



ANA PAULA ALMEIDA AYRES

“ANÁLISE DA RESISTÊNCIA DE UNIÃO E DOS TECIDOS DUROS
ADJACENTES A SISTEMAS RESTAURADORES COM LIBERAÇÃO
OU NÃO DE FLUORETO APÓS DESAFIO CARIOGÊNICO *IN VITRO*”

PIRACICABA
2013



UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS
FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE PIRACICABA

ANA PAULA ALMEIDA AYRES

“ANÁLISE DA RESISTÊNCIA DE UNIÃO E DOS TECIDOS DUROS
ADJACENTES A SISTEMAS RESTAURADORES COM LIBERAÇÃO OU
NÃO DE FLUORETO APÓS DESAFIO CARIOGÊNICO *IN VITRO*”

Orientador: Prof. Dr. Marcelo Giannini

DISSERTAÇÃO DE MESTRADO APRESENTADA A
FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE PIRACICABA
DA UNICAMP PARA OBTENÇÃO DO TÍTULO DE
MESTRA EM CLÍNICA ODONTOLÓGICA, NA ÁREA
DE DENTÍSTICA

Este exemplar corresponde à versão final da
Dissertação defendida pela aluna Ana Paula Almeida
Ayres e orientada pelo Prof.Dr. Marcelo Giannini

Assinatura do Orientador

PIRACICABA
2013

FICHA CATALOGRÁFICA ELABORADA POR
JOSIDELMA F COSTA DE SOUZA – CRB8/5894 - BIBLIOTECA DA
FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE PIRACICABA DA UNICAMP

Ay74a Ayres, Ana Paula Almeida, 1988-
Análise da resistência de união e dos tecidos duros adjacentes
a sistemas restauradores com liberação ou não de fluoreto após
desafio cariogênico in vitro.
/ Ana Paula Almeida Ayres. -- Piracicaba, SP : [s.n.], 2013.

Orientador: Marcelo Giannini.
Dissertação (mestrado) - Universidade Estadual de Campinas,
Faculdade de Odontologia de Piracicaba.

1. Resistencia a tração. 2. Dureza. 3. Flúor. 4. Esmalte
dentário. 5. Dentina. I. Giannini, Marcelo, 1969- II. Universidade
Estadual de Campinas. Faculdade de Odontologia de Piracicaba.
III. Título.

Informações para a Biblioteca Digital

Título em Inglês: Analysis of bond strength and hard tissues adjacent to
restorative systems with or without fluoride release after cariogenic challenge
in vitro.

Palavras-chave em Inglês:

Tensile Strength

Hardness

Fluorine

Dental Enamel

Dentin

Área de concentração: Dentística

Titulação: Mestra em Clínica Odontológica

Banca examinadora:

Marcelo Giannini [Orientador]

Patrícia Moreira Freitas

Flávio Henrique Baggio Aguiar

Data da defesa: 26-02-2013

Programa de Pós-Graduação: Clínica Odontológica



UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS
Faculdade de Odontologia de Piracicaba



A Comissão Julgadora dos trabalhos de Defesa de Dissertação de Mestrado, em sessão pública realizada em 26 de Fevereiro de 2013, considerou a candidata ANA PAULA ALMEIDA AYRES aprovada.

A handwritten signature in blue ink, appearing to read "Marcelo Gianni".

Prof. Dr. MARCELO GIANNINI

A handwritten signature in blue ink, appearing to read "Patricia Moreira de Freitas".

Profa. Dra. PATRICIA MOREIRA DE FREITAS

A handwritten signature in black ink, appearing to read "Flavio Henrique Baggio Aguiar".

Prof. Dr. FLAVIO HENRIQUE BAGGIO AGUIAR

Dedicatória

*Acima de tudo, agradeço a **Deus**, que sempre esteve presente em minha vida, tanto nas dificuldades quanto nas alegrias. Por me capacitar para que meu sonho fosse realizado, pois tudo posso Naquele que me fortalece.*

Dedico...

*Aos meus pais, **Nadja** e **Celso**, pelo amor que não mediu esforços para que eu chegasse até aqui. Amo muito vocês...*

Agradecimento Especial

Ao meu orientador, Prof. Dr. Marcelo Giannini, por todo ensinamento e pela oportunidade de crescimento profissional e pessoal. Um bom professor nos estimula a aprender e a guardar conhecimento. Um mestre excepcional desperta o sonho de passá-lo adiante. Espero, algum dia, ensinar e inspirar outras pessoas, assim como você o faz.

Muito Obrigada!

Agradecimentos

À Faculdade de Odontologia de Piracicaba- UNICAMP, em nome do Diretor Prof. Dr. Jacks Jorge Júnior e do Diretor Associado Prof. Dr. Alexandre Augusto Zaia.

À Profa. Dra. Renata Cunha Matheus Rodrigues Garcia, Coordenadora do Curso de Pós-Graduação da FOP-UNICAMP e ao Prof. Dr. Márcio de Moraes, Coordenador do Curso de Pós-Graduação em Clínica Odontológica, pela atenção prestada.

À Fundação de Amparo à pesquisa do Estado de São Paulo (FAPESP) pela concessão da bolsa de mestrado e financiamento da pesquisa, condições relevantes para a realização deste curso de pós-graduação e desenvolvimento da dissertação de mestrado (Processo #2010/13601-4).

Às Profa. Dra. Sandrine Bittencourt Berger e Profa. Dra. Adriana Oliveira Carvalho, pela orientação durante a iniciação científica e amizade.

À Profa. Dra. Gláucia Maria Bovi Ambrosano, pelas análises estatísticas, por toda sua ajuda e atenção.

À Profa. Dra. Cíntia Pereira Machado Tabchoury, pela utilização do laboratório de Bioquímica Oral e pela ajuda na

confeção das soluções e na análise dos resultados. Agradeço também pela ajuda do técnico Waldomiro e da aluna estagiária Larissa.

À Profa. Dra. Moníca Yamauti, pelo fornecimento de materiais utilizados neste trabalho.

Ao Centro de Microscopia Eletrônica de Varredura da Faculdade de Odontologia de Piracicaba - UNICAMP, na pessoa do funcionário Adriano L. Martins, pelo ensino e auxílio nas imagens microscópicas.

Ao Laboratório de Materiais Dentários da FOP-UNICAMP pela disponibilização do uso dos equipamentos durante toda a pesquisa e aos funcionários Engenheiro Marcos Blanco Cangiani e Sra. Selma Aparecida Barbosa Segalla, pela colaboração sempre solícita e simpatia.

Às professoras da minha banca de qualificação, Profa. Dra. Giselle Maria Marchi Baron, Profa. Dra. Fernanda Miori Pascon, Profa. Dra. Fabiana Scarparo Naufel, pelas sugestões que contribuíram para o enriquecimento deste trabalho. Ao Prof. Dr. Lourenço Correr Sobrinho, suplente desta banca por ter aceitado o convite.

Aos professores da minha banca de defesa de dissertação, Prof. Dr. Flávio Henrique Baggio Aguiar e Profa. Dra. Patrícia Moreira Freitas, pela disponibilização de participar da minha banca e pelo tempo dedicado à correção e contribuição para o meu

trabalho. À Profa. Dra. Sandrine Bittencourt Berger e Profa. Dra. Débora Alves Nunes Leite Lima, suplentes desta banca por terem aceitado o convite.

Aos Professores da área de Dentística, Prof. Dr. Flávio H. B. Aguiar, Profa. Dra. Giselle Maria Marchi Baron, Prof. Dr. José Roberto Lovadino, Prof. Dr. Luís Alexandre Maffei Sartini Paulillo, Prof. Dr. Luís Roberto Marcondes Martins e Profa. Dra. Débora Alves Nunes Leite Lima, pelos ensinamentos e aprimoramento do meu conhecimento em Dentística. À funcionária da Área de Dentística, Mônica, pelas ajudas prestadas.

Agradeço também aos meus colegas de mestrado, Carol, Day, Erick, Maria, Alan, Henrique, Juliana, Núbia e Kamila, pela oportunidade de aprendermos uns com os outros. E aos alunos do doutorado e demais.

À minha mãe, Nadja, por acreditar em mim mais do que eu mesma em alguns momentos, por ser uma das minhas inspirações na escolha do curso de Odontologia e fonte de amor, carinho e apoio sem fim. Obrigada também por me ensinar os caminhos da fé, a maior herança que podemos deixar aos filhos.

Ao meu pai, Celso, que nunca deixou que nada me faltasse, por todo incentivo aos meus estudos desde pequena, por seu cuidado amoroso e exemplo de dedicação. Obrigada por me proporcionar duas coisas valiosas que nada pode me tirar: o conhecimento e

lembranças de uma infância feliz em família e de viagens inesquecíveis. Você é meu porto seguro...

