p.1364-1370, Apr. 1979.
20. GLASSPOOLE, E.A., ERICKSON, R. Effect of acid etching and rinsing times on composite to enamel bond strength. J. dent. Res., Washington, v.65, p.285, Mar. 1986. [abstract, 1046].
21. GWINNETT, A.J., KANCA, J.A. Micromorphology of the bonded dentin interface and its relationship to bond strength. Am J. Dent., San Antonio, v.5, n.2, p.73-77, Apr. 1992.
22. _____, MATSUI, A. A study of enamel adhesives. A physical relationship between enamel and adhesive. Archs oral Biol., London, v.12, 1615-1620, 1967.
23. HALLET, K.B., GARCIA-GODOY, F., TROTTER, A.R. Shear bond strength of a resin composite to enamel etched with maleic or phosphoric acid. Aust. dent. J., St. Leonards, v.39, n.5, p.292-297, Oct. 1994.
24. HANSEN, E.K. Tree-year study of cervical erosions restored with resin and dentin-bonding agent. Acta odont. scand., Oslo, v.47, n.5, p.301-306, Oct. 1989.
25. HOLTAN, J.R. et al. Bond strength of six dentinal adhesives. J. Dent., Surrey, v.22, n.2, p.92-96, Apr. 1994.
26. KANCA, J.J. Dental adhesion and the All-bond system J. Esthet. Dent., Ontario, v.3, n.4, p.129-132, July/Aug. 1991.

27. LEE, H.L. et al. An adhesive dental restorative material. J. dent Res., Washington, v.50, n.1, p.125-132, Jan./Feb. 1971.
28. McGUICKIN, R.S., POWERS, J.M., LI, L. Bond strengths of dentinal bonding systems to enamel and dentin. Quintess. int., Berlin, v.25, n.11, p.791-796, Nov. 1994.
29. MJOR, I.A., FEJERSKOV, O. Embriologia e histologia oral humana. São Paulo: Panamericana, 1990 p.50-129.
30. MUNKSGAARD, E.C., ASMUSSEN, E. Bond strength between dentin and restorative resins mediated by mixtures of HEMA and glutaraldehyde. J. dent. Res., Washington, v.63, n.8, p. 1087-1089, Aug. 1984.
31. NAKABAYASHI, N., TAKARADA, K. Effect of HEMA on bonding to dentin. Dent. Mater., Washington v.8, p.125-130, Mar. 1992.
32. _____, ASHIZAWA, M., NAKAMURA, M. Identification of a resin-dentin hybrid layer in a vital human dentin created in vivo: durable bonding to vital dentin. Quintess. int., Berlin, v.23, n.2, p.135-141, Feb. 1992.
33. _____, NAKAMURA, M., YASUDA, N. Hybrid layer as a dentin-bonding mechanism. J. Esthet. Dent., Ontario, v.3, n.4, p.133-138, July/Aug. 1991.
34. ØILO, G. Bonds strength testing - what does it mean? Int. dent. J., London, v.43, n.5, p. 492-498, Oct. 1993.
35. _____, AUSTRHEIM, E.K. In vitro quality testing of dentin adhesives. Acta odont. scand., Oslo, v. 51, n.4, p. 263-269, Aug. 1993.
36. PERDIGÃO, J., SWIFT, E.J. Analysis of dental adhesive systems using scanning electron microscopy. Int. dent. J., London, v. 44, n.4, p. 349-359, Aug. 1994.
37. _____, SWIFT JUNIOR, E.J. Adhesion of a total-etch phosphate ester bonding agent. Am. J. Dent., San Antonio, v.7, n.3, p.149-152, June, 1994.

38. PERDIGÃO, et al. *In vitro* bond strengths and SEM evaluation of dentin bonding systems to different substrates. J. dent. Res., Washington, v.73, n.1, p.44-55, Jan. 1994.
39. PHILLIPS, R.W. Skinner's science of dental materials. 9 ed. Philadelphia: W.B. Saunders, 1991. p.215-248.
40. RETIEF, D.H. Clinical Applications of Enamel Adhesives. Operative Dent., Seattle, suppl.5, p.44-49, July, 1992.
41. _____, AUSTIN, J.C., FATTI, L.P. Pulpar response to phosphoric acid. J. oral Path., Copenhagen, v.3, n.3, p.114-122, Mar. 1974.
42. _____, WOODS, E., JAMISON, H.C. Effect of cavosurface treatment on marginal leakage in class V composite resin restorations. J. prosth. Dent., St. Louis, v.47, n.5, p.496-505, May, 1982.
43. _____, et al.. Phosphoric acid as a dentin etchant. Am. J. Dent., San Antonio, v.5, n.1, p.24-28, Feb. 1992.
44. _____, et al.. Tensile bond strengths of dentin bonding agents to dentin. Dent. Mater., Washington, v.2, p.72-77, 1986.
45. RIDER, M., TANNER, A.M., KENNEY, B. Investigation of adhesive properties of dental composite materials using an improved tensile test procedure and scanning electron microscopy. J. dent. Res., Washington, v.56, n.4, p.368-378, Apr. 1977.
46. SILVERSTONE, L.M. Fissure sealants: laboratory studies. Caries Res., Basel, v.8, n.1, p.02-26, 1974.
47. _____, et al.. Variation in the pattern of acid etching of human dental enamel examined by scanning electron microscopy. Caries Res., Basel, v.9, n.5, p.373-387, 1975.

48. SOETOPO, BEECH, D.R., HARDWICK, J.L. Mechanism of adhesion of polymers to acid-etched enamel. J. oral Rehabil., Oxford, v.5, n.1, p.69-80, Jan. 1978.
49. STANLEY, H.R., GOING, R.E., CHAUNCEY, H.H. Human pulp response to acid pretreatment of dentin and to composite restoration. J. Am. dent. Ass., Chicago, v.91, n.14, p.817-825, Oct. 1975.
50. SUH, B.I. All-bond - fourth generation dentin bonding system. J. Esthet. Dent., Ontario, v.3, n.4, p.139-147, July/Aug. 1991.
51. SWIFT JUNIOR, E.J., CLOE, B.C. Shear bond strengths of new enamel etchants. Am. J. Dent., San Antonio, v. 6, n. 3, p. 162-164, June, 1993.
52. TAM, L.E., PILLIAR, R.M. Fracture toughness of dentin/resin-composite adhesive interfaces. J. dent. Res., Washington, v.72, n.5, p.953-959, May, 1993.
53. TECHNICAL product profile: scotchbond multi-purpose dental adhesive system. s.n.t. 22 p.
54. TORNEY, D.L. The retentive ability of acid - etched dentin. J. prosth. Dent., St. Louis, v.39, n.2, p.169-172, Feb. 1978.
55. TRIOLO JUNIOR, P.T., SWIFT JUNIOR, E.J. Shear bond strengths of ten dentin adhesive systems. Dent. Mater., Washington, v.8, p.370-374, Nov. 1992.
56. _____, et al. Effects of etching time on enamel bond strengths. Am. J. Dent., San Antonio, v.6, n.6, p.302-304, Dec. 1993.
57. TYAS, M.J., BEECH, D.R. Clinical performance of three restorative materials for non-undercut cervical abrasion lesions. Aust. dent. J., St. Leonards, v.30, n.4, p.260-264, Aug. 1985.

58. VAN MEERBEEK, B. et al. Morphological Aspects of the resin-dentin interdiffusion zone with different dentin adhesive systems. J. dent. Res., Washington v.71, n.8, p.1530-1540, Aug. 1992.