*Aos meus avós **Arací, João Carlos** (in memoriam), **Sulamita e Isaías**, por todo carinho e cuidado. E aos parentes que torceram pelo meu sucesso, em especial à tia **Dírce** e primo **Alfredo**. Também à querida **Sueli**, que já é praticamente da família.*

*Aos meus irmãos: **Elisa, Jaque, Carol e Celso**. Obrigada pelo companheirismo, incentivo, compreensão e boas lembranças. Me sinto muito abençoada por termos crescidos juntos em nossa grande e linda família!*

*À **Mayra e Marcela**. Dividimos mais do que apartamento nestes dois anos. Dividimos problemas, confidências, ansiedades, desabafos, sonhos, frustrações e vitórias... É um privilégio conviver com duas pessoas tão especiais!*

*Às amigas de graduação: **Vanessa, Baríri, Malo, Bruna e Paty**. Obrigada por ainda se fazerem presentes em minha vida e pelos anos inesquecíveis que passamos juntas. É muito importante para mim a cumplicidade, o carinho e o respeito que mantemos. Vocês são muito especiais na minha vida!*

*Aos meus amigos de Mogi Mirim: **Tací, Gabi, Marcella, Barney e Bob**, pelos bons momentos que passamos juntos e pelos reencontros em que parece que nunca estivemos separados.*

Aos amigos que o mestrado me deu a oportunidade de conhecer: Carol, Day, Val, Pedro, Klissia, Ravana e Paty. Pela companhia solidária nos laboratórios em feriados, finais de semanas e madrugadas. Pelos grupos de estudo, reuniões gastronômicas e desabafos... Só quem está passando pelos mesmos desafios pode ter melhor compreensão das dificuldades, frustrações e anseios. A amizade sincera de vocês me ajudou a decidir o caminho a seguir daqui por diante e a encontrar soluções para problemas, desde os mais simples do dia-a-dia até os mais complexos do coração...

A todos que passaram em minha vida durante a pós-graduação e que direta ou indiretamente me ajudaram na conclusão deste trabalho, minha gratidão.

RESUMO

O objetivo desse estudo foi avaliar a resistência de união à dentina de sistemas restauradores contendo ou não fluoretos em sua composição e o comportamento do esmalte e da dentina adjacentes às restaurações, quando submetidos ao desafio cariogênico *in vitro*. Adicionalmente, durante o desafio cariogênio foi mensurada a liberação de fluoreto dos adesivos. Para o estudo foram utilizados 64 dentes terceiros molares humanos e quatro sistemas restauradores: FL-Bond II/Beautifil II, Bond Force/Estelite Sigma, GC Fuji II LC e Adper Easy Bond/Filtek Z350 XT. No estudo de resistência da união à dentina, utilizou-se a dentina coronária, onde foram aplicados os materiais restauradores (n=8). Os dentes foram seccionados para obtenção dos espécimes e o teste de microtração foi realizado em dois tempos: imediato e após um ano de armazenamento em saliva artificial. Para o estudo da microdureza longitudinal, foram confeccionadas cavidades na região cervical, as quais foram restauradas com os quatro sistemas propostos, de acordo com as recomendações dos fabricantes (n=8). Os dentes restaurados foram submetidos à ciclagem térmica (3.000 ciclos) e, posteriormente, à ciclagem de pH durante oito dias. A mensuração da microdureza subsuperficial foi realizada em esmalte e em dentina, em três distâncias da parede cavitária e em seis profundidades em relação à superfície submetida à ciclagem de pH. As soluções desmineralizantes e remineralizantes utilizadas nessa ciclagem foram utilizadas para análise de concentração catiônica de flúor. A análise estatística de resistência de união dentinária mostrou que os valores médios não foram afetados após um ano de armazenamento em saliva artificial para nenhum dos sistemas restauradores. Os resultados de microdureza longitudinal em esmalte apresentaram diferença estatística significativa apenas para a distância 50 µm. Mas os valores médios de microdureza Knoop em esmalte foram semelhantes para os quatro sistemas restauradores quando avaliados nas mesmas distâncias e profundidades. O mesmo padrão de resultado foi encontrado na dentina, mas os valores médios de

microdureza não apresentaram diferença estatística entre as distâncias da restauração. A análise catiônica de flúor detectou liberação de fluoreto nos espécimes restaurados com GC Fuji LC II e FL-Bond II/Beautifil II. A partir dos resultados desse estudo *in vitro* é possível afirmar que os sistemas restauradores avaliados apresentaram estabilidade da união por um ano, porém apresentaram pouca capacidade de inibição de cárie secundária em esmalte e em dentina, independentemente da liberação ou não de fluoretos.

Palavras-chave: resistência à tração, dureza, esmalte dentário, dentina, flúor.

ABSTRACT

The aim of this study was to evaluate the bond strength to dentin of restorative systems containing or not fluoride in their compositions and the performance of enamel and dentin around the restorations, when submitted to cariogenic challenge *in vitro*. Additionally, the fluoride released was measured during the pH cycling. This study used 64 third molars human teeth and four restorative systems were selected: FL-Bond II/Beautifil II, Bond Force/Estelite Sigma, GC Fuji II LC and Adper Easy Bond/Filtek Z350 XT. For the bond strength evaluation, it was used occlusal dentin in which the restorative materials were applied (n=8). The “restored” teeth were sectioned for obtaining bonded beam specimens and the microtensile test was performed in two times: immediate and after one year of storage in artificial saliva. For the cross-sectional microhardness test, cervical cavities were prepared and filled with the restorative systems according to the manufacturer’s instructions (n=8). The restored teeth were submitted to thermo cycling (3.000 cycles) and subsequent pH-cycling during eight days. The cross-sectional microhardness analysis was performed in enamel and dentin, at three distances from cavity wall and at six depths regarding the surface submitted to pH-cycling. The desmineralizing and remineralizing solutions of this pH-cycling regimen was used for fluor cationic concentration analysis. The statistical analysis of bond strength to dentin showed that means were not reduced after one year of storage in artificial saliva for no restorative systems. The results of cross-sectional microhardness measurements in enamel presented significant statistical difference only at the distance of 50 µm. However, means of Knoop microhardness measurements were similar for the four restorative systems when compared to the same distances and depths. The same pattern of results was found in dentin, but the means of microhardness measurements showed no significant statistical differences between the distances from the restorations. Fluor cationic concentration analysis detected fluoride releasing by the specimens

restored GC Fuji LC II and FL-Bond II/Beautifil II. The results of this *in vitro* study suggest that the restorative products tested presented bond stability after one year, but showed little ability to inhibit secondary caries around restoration, independently on fluoride releasing or not.

Key-words: tensile strength, hardness, dental enamel, dentin, fluorine.

SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO.....	1
2. REVISÃO DA LITERATURA.....	5
2.1 Adesão.....	5
2.2 Técnicas de Envelhecimento Artificial.....	8
2.2.1 Envelhecimento por Armazenamento.....	9
2.2.2 Envelhecimento por Termociclagem	10
2.3 Cárie Secundária.....	11
2.4 Ciclagem de pH.....	12
2.5 Materiais Restauradores que Liberam Flúor.....	15
3. PROPOSIÇÃO	23
4. MATERIAL E MÉTODOS.....	25
4.1 Resistência de União (teste de microtração)	29
4.2 Análise do Padrão de Fratura (MEV)	33
4.3 Análise de Microdureza Longitudinal da dentina e do esmalte ao redor das restaurações	34
4.4 Ciclagem de pH.....	36
4.5 Preparo das amostras para o teste de microdureza	38
4.6 Análise Quantitativa de Liberação de Flúor	39
5. RESULTADOS.....	41
5.1 Teste de Microtração.....	41
5.2 Análise do Padrão de Fratura.....	42
5.3 Análise dos dados de Microdureza Longitudinal Knoop.....	51
5.3.1 Análise em Esmalte.....	52
5.3.2 Análise em Dentina.....	53

5.4 Análise Quantitativa de Liberação de Flúor	55
6. DISCUSSÃO.....	59
7. CONCLUSÃO.....	69
REFERÊNCIAS.....	71
ANEXO 1.....	89
ANEXO 2.....	91

1 INTRODUÇÃO

A cárie dental deve ser tratada dentro de um contexto amplo, que contemple não só a necessidade de restaurar a forma anatômica, a função e a resistência mecânica ao dente, mas que também avalie e trate os fatores etiológicos que originaram este processo deletério, com a finalidade de evitar recorrências (Axelsson, 2000). Com relação aos procedimentos restauradores, o desempenho clínico das resinas odontológicas tem levado à consolidação dessa classe de materiais devido às suas melhores propriedades mecânicas, biocompatibilidade, qualidade estética e possibilidade de adesão à estrutura do esmalte e da dentina (Bayne *et al.*, 1994).

Além disso, na técnica de restauração com compósitos, os preparos dentais realizados são mais conservadores. Isso resulta em maior preservação da estrutura dental sadia e dispensa a necessidade de preparos retentivos ou a confecção de retenções adicionais, como caixas, “pins” ou canaletas. Qualquer medida que propicie economia de tecido dental é benéfica a médio e longo prazo, já que ainda não existe um substituto restaurador ideal para o esmalte e a dentina (Baran *et al.*, 2001).

Um dos problemas relacionados ao uso da resina composta é a perda do selamento marginal e o risco de cáries secundárias devido à possibilidade de ocorrência de fendas precoces nas margens da cavidade. Esse problema está associado à qualidade da união formada pelos sistemas adesivos e às técnicas de inserção e de polimerização das resinas restauradoras (Lutz & Krejci, 1999). A dificuldade em se estabelecer uma união estável e duradoura à dentina, sempre esteve relacionada à fisiologia do tecido e à complexidade dessa estrutura. Além dos diferentes tipos de substratos dentinários (dentina primária, secundária, esclerótica e reacional), em uma cavidade profunda há a exposição de uma dentina com alta umidade e permeabilidade. Isso é devido à maior densidade de túbulos dentinários por área, os quais se apresentam com maior diâmetro que os da dentina superficial. Essa variabilidade morfológica pode influenciar o

desempenho dos adesivos (Burrow *et al.*, 1994; Eick *et al.*, 1997; Marshall *et al.*, 1997; Giannini *et al.*, 2001).

A degradação da união nas margens internas e externas das restaurações pode resultar na perda do selamento marginal. Este tipo de falha da restauração, devido à possibilidade de cárie recorrente é um forte motivo para sua substituição (Deligeorgi *et al.*, 2001; Braga *et al.*, 2007; Al-Samhan *et al.*, 2010; Kermanshahi *et al.*, 2010). Frente à incidência de cáries recorrentes, estudos têm avaliado a capacidade dos sistemas restauradores em prevenir e evitar a progressão de cárie nas margens das restaurações (Magalhães *et al.*, 2005; Preston *et al.*, 1999, Hara *et al.*, 2004; Pinto *et al.*, 2010). Devido às características dos cimentos ionoméricos, esses materiais podem ser considerados efetivos no controle da desmineralização dos tecidos dentais adjacentes às restaurações (Mukai *et al.*, 1993; Souto *et al.*, 1994; Hara *et al.*, 2004). Paralelamente, a adição de fluoreto nos sistemas adesivos estaria relacionada com a sua estratégica posição na interface restauradora (Pereira *et al.*, 2001; Pinto *et al.*, 2009; Pinto *et al.*, 2010).

Estudos *in vitro* e *in situ* (Nagamine, 1997; Ten Cate & Van Duimem, 1995; Pinto *et al.*, 2009; Pinto *et al.*, 2010) mostraram que materiais contendo fluoretos podem controlar a progressão de cáries secundárias quando os dentes restaurados foram submetidos a alto desafio cariogênico. Itota *et al.* (2002) mostraram que a combinação de adesivos e materiais restauradores contendo fluoretos também pode ser utilizada para atingir este objetivo. Outros estudos demonstraram efeito antibacteriano (Çehreli *et al.*, 2003; Hamilton & Bowden, 1988; Marsh & Bradshaw, 1990) e inibitório na progressão da desmineralização promovida por adesivos à base de HEMA e flúor (Gastmann *et al.*, 1997; Kerber *et al.*, 1993; Segura *et al.*, 2000).

Embora a união dos adesivos autocondicionantes ao esmalte ainda seja controversa (Perdigão *et al.*, 1997; Yoshiyama *et al.*, 1998; Hanning *et al.*, 1999), em dentina essa categoria de adesivos têm mostrado boa efetividade e durabilidade clínica (De Munck *et al.*, 2003; Van Meerbeek *et al.*, 2003; De Munck

et al., 2005). O estudo de De Munck *et al.* (2005) mostrou que adesivos autocondicionantes de dois passos clínicos “primer” e “bonding agent” utilizados em restaurações de cavidades classe V (região cervical) com resina composta, promoveram boa taxa de retenção das restaurações ao longo do tempo. Mais recentemente, os adesivos autocondicionantes de passo único têm sido qualificados para o uso clínico (Van Meerbeek *et al.*, 2010).

A introdução de fluoretos na composição dos materiais restauradores e adesivos está relacionada com a importância desse componente durante os processos de des- e remineralização (Featherstone *et al.*, 1986). Alguns adesivos autocondicionantes contêm fluoretos. Entretanto, pouco se sabe a respeito do efeito terapêutico da adição de flúor nos adesivos. Este estudo avaliou os efeitos do uso de sistemas restauradores (ionômero de vidro modificado por resina; adesivos autocondicionantes e resinas compostas contendo fluoretos) na união à dentina e nos tecidos dentais adjacentes em condições de alto risco à cárie dental após desafio cariogênico *in vitro*.

2 REVISÃO DE LITERATURA

2.1 Adesão

De Munck *et al.* (2005) consideram que o mecanismo básico de adesão ao esmalte e à dentina é essencialmente um processo de troca, envolvendo a substituição de componentes inorgânicos dos tecidos dentais duros por monômeros resinosos. Após a polimerização, os monômeros formam cadeias poliméricas que ficam retidas micromecanicamente nas porosidades criadas pela remoção de fosfato de cálcio das superfícies dentais, baseado no mecanismo de difusão do material resinoso (Van Meerbeek *et al.* 2003).

Até o presente momento, tem se relatado que os procedimentos de união ao esmalte produzem uma união confiável e clinicamente estável, em função principalmente das características homogêneas desse substrato (Kugel & Ferrari, 2000; Nakabayashi & Pashley, 1998). A dificuldade em obter a mesma qualidade e durabilidade de união à dentina está associada à complexidade da sua estrutura e à fisiologia do substrato. As diferenças morfológicas, fisiológicas e de composição das estruturas dentais mineralizadas justificam as diferentes técnicas adesivas (Eick *et al.*, 1997; Marshall *et al.*, 1997).

Nos procedimentos restauradores que envolvem resinas compostas são aceitas três estratégias para formação de união entre o substrato dental e o material restaurador: a técnica convencional (úmida), a técnica autocondicionante e o uso de cimentos de ionômeros de vidro (DeMunck *et al.*, 2005).

As estratégias de união dos sistemas adesivos diferem entre si pela interação com a *smear layer* dos tecidos dentais (Van Meerbeek *et al.*, 2003). A estratégia convencional consiste basicamente na remoção da *smear layer*, desmineralização da dentina superficial, exposição da matriz orgânica, penetração do *primer* e do adesivo na dentina desmineralizada e subsequente polimerização, para formar uma estrutura conhecida como camada híbrida (Nakabayashi *et al.*, 1982). Este procedimento pode ser realizado em três passos (condicionamento

ácido, aplicação do *primer*, aplicação do adesivo) ou dois passos, quando o *primer* e o adesivo se apresentam em um frasco único (Van Meerbeek *et al.*, 2003).

Os adesivos autocondicionantes interagem com a *smear layer*, incorporando-a durante a formação da camada híbrida. Esse procedimento se baseia na capacidade de alguns monômeros ácidos funcionais de dissolver, modificar ou remover totalmente a *smear layer*, produzindo desmineralização da dentina, enquanto a penetram. Essa abordagem elimina passos clínicos e diminui a complexidade técnica quanto à umidade dentinária após condicionamento ácido da estratégia convencional (DeMunck *et al.*, 2005).

Os adesivos autocondicionantes também podem ser classificados de acordo com seu pH, o que está relacionado com a agressividade de condicionamento ácido e penetração no substrato dental. Na atualidade, eles vêm sendo subdivididos em agressivos ($\text{pH} < 1$), moderados ($\text{pH} \pm 1,5$), leves ($\text{pH} \pm 2$) e ultraleves ($\text{pH} > 2,5$) (Sarr *et al.*, 2010; Van Meerbeek *et al.*, 2010). Os adesivos agressivos dissolvem completamente a hidroxiapatita, produzindo um padrão de condicionamento muito parecido com aquele formado pelo ácido fosfórico da técnica convencional. Já os adesivos leves desmineralizam parcialmente a dentina, propiciando a formação de uniões químicas entre os monômeros funcionais e o cálcio remanescente (Sarr *et al.*, 2010).

Existem ainda materiais que são classificados como autoadesivos como o ionômero de vidro, e alguns cimentos resinosos recentemente desenvolvidos (Van Meerbeek *et al.*, 2010). Para os materiais ionoméricos, a união química é obtida a partir da interação dos grupos carboxílicos do ácido poliacenóico com os íons cálcio da hidroxiapatita que permanecem retidas nas fibrilas colágenas (Yoshida *et al.*, 2000). Os sistemas com ionômero de vidro modificado por resina passam por um pré-tratamento dentinário de curta duração (por volta de 10 segundos) com ácido poliacrílico que remove a *smear layer* e expõe as fibrilas colágenas superficiais, em torno de 0,5 a 1 μm de profundidade (Inoue *et al.*, 2001a). Em seguida, os componentes ionoméricos se difundem através dos

espaços criados e estabelecem união micromecânica, seguindo o princípio da hibridização (Lin *et al.*, 1992; Van Meerbeek *et al.*, 2001).

Essa adesão química adicional possivelmente é favorável quanto à resistência à degradação hidrolítica. Consequentemente, dois mecanismos de adesão são estabelecidos. A diferença básica entre o mecanismo de união dos adesivos autocondicionantes resinosos com o do ionômero de vidro é o alto peso molecular relativo dos polímeros à base de policarboxilato. Isso limita a capacidade de infiltração do material ionomérico, não permitindo a penetração dos polímeros em dentina condicionada por ácido fosfórico, com formação de camada híbrida de pouca espessura. Portanto, condicionadores ácidos agressivos não devem ser usados em conjunto com ionômeros de vidro (De Munck *et al.*, 2004). Poucos produtos comerciais são compostos de adesivos de ionômero de vidro modificado por resina, entre eles o FujiBond LC (GC Corp.).

Os cimentos de ionômero de vidro modificados por resina apresentam maior adesividade à dentina em relação aos cimentos ionoméricos convencionais (Mitra, 1990; Torii *et al.*, 1991; Friedl *et al.*, 1995; Swift *et al.*, 1995). Fritz *et al.* (1996) associaram esse melhor desempenho ao conteúdo de HEMA presente nesse material. No entanto, os valores de resistência de união à dentina alcançados com os cimentos de ionômero de vidro modificados por resina são mais baixos que os encontrados nos sistemas adesivos resinosos (Prati *et al.*, 1991; Irie and Nakai, 1993; Fritz *et al.*, 1996).

Muitos estudos laboratoriais utilizam o teste de microtração para comparar produtos ou avaliar a influência de variáveis experimentais na resistência de união aos tecidos duros dentais. A base lógica por trás desse método é que quanto mais forte for a união entre o dente e o biomaterial, melhor será a resistência às tensões de polimerização e aos desafios mecânicos e químicos em função oral. Adicionando-se um fator de envelhecimento no delineamento do estudo, é possível realizar uma estimativa da durabilidade de união (De Munck *et al.*, 2005).

O teste de microtração avalia a resistência de união entre sistemas adesivos e pequenas regiões de tecido dental ($\approx 1 \text{ mm}^2$). Diferentemente dos ensaios convencionais com grande área de união, uma menor área testada permite uma melhor distribuição de tensões, levando a menor incidência de fraturas coesivas em dentina (Pashley *et al.*, 1995). Esta metodologia tende a exibir valores de resistência de união superiores que os testes convencionais por ter uma menor concentração de defeitos na pequena área de união (Sano *et al.*, 1994). Além disso, testes que utilizam área de secção transversal reduzida possibilitam a análise microscópica completa da área fraturada, diferentemente dos testes convencionais (Pashley *et al.*, 1995; Hashimoto *et al.*, 2001).

2. 2 Técnicas de Envelhecimento Artificial

A maioria dos sistemas adesivos atuais têm apresentado bons resultados imediatos de resistência de união (Inoue *et al.*, 2001), independentemente da abordagem utilizada. Ao longo tempo, a resistência de união de alguns sistemas adesivos reduz significativamente, enquanto a de outros se mostram mais estáveis (Van Dijken, 2000; Brackett *et al.*, 2002). De Munck *et al.*, em 2004, publicaram uma revisão dos processos fundamentais envolvidos na degradação da união dos biomateriais aos substratos dentais com o tempo, discutindo até que ponto os testes laboratoriais podem prever a durabilidade de união *in vivo*.

De Munck *et al.* (2012) realizaram uma revisão a respeito dos métodos e resultados de durabilidade da união aos tecidos dentais. Consideraram que estudos clínicos desenvolvidos em cavidades classe V não cariosas continuam sendo o método mais confiável para avaliação de efetividade adesiva. A maioria dos estudos demandam altos custos, tempo e são trabalhosos, entretanto fornecem poucas informações quanto à real causa da falha clínica. Portanto, vários protocolos laboratoriais foram desenvolvidos para prever a durabilidade de união. As metodologias de envelhecimento geralmente focam nos padrões de hidrólise da degradação química e na perda de componentes da interface.

2. 2. 1 Envelhecimento por Armazenamento

A técnica de envelhecimento artificial mais comumente utilizada é o armazenamento em meio aquoso a longo prazo. As amostras restauradas são armazenadas em líquido, geralmente água destilada ou saliva artificial, a 37°C durante um período específico, que pode promover diminuição significativa na resistência de união, mesmo depois de períodos relativamente curtos de armazenamento (Burrow *et al.*, 1996; Kato & Nakabayashi, 1998; Shono *et al.*, 1999; Kitasako *et al.*, 2000; Armstrong *et al.*, 2001, 2003; Meiers & Young, 2001; De Munck *et al.*, 2003; Giannini *et al.*, 2003). A diminuição dos valores de resistência de união neste tipo de estudo é supostamente causada pela degradação dos componentes de interface através da hidrólise da camada adesiva.

A hidrólise é um processo químico que pode quebrar as ligações covalentes existentes entre polímeros resinosos (por adição de água nas ligações éster) resultando em desintegração da resina e um processo conhecido como “plastificação” das cadeias poliméricas. Consequentemente ocorre uma diminuição das propriedades físicas das resinas quando são armazenadas em água (Ferracane *et al.*, 1998; Santerre *et al.*, 2001). Além da retenção de solvente e/ou água, existe uma característica do adesivo que é a atração de moléculas de água para seu interior, chamada de sorção de água, propriedade que está também intimamente relacionada com a polaridade dos monômeros. Assim, as redes poliméricas formadas por misturas de monômeros mais hidrófilos são suscetíveis a maior captação de água para o seu interior (Ito *et al.*, 2005a; Malacarne *et al.*, 2006; Yiu *et al.*, 2006). Concomitantemente, monômeros não reagidos junto com polímeros hidrolisados e de baixo peso, que se encontram presos em microgeis e/ou nanobolhas, podem ser liberados, diminuindo a massa do polímero, fenômeno conhecido como solubilidade ou eluição da resina (Hashimoto *et al.*, 2002).

O meio de armazenamento mais comumente utilizado é a água (De Munck *et al.*, 2012). Para evitar o crescimento bacteriano durante o período de armazenamento, pesquisadores acrescentaram algumas substâncias como azida de sódio, cloramina ou até mesmo antibióticos. Algumas enzimas como as esterases (produzidas pelas bactérias) também podem ser adicionadas para catalisar a degradação dos componentes.

Para uma simulação mais próxima da situação clínica, soluções de saliva artificial também podem ser utilizadas como meio de armazenamento e as reduções na resistência de união observadas com este meio são similares às obtidas com o uso da água pura como solução (Kitasako *et al.*, 2000). O comprimento do espécime influencia em uma maior ou menor difusão, sendo que a utilização de espécimes pequenos diminui o tempo de trabalho (Shono *et al.*, 1999; Armstrong *et al.*, 2001). Algumas enzimas também podem ser adicionadas ao meio para catalisar a quebra dos componentes resinosos (Santerre *et al.*, 2001; Finer and Santerre, 2004).

2. 2. 2 Envelhecimento por Termociclagem

Outra técnica amplamente utilizada é o envelhecimento por termociclagem. A norma ISO TR 11450 standard (1994) indica que o regime de ciclagem térmica composto por 500 ciclos em água, entre 5 e 55 °C, é um teste envelhecimento artificial apropriado. Foi demonstrado que 10.000 ciclos equivalem a 1 ano *in vivo* (Gale and Darvell, 1999). O efeito de envelhecimento artificial induzido por meio da termo-ciclagem podem ocorrer de duas maneiras: (1) a água quente acelera a hidrólise dos componentes da interface, e a captação subsequente de água e remoção de produtos de decomposição ou de monômeros não totalmente polimerizados (Miyazaki *et al.*, 1998; Hashimoto *et al.*, 2000) ou (2) devido ao maior coeficiente térmico de expansão/contração do material restaurador (quando comparada com a de tecido dentário) na interface, estresses repetitivos de contração/expansão são gerados na interface dente-biomaterial.

Estas tensões podem levar a trincas/fissuras que se propagam na interface e permitem a entrada e a saída de fluidos orais, um processo conhecido como “percolação” (Gale and Darvell, 1999).

2.3 Cárie Secundária

A cárie secundária, também encontrada na literatura com o termo “cárie recorrente” (Özer & Thylstrup, 1995; Hsu *et al.*, 1998; Mjör *et al.*, 2000; Kidd, 2001), é definida como lesão detectada nas margens de restaurações (Mjör & Toffenetti, 2000; Kidd, 2001). Acredita-se que a difusão de ácidos bacterianos nos micro-espacos da interface dente/restauração seja a causa do desenvolvimento deste tipo de lesão (Hicks *et al.*, 2002). Histologicamente, a cárie secundária consiste em duas lesões separadas e inter-relacionadas: uma lesão primária externa, na superfície do substrato dental, e outra na parede cavitária - formada em consequência da microinfiltração marginal (Pimenta *et al.*, 1995; Dionysopoulos *et al.*, 1998; Torii *et al.*, 2001).

Dionysopoulos *et al.*, em 1998, consideraram como fatores determinantes no desenvolvimento deste tipo de lesão: o tipo de material restaurador, o mecanismo de retenção (mecânico ou adesivo) e a capacidade dos materiais restauradores em liberar íons anticariogênicos (fluoretos, metais pesados ou ácidos). Kidd (2001) também considera a localização das margens da restauração como outro fator, pois em locais de difícil acesso à higiene, como as margens cervicais interproximais, a incidência desse tipo de lesão é mais elevada.

As principais preocupações que envolvem as restaurações adesivas são o aparecimento de defeitos nas margens e o desenvolvimento de lesões de cárie secundárias. Sendo esta última considerada uma das principais causas de falhas, com consequente necessidade de substituição das restaurações, tanto na dentição decídua quanto na permanente (Pimenta *et al.*, 1995; Özer & Thylstrup, 1995; Mjör & Toffenetti, 2000; Mjör *et al.*, 2000, Dionysopoulos *et al.*, 2003; Hara *et al.*, 2005; Prati *et al.*, 2005). Muitas vezes, fendas e descolorações marginais são

interpretadas como cárie secundária, o que, segundo Hicks *et al.* (2002) e Mjör & Toffenetti (2000) é errôneo, pois a lesão só pode ser detectada clinicamente quando estas fendas atingem uma espessura mínima de 250 µm. Defeitos e pigmentações marginais não são suficientes para predizer a presença ou a ausência de lesões de cárie secundária (Pimenta *et al.*, 1995; Kidd, 2001).

O início desse tipo de lesão não está diretamente relacionado ao tamanho de um defeito marginal (Kidd & O'hara, 1990; Pimenta *et al.*, 1995), da mesma forma que fóssulas e fissuras profundas e inacessíveis não são determinantes do desenvolvimento da cárie oclusal (Ekstrand *et al.*, 1995). Em princípio, Lobo (2003) comparou fendas marginais com fissuras oclusais profundas, como sendo regiões vulneráveis ao acúmulo bacteriano, mas onde o controle de placa externo é capaz de prevenir o desenvolvimento das lesões de cárie (Carvalho *et al.*, 1992).

Em pacientes com alto risco ao desenvolvimento de cárie, maior atenção deve ser direcionada à possibilidade da ocorrência de cárie secundária. A inclusão de fluoretos nos materiais restauradores tem sido considerada uma medida útil para prevenir a recorrência de cárie (Kawai *et al.*, 1997; Dionysopoulos *et al.*, 1998; Francci *et al.*, 1999). Esta ferramenta tem sido aplicada tanto na produção de sistemas adesivos, quanto de resinas compostas (Ittagarun *et al.*, 2004; Tay *et al.*, 2004), que podem agir como co-adjuvantes locais no controle dessas lesões recorrentes (Benelli *et al.*, 1993).

2. 4 Ciclagem de pH

As ciclagens de pH são simulações *in vitro* das variações dinâmicas de saturação mineral e de pH, mimetizando a ocorrência de desafios cariogênicos em períodos cíclicos de desmineralização e remineralização (ten Cate, 1982; Herkstroter *et al.*, 1991). Diferentes modelos de ciclagem de pH foram desenvolvidos para avaliar o efeito do fluoreto na redução de desmineralização (Featherstone *et al.*, 1986) ou no aumento da remineralização (White, 1987) do esmalte dental. Nesses modelos, lesões superficiais e subsuperficiais no substrato

dental podem ser formadas em curtos períodos de tempo, como dias ou semanas, representando de 6 a 12 meses de progressão de lesão *in vivo* (White, 1995).

Os desafios ácidos empregados *in vitro* podem ser químicos: dinâmico - utiliza ciclos de desmineralização e remineralização (Featherstone *et al.*, 1986; Ten Cate, 2001), ou estático - imersão da estrutura dentária em soluções ou géis ácidos (Dionysopoulos *et al.*, 1998), ou, ainda, ter natureza microbiológica - exposição do substrato a uma ou mais espécies de microorganismos cariogênicos (Gilmour *et al.*, 1997; Francci *et al.*, 1999; Torii *et al.*, 2001). Apesar de nenhum dos modelos reproduzirem exatamente as alterações induzidas na cavidade bucal, o modelo químico dinâmico parece ser o mais próximo em reproduzir o desenvolvimento de lesão de cárie dentária, pois simula o processo de desmineralização e remineralização que acontece durante a formação da lesão (Featherstone *et al.*, 1986; Ten Cate *et al.*, 1990; White, 1995).

No modelo químico dinâmico, o substrato dental é exposto a volumes previamente calculados de solução ácida tamponada (Featherstone *et al.*, 1986; Shinkai *et al.*, 2001), contendo quantidades conhecidas de íons cálcio, fosfato e, algumas vezes, fluoreto (Vieira *et al.*, 2005, Shinkai *et al.*, 2001), durante um período curto, geralmente 3 a 6 horas, a depender da proposta do estudo (Ten Cate & Duijsters, 1982; Featherstone *et al.*, 1986; White, 1995). A remoção dessa solução pode ser diária ou em intervalos de tempo de alguns dias. Após o período de desmineralização, o substrato dental é transferido para uma solução remineralizante por um período superior, simulando a ação da saliva natural (Ten Cate & Duijsters, 1982).

Em um estudo, Ten Cate & Duijsters (1982) observaram que a adição de fluoreto nas soluções utilizadas em ciclagem de desmineralização/remineralização era capaz de paralisar a lesão de cárie. Mas o flúor pode ser utilizado de outras maneiras durante ciclagens de pH. Para a análise do efeito do fluoreto na remineralização do esmalte, a adição de fluoreto nas soluções desmineralizante e remineralizante, pode proporcionar um modelo de ciclagem eficaz na simulação do desenvolvimento de cárie (Vieira *et al.*, 2005).

Em 1986, Featherstone *et al.* utilizaram resultados de experimentos *in vivo* para desenvolver um modelo de ciclagens de desmineralização e remineralização *in vitro* e, à partir dele, avaliaram o efeito do flúor no aumento da remineralização. Após análise dos resultados, os autores concluíram que a presença contínua de flúor em baixas concentrações no meio bucal parece ser efetiva na inibição do processo de desmineralização e no aumento da remineralização da estrutura dental, fenômeno também afirmado por estudos posteriores (Francci *et al.*, 1999; Featherstone, 1994; ten Cate, 2001). Ten Cate *et al.*, em 1990, consideraram o modelo químico dinâmico, a metodologia que melhor simula as oscilações de pH que ocorrem na cavidade oral.

Em 1995, White descreveu uma revisão de literatura enfocando sobre os diversos modelos *in vitro* utilizados para analisar a indução da cárie, além de suas limitações. O modelo de cárie que emprega a ciclagem de pH permite expor as estruturas do esmalte e da dentina em combinação com as soluções remineralizadora e desmineralizadora, tentando simular as variações dinâmicas que ocorrem no processo natural para a formação da lesão de cárie dentária. Entretanto, mesmo promovendo a formação de lesões de cárie semelhantes às naturais, este método apresenta limitações, em função de não simular as condições biológicas da cárie.

Grossman & Matejka (1999) mostraram que a indução química de cárie é capaz de promover o desenvolvimento de lesões de cárie num padrão mais regular da interface dente/restauração, ao contrário do procedimento de indução bacteriana, a qual proporciona regiões com diferentes desenvolvimentos da cárie dentária.

Um modelo experimental de desmineralização-remineralização foi desenvolvido por Shinkai *et al.* (2001), de forma a permitir o posterior uso das amostras na metodologia de microdureza, pois não apresentavam cavitação. A composição da solução desmineralizante incorporou 1 ppm de fluoreto, seguindo o protocolo estipulado por Wefel *et al.* (1995) e a composição da solução remineralizante foi estipulada segundo o modelo modificado descrito por

Featherstone *et al.* (1986). Esta ciclagem de pH simulou um alto desafio cariogênico mesmo com a adição de fluoreto na solução desmineralizante. Sete horas de imersão em solução desmineralizante com pH 4,5 seria o equivalente à soma dos períodos de acidez oral abaixo do pH crítico por um dia, através da fermentação de carboidratos consumidos numa alta frequência. De maneira oposta, a imersão em solução remineralizante por 17 horas representa o período da ação reparadora da saliva *in vivo*.

Esta ciclagem experimental precisou modificar os modelos convencionais pelo fato da amostra envolver a análise em dentina radicular e esmalte. A ciclagem de pH promove maior desmineralização do substrato dentinário em relação à do esmalte. Esta diferença é consequência da composição, estrutura e comportamento químico da dentina. Apesar do processo de formação de cárie ser semelhante em esmalte e dentina/cimento, a dissolução dentinária em meio ácido é mais alta do que a do esmalte (Featherstone, 1994; Wefel, 1994). No entanto, a dentina e o cimento apresentam taxas de solubilidade similares (Mellberg, 1992).

O modelo químico dinâmico constitui no método laboratorial mais avançado para avaliar perda ou ganho mineral, uma vez que as condições experimentais podem ser altamente controladas e o efeito de uma variável em particular pode ser mensurado (White, 1995).

2.5 Materiais Restauradores que Liberam Fluoretos

A habilidade do flúor em prevenir cáries está bem estabelecida, sendo este recurso aproveitado na fluoretação da água, aplicações tópicas, bochechos, dentifrícios fluoretados e em vários produtos odontológicos. Materiais restauradores que liberam flúor estão disponíveis na Odontologia há mais de 100 anos (Swift, 1988). Os fluoretos exibem atividade anticariogênica através do aumento na resistência do esmalte e dentina a subseqüentes ataques ácidos e também através do mecanismo de inibição do metabolismo de carboidrato na placa dental (Han *et al.*, 2002; Imazato, 2003; Yoshiyama *et al.*, 2004). A liberação

de flúor em pequenas concentrações pelo material restaurador na área da interface dente-restauração, é uma propriedade desejável, pois pode aumentar a longevidade das restaurações por diminuir a ocorrência de cárie secundária.

Antes do advento das resinas compostas, o cimento de silicato, introduzido na Odontologia em 1871, era o material restaurador comumente utilizado em restaurações de dentes anteriores (Swift, 1988), quando as propriedades anticariogênicas do fluoreto começaram a ser relatadas (Swartz, 1980; Tveit & Gjerdet, 1981). Forsten & Paunio, em 1972, determinaram a quantidade de flúor liberado pelo cimento de silicato, resinas acrílicas e compostas, incorporado na hidroxiapatita. Observou-se inicialmente maior incorporação de fluoreto do cimento de silicato, que das resinas, provavelmente pela dificuldade de fluoreto ser liberado, uma vez que se encontra “encapsulado” e firmemente fixado à matriz de resina após a polimerização.

Cranfield et al. (1982) relataram haver dois processos de difusão de fluoreto para sua liberação: o 1º é mais longo, havendo migração de íons fluoreto do corpo do material para a superfície, e o 2º, mais rápido, é a troca iônica do fluoreto da superfície da restauração para a solução externa. Portanto, a solubilidade dos compostos contendo fluoretos e a difusão do íon flúor através do material são os principais responsáveis pela liberação de fluoreto. Isso explica a pequena liberação de fluoreto a partir de resinas compostas, uma vez que estas são praticamente insolúveis. Nesse estudo verificou-se também maior liberação do fluoreto do silicato em meio ácido (pH=5,8), comparando com a solução quase neutra (pH=6,8) também usada como meio de imersão, pois a dissolução do silicato aumenta com o decréscimo de pH.

Em 1972, Wilson & Kent desenvolveram outro cimento, denominado ionômero de vidro, baseado na reação entre vidros de íons lixiviáveis e uma solução aquosa de ácido poliacrílico. Este cimento tem vantagens, quando comparado ao cimento de silicato, por apresentar maior resistência à tração e menor solubilidade em ácidos fracos.

Vários estudos se seguiram, testando as marcas comerciais dos cimentos de silicato e ionômero de vidro disponíveis entre 1970 e 1980 (Phillips, 1984; Maldonado *et al.*, 1978; Swartz, 1984; Lambert, 1990). Os autores acreditavam que a liberação de flúor envolvia vários fatores como: composição do material, solubilidade e retenção do flúor na estrutura do cimento (Meryon & Smith, 1984). Alguns comentaram que o total de flúor liberado depende também da proporção pó/líquido, sendo que quanto mais líquido é incorporado à mistura, mais flúor é liberado, devido ao aumento da solubilidade do cimento (Maldonado *et al.*, 1978). De modo geral, os produtos avaliados apresentavam uma intensa liberação de flúor nos primeiros dias, diminuindo progressivamente essa quantidade até atingir um nível quase constante para todas as situações. Alguns autores também concluíram que a adição de flúor a um cimento que já contenha flúor faz com que este libere quantidade de fluoretos significativamente maior *in vitro* (Derkson, 1982). Amostras mais espessas e imersas em soluções com baixo pH também exibiram maior liberação de flúor (Cranfield, 1982).

Em 1988, o Conselho de Materiais Dentários da A.D.A. fez um relatório sobre materiais restauradores que contém flúor. Na época, foi considerado que a causa mais comum de falhas de quase todos os materiais restauradores é o aparecimento de cárie secundária. Pesquisou-se então a adição de compostos de fluoreto em cimentos e materiais restauradores, em concentrações suficientes para atuar como agente anticariogênico efetivo, sem entretanto interferir nas propriedades físicas do produto (Ingram & Nash, 1980; Phillips, 1984; Featherstone, 1994; Preston *et al.*, 1999). A liberação de flúor confere ao material uma atividade cariostática, e o flúor presente na interface dente-restauração pode ser importante para inibir ou controlar o desenvolvimento de lesão de cárie nas paredes da cavidade (Tveit & Gjerdet, 1981; Han *et al.*, 2002; Imazato, 2003; Yoshiyama *et al.*, 2004).

O estudo de Arends & Ruben, em 1988, avaliou a liberação de flúor da resina composta Heliomolar durante 4 semanas, comparando-a com a resina composta P-30 (sem fluoreto em sua composição) e o cimento ionomérico Ketac

Bond. A liberação de pequena quantidade de fluoreto e as propriedades mecânicas da resina composta contendo flúor permaneceram constantes por vários anos, indicando que o flúor é liberado em pequenas quantidades através de difusão e não por dissolução do material, pois o grau de solubilidade desta resina é muito baixo. Para os cimentos ionoméricos, a liberação de flúor se deu por dissolução do material nos primeiros dias por troca iônica. Além disso, a resina composta com flúor inibiu os microrganismos cariogênicos e aumentou a resistência à solubilidade do esmalte e dentina em meio ácido, reduzindo ou limitando o aparecimento de cáries secundárias.

Ten Cate *et al.*, em 1990, revisaram diversos estudos *in vitro* relacionados aos efeitos do flúor no processo de desmineralização e remineralização dentário. Ele encontrou na literatura muitos trabalhos que descrevem a importância de um meio fluoretado na des/remineralização do esmalte dental. A presença de flúor constante e em baixa concentração é efetiva para promover uma deposição mineral (remineralização) e inibição da dissolução de minerais (desmineralização). Isto pode ser atribuído à precipitação concomitante de mineral rico em flúor que inibe futuras dissoluções. Esse processo resulta em inibição da desmineralização do esmalte hígido e um aumento da remineralização do esmalte lesionado.

Um dos primeiros estudos avaliando a liberação de flúor e a microinfiltração *in vitro* de um sistema adesivo contendo flúor, foi desenvolvido por Ferracane *et al.* (1998). Os autores também evidenciaram a penetração do flúor dentro da dentina e ao redor das restaurações Classe V. O resultado deste estudo confirmou que sistemas adesivos com flúor podem liberar íons fluoreto nos sítios de microinfiltração das cavidades restauradas. Como os sistemas adesivos ocupam uma área estratégica no preparo cavitário, sua efetividade têm sido relacionada à durabilidade da restauração (Itota *et al.*, 2002; Savarino *et al.*, 2004). Além disso, como os adesivos que liberam flúor estão em contato direto com o preparo cavitário, os íons fluoreto liberados poderiam penetrar e se difundir na dentina das paredes da cavidade (Toba *et al.*, 2003). Em 2001, ten Cate analisou

a possibilidade da remineralização de lesões de cárie no esmalte estendendo até a dentina. A análise da desmineralização e remineralização foi acompanhada com microrradiografias. Após a análise dos resultados, o autor concluiu que é possível remineralizar a lesão de cárie em dentina e esmalte, contudo o processo é lento, principalmente na dentina (Itota *et al.*, 2003).

Tsuchiya *et al.* (2004) descreveram a formação de uma camada ácido-resistente adjacente à camada híbrida após desafio ácido-base. Os resultados do estudo mostraram claramente a influência da composição do material adesivo na formação dessa camada ácido-resistente. Em 2002, Han *et al.* verificaram a quantidade de flúor liberado de sistemas adesivos e a presença do íon flúor na dentina e no esmalte adjacentes à restauração. Após análise dos resultados, os autores concluíram que houve liberação de flúor dos sistemas adesivos e do cimento resinoso. Foi observado aumento da presença do flúor na região de esmalte e dentina/interface a partir do aumento da espessura da camada ácido-resistente. Os autores concluíram que os materiais avaliados foram capazes de prevenir a formação da cárie secundária.

Em 2002, Itota *et al.* avaliaram *in vitro* o efeito de sistemas adesivos que liberam flúor na inibição de cáries secundárias nas paredes ou ao redor das lesões. Os resultados deste estudo mostraram que as restaurações combinadas, usando um sistema adesivo e um material restaurador, ambos contendo flúor, foram efetivas na inibição de cárie secundária. Entretanto, não foram capazes de reduzir a profundidade da lesão. Toba *et al.* (2003) verificou diminuição significativa na profundidade de lesão de cárie quando utilizou sistemas adesivos em associação à aplicação tópica de flúor na forma de gel, por 2 a 4 minutos em incisivos bovinos com restauração em cavidades preparadas na dentina vestibular e palatina. A formação da zona de inibição ocorreu somente para o sistema adesivo com flúor. Mesmo assim, os íons fluoreto presentes no sistema adesivo apresentam-se rodeados pela matriz resinosa, encontrando dificuldade para entrar em contato com a água, em função de ter a difusão limitada pela matriz resinosa polimerizada.

Em 2003, Dionysopoulos *et al.* avaliaram *in vitro* a capacidade de materiais restauradores contendo fluoreto de resistir à cárie quando usados na região radicular. Após análise dos resultados, os autores concluíram que a progressão da cárie secundária podia ser reduzida significativamente em dentina radicular quando foram usados como material restaurador o cimento de ionômero de vidro, o cimento de ionômero de vidro modificado por resina e a resina composta modificada por poliácido.

Em 2004, Itthagarun *et al.* estudaram a formação de áreas de inibição em lesões de cárie artificiais induzidas por restaurações adesivas e, sua relação com a permeabilidade dos sistemas adesivos autocondicionantes. A inibição de cárie foi um meio indireto de demonstrar a permeabilidade dos adesivos à água, que pode ser explicada com o uso dos adesivos autocondicionantes. O adesivo autocondicionante de dois passos, que não contém flúor, esteve associado à maior lesão, não dependendo do compósito utilizado, com ou sem liberação de flúor. Já, o Reactmer Bond produziu menores lesões com um compósito sem flúor e exibiu camada ácido-resistente nas paredes de dentina. A redução das lesões foi ainda mais significativa quando foi utilizado um compósito com liberação de flúor. Os resultados deste estudo mostraram que os sistemas adesivos autocondicionantes de um passo após a polimerização agem como membranas permeáveis. Essa permeabilidade aumenta o potencial inibidor de cárie dos sistemas adesivos e materiais restauradores que contém flúor.

Em 2005, Hara *et al.* avaliaram *in vitro* a taxa de liberação de flúor e o potencial de inibição de cárie secundária em raízes utilizando sistemas adesivos com flúor. Os resultados mostraram que, exceto o sistema adesivo Tenure Quick (Den-Mat), todos liberaram somas detectáveis de flúor durante as ciclagens de pH; e o sistema adesivo Optibond Solo Plus (Kerr) apresentou liberação do fluoreto em quantidades similares ao do cimento de ionômero de vidro (grupo controle positivo). Com relação ao potencial anticariogênico, os sistemas adesivos não inibiram a formação de cárie secundária, como foi observado para o cimento de ionômero de vidro.

Shinohara *et al.*, em 2006, avaliaram a influência de um sistema adesivo contendo fluoreto na resistência de união à dentina, e a morfologia da interface dentina-adesivo após ciclagem química. Os autores concluíram que a presença de flúor no sistema adesivo avaliado contribuiu significativamente para prevenir a cárie secundária e não interferiu na resistência de união à microtração.

Em contrapartida, Peris *et al.*, em 2007, avaliaram *in vitro* a influência de sistemas adesivos com e sem flúor na resistência de união por microtração de restaurações de compósito em dentina submetidas ou não a ciclagem de pH na formação de cárie secundária. Neste estudo os autores concluíram que os valores de resistência de união diminuíram significativamente após a formação da cárie secundária *in vitro* para todos os grupos. O flúor presente nos sistemas adesivos não foi capaz de inibir a formação de cárie secundária ou manter os valores de resistência de união, após a formação de cárie.

Atualmente, as resinas compostas têm sido o material restaurador direto de eleição na prática odontológica devido à sua qualidade estética e boas propriedades mecânicas. Infiltrações marginais e/ou falhas no selamento adesivo aumentam o risco de cárie dental secundária com o passar do tempo. Ambos defeitos são as causas mais relatadas como motivo de substituição das restaurações. Neste contexto, alguns fabricantes odontológicos procuram desenvolver sistemas adesivos e resinas compostas que liberem fluoretos com a finalidade de minimizar a ocorrência de fendas entre o substrato dentário e o material adesivo.

O levantamento bibliográfico ainda mostra poucos trabalhos sobre o comportamento de sistemas adesivos autocondicionantes que liberam flúor quanto à resistência de união e a resistência à desmineralização do esmalte e dentina, quando submetidos a envelhecimentos artificiais e à ciclagem de pH, seja de alto ou baixo desafio cariogênico.

3 PROPOSIÇÃO

Este estudo *in vitro* teve como objetivos gerais: (1) avaliar a união entre o tecido dentinário e materiais restauradores contendo ou não fluoretos e (2) analisar o comportamento dos tecidos dentários adjacentes às restaurações frente a desafio cariogênico.

Objetivos específicos:

- Avaliar a resistência de união restauração-dentina de quatro sistemas restauradores 24 horas após a confecção das restaurações ou após armazenamento por 1 ano em saliva artificial, utilizando o ensaio de Microtração. Adicionalmente, foi realizada a avaliação do padrão de fratura dos corpos de prova testados;
- Avaliar a microdureza da dentina e do esmalte ao redor das restaurações dos dentes submetidos às ciclagens térmica e de pH;
- Avaliar em soluções desmineralizantes e remineralizantes a liberação de íons fluoretos dos quatro sistemas restauradores.

4 MATERIAIS E MÉTODOS

Este estudo desenvolveu os seguintes métodos:

- 1) Ensaio de Resistência de União por Microtração;
- 2) Análise dos padrões de fratura por meio de imagens de Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV);
- 3) Microdureza Knoop Longitudinal dos tecidos dentais ao redor das restaurações;
- 4) Análise Quantitativa de Liberação de Flúor.

Foram utilizados dentes humanos, portanto o projeto foi submetido ao Comitê de Ética em Pesquisa da FOP-UNICAMP (ANEXO 1). Os experimentos foram realizados nesta mesma instituição, no Departamento de Odontologia Restauradora, no laboratório da Área de Dentística.

Quatro sistemas restauradores foram testados (Figuras 1 a 4):

- 1- GC Fuji II LC - ionômero de vidro modificado por resina fotopolimerizável (GC Corp., Tóquio, Japão).
- 2- Sistema Adesivo FL-Bond II e Resina composta Beautifil II - adesivo e resina com fluoretos na composição (Shofu Inc., Kyoto, Japão).
- 3- Sistema Adesivo Bond Force e Resina composta Estelite Sigma – adesivo com fluoreto na composição (Tokuyama Dental Corp. Tóquio, Japão).
- 4- Sistema Adesivo Adper Easy Bond e Resina composta Filtek Z350 XT – adesivo e resina sem fluoretos na composição (3M ESPE, St. Paul, MN, EUA).

As composições dos materiais estão descritas na Tabela 1.

Tabela 1 – Materiais, fabricantes, composição, número de lote e modo de aplicação.

Material (Fabricante)	Composição (# Lote)	Modo de Aplicação
GC Fuji II LC (GC Corp., Tóquio, Japão)	Cavity Conditioner: água destilada, ácido poliacrílico, hidrato de cloreto de alumínio, aditivo alimentício Blue No. 1 (1010151). pH = 1,9 Líquido: água destilada, ácido poliacrílico, HEMA, UDMA, canforoquinona (1012221). Pó: vidro de fluoroaluminossilicato (1012231).	Aplicação do Cavity Conditioner na superfície de adesão por 10 s com aplicador descartável. Lavagem com água deionizada por 10 s e secagem com papel absorvente, deixando a superfície levemente úmida. Misturar uma colher de pó a duas gotas de líquido por 20 s. Aplicação do material no preparo com espátula de inserção ou seringa Centrix, em incrementos de até 2 mm. Fotopolimerização por 20 s.
FL Bond II (Shofu Inc., Kyoto, Japão) pH = 2,2	Primer: etanol, monômero adesivo de metacrilato (120825). Bonding Resin: HEMA, UDMA, TEGDMA e partículas de vidro S-PRG (110833).	Aplicação de forma passiva o primer na superfície de adesão, deixando-o por 10 s. Aplicação de leve jato de ar por 5 s. Aplicação do adesivo em toda a superfície. Fotopolimerização por 10 s.
Beautifil II (Shofu Inc., Kyoto, Japão)	Bis-GMA, TEGDMA, partículas de vidro multi-funcionais, partículas S-PRG (à base de fluoroboroaluminossilicato) (011093)	Aplicação de incremento com no máximo 2 mm de espessura. Fotopolimerização por 20 s.
Bond Force (Tokuyama Dental Corp., Tóquio, Japão) pH = 2,3	Ácido de metacrilóiloxialkil fosfato (monômero com ácido fosfórico), álcool (C2-4 alkil), HEMA, Bis-GMA, TEGDMA, canforoquinona, água (135)	Aplicação de forma ativa na superfície de adesão por 20 s. Aplicação de leve jato de ar por 5 s, até que não haja mais movimentação visível do líquido. Aplicação de forte jato de ar por 5 s. Fotopolimerização por 10 s.
Estelite Sigma (Tokuyama Dental Corp., Tóquio, Japão)	Bis-GMA, TEGDMA, partículas de sílica-zircônia e partículas de compósito (E491)	Aplicação de incremento com no máximo 2 mm de espessura. Fotopolimerização por 20 s.
Adper Easy Bond (3M ESPE, St. Paul, EUA) pH = 3,5	HEMA, Bis-GMA, ésteres fosfóricos metacrilatos, sílica nanométrica, 1,6 hexanodiol dimetacrilato, metacrilato do ácido polialcenóico (co-polímero do vitrebond), álcool, água, canforoquinona, estabilizadores (431852)	Aplicação do adesivo por 20 s. Aplicação de jato de ar por 5 s. Fotopolimerização por 10 s.

Filtek Z350 XT (3M ESPE, St. Paul, EUA)	Bis-GMA, UDMA, TEGDMA, Bis-EMA, partículas de sílica, zircônia e de zircônia/sílica (N203442)	Aplicação de incremento com no máximo 2 mm de espessura. Fotopolimerização por 20 s.
---	---	--

2-hidroxietil metacrilato (HEMA); uretano dimetacrilato (UDMA); trietilenoglicol dimetacrilato (TEGDMA); bisfenol A diglicidil éter dimetacrilato (Bis-GMA); bisfenol A-polietileno glicol dieter dimetacrilato (Bis-EMA).



Figura 1 - Cavity Conditioner e ionômero de vidro modificado por resina GC Fuji II LC (GC Corp., Tóquio, Japão).



Figura 2 - Sistema Adesivo FL-Bond II, Giomer Beautifil II (Shofu Inc., Kyoto, Japão).



Figura 3 - Sistema Adesivo Bond Force, Resina Composta Estelite Sigma (Tokuyama Dental Corp. Tóquio, Japão).



Figura 4. Sistema Adesivo Adper Easy Bond, Resina Composta Filtek Z350 XT (3M ESPE, St. Paul, EUA).

4.1- Resistência de União (teste de microtração)

Unidades experimentais:

- 32 (n=8) terceiros molares humanos hígidos.

Fatores em estudo:

- Sistema Restaurador (4 níveis:)
- Tempo (2 níveis)

Variável de resposta:

- Resistência de união (em MPa)

Foram utilizados nesta parte do estudo 32 terceiros molares humanos, os quais foram submetidos à raspagem manual com cureta periodontal (Duflex, SS White) para remoção de debris orgânicos e polidos com taça de borracha (KG Sorensen) e pasta de pedra-pomes (SS White) e água. Em seguida, esses dentes foram armazenados em água destilada até o momento da sua utilização.

O estudo da resistência de união do material ionomérico e dos adesivos/resina utilizou a metodologia de microtração descrita por Sano *et al.* (1994) e modificado por Shono *et al.* (1999). Inicialmente, os dentes tiveram o esmalte oclusal removido com disco diamantado (Buehler Ltd) em cortadeira metalográfica para a exposição da superfície dentinária (Figura 5). As superfícies dentinárias foram abrasionadas com lixas de carbeto de silício (granulação 600), sob refrigeração com água durante 10 segundos, para padronização da *smear layer* e planificação do substrato dentinário. Em seguida, os dentes foram aleatoriamente divididos em quatro grupos experimentais (n=8), que corresponderam a cada um dos sistemas restauradores.

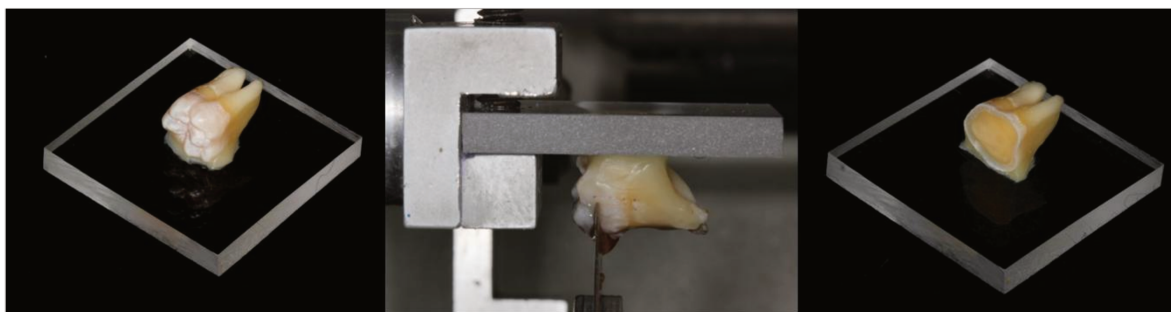


Figura 5 - Terceiros molares humanos hígidos tiveram a porção coronária removida com disco diamantado (Buehler Ltd) em cortadeira metalográfica para a exposição da superfície coronária da dentina.

Todos os sistemas restauradores foram utilizados de acordo com as recomendações dos respectivos fabricantes (Figura 6) e fotoativados com aparelho de lâmpada halógena (Optilux 501, Demetron/Kerr Corp.). A intensidade da luz emitida pelo aparelho foi verificada periodicamente com o radiômetro (Demetron), obtendo-se um valor médio de 500 mW/cm². Para os grupos experimentais (grupos com o agente de união + compósito), após a aplicação e a fotoativação dos sistemas de união, a respectiva resina composta foi inserida na superfície dentária tratada pelo adesivo. Foram aplicadas 3 camadas de resina, com 2 mm de espessura cada incremento, formando um bloco de compósito de aproximadamente 6 mm de altura, cada incremento foi polimerizado por 20 segundos. Os dentes restaurados foram imersos em água destilada e armazenados em estufa a 37 °C, durante 24 horas. Para o Grupo Controle (ionômero de vidro), após o condicionamento com o GC Cavity Conditioner, o material ionomérico foi aplicado com espátula Suprafill 1 (Duflex – SSWhite), também de modo incremental (2mm cada incremento, seguido de fotoativação por 20 s) na superfície dentinária para formar um bloco com, aproximadamente, 6 mm de altura.

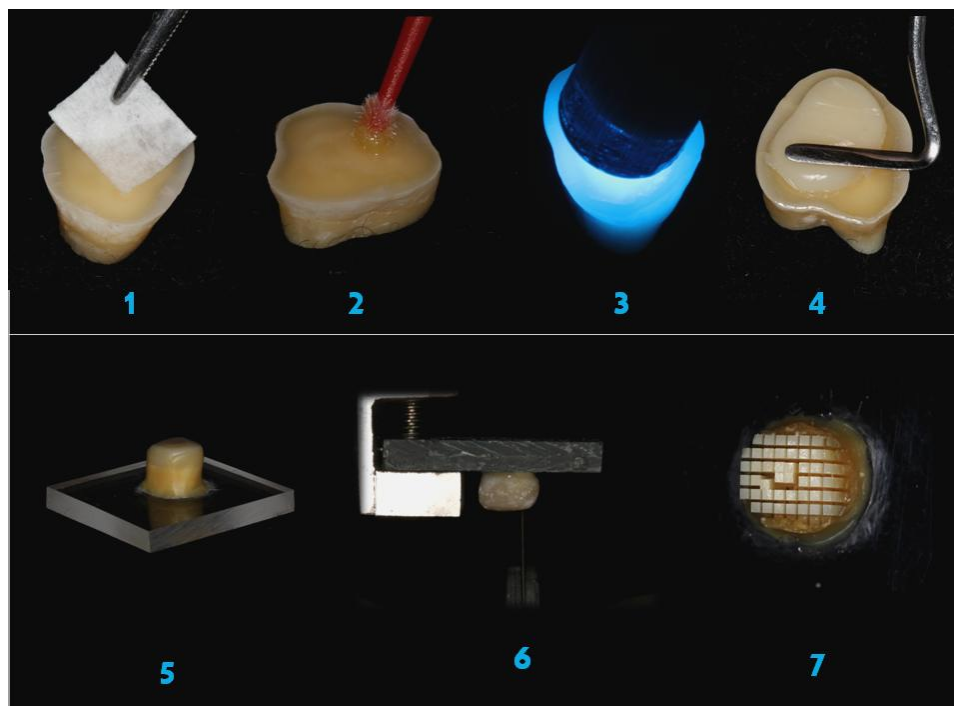


Figura 6 - Preparo das amostras para o teste de Microtração em dentina referente aos sistemas adesivos com resina composta. 1 – Secagem da dentina com pedaços de papel absorvente. 2 - Aplicação do primer/adesivo. 3 – Fotopolimerização do adesivo. 4 – Aplicação de incrementos de 2 mm de resina composta, com subsequente fotoativação, até formar um bloco de compósito de 6mm de altura. 5 – Fixação com cera pegajosa do dente restaurado em uma placa de acrílico. 6 - Disco de alta concentração de diamante (Buehler Ltd.), sob refrigeração, para cortes uniformes das secções vestibulo-linguais e mésio-distais, perpendiculares à interface de união dos dentes restaurados. 7 – Obtenção de palitos a serem testados na máquina universal de ensaio (EZ Test, Shimadzu Corp.).

Em seguida foram realizadas secções vestibulo-linguais e mésio-distais, perpendiculares à interface de união dos dentes restaurados. As secções utilizaram um disco de alta concentração de diamante (Buehler Ltda.), obtendo-se no mínimo de 6 a 8 parcelas por dente, com o formato de paralelepípedos ou “palitos”, com área na secção transversal de aproximadamente $1,0 \text{ mm}^2$. Metade do número de palitos (3 a 4) foi armazenada por 24 horas e em seguida testada. A

outra metade foi armazenada por 1 ano, em tubos “eppendorfs” contendo saliva artificial em estufa à 37°C, até o momento do ensaio de microtração.

O armazenamento por 1 ano foi feito em solução de saliva artificial com pH neutro para não provocar desmineralização ou qualquer tipo de dano aos palitos, apenas o efeito do armazenamento e degradação hidrolítica a 37°C. A solução foi substituída a cada 2 semanas com a finalidade de evitar a formação de fungos, colonização de bactérias e dispensar o uso de agentes antimicrobianos, os quais poderiam interferir nos resultados da pesquisa.

Os espécimes foram testados em dispositivo para microtração acoplado à máquina universal de ensaio (EZ Test, Shimadzu Corp.). Cada corpo-de-prova foi fixado com cola à base de cianoacrilato (Super Bonder, Henkel/Loctite) nas garras específicas do dispositivo de microtração e testados sob velocidade constante de 0,5 mm/min até o momento da fratura do espécime (Figura 7). O valor da carga para ruptura da união em quilogramas-força (Kgf) foi anotado e a resistência de união dos grupos foi calculada em MegaPascal (MPa), a partir da área de secção transversal dos espécimes, que foi mensurada com paquímetro digital (Starrett 727-2001).



Figura 7 – Palito fixado com cola à base de cianoacrilato (Super Bonder, Henkel/Loctite) em dispositivo para microtração acoplado à máquina universal de ensaio (EZ Test, Shimadzu Corp.).

4.2- Análise do Padrão de Fratura (MEV):

As superfícies resultantes da fratura de cada palito foram analisadas em MEV para classificação quanto ao padrão de fratura. Os palitos fraturados foram fixados com resina composta fotopolimerizável em *stubs* metálicos, mantendo as áreas envolvidas nas fraturas voltadas para cima. Em seguida, esses fragmentos foram metalizados (Denton Desk II) e observados em MEV (JSM 5600LV, Jeol) com aumentos entre 100x a 2.000x.

A classificação do padrão de fratura foi realizada segundo as estruturas envolvidas:

A) Para o cimento de ionômero de vidro modificado por resina:

Tipo I: falha coesiva no material restaurador;

Tipo II: falha adesiva entre a superfície dentinária e o material restaurador.

B) Para os sistemas adesivos com resina composta:

Tipo I: falha coesiva no material restaurador;

Tipo II: falha adesiva entre a superfície dentinária e o material restaurador;

Tipo III: falha adesiva entre a resina composta e o agente de união;

Tipo IV: falha mista caracterizada pela exposição da superfície dentinária, do adesivo e pela presença da resina composta;

Tipo V: falha coesiva no sistema adesivo;

Tipo VI: falha coesiva na camada híbrida e

Tipo VII: falha coesiva na dentina.

4.3 Análise de microdureza longitudinal da dentina e do esmalte dental ao redor das restaurações:

Unidades experimentais:

- 32 (n=8) terceiros molares humanos.

Fatores em estudo:

- Sistema Restaurador (4 níveis)
- Distância (3 níveis: 50, 150 e 300 μm da restauração)
- Profundidade (6 níveis: 10, 40, 80, 120, 160 e 200 μm em relação à superfície da dentina ou do esmalte)

Variável de resposta:

- Microdureza (em KHN)

Para este estudo foram utilizados 32 terceiros molares humanos, os quais foram limpos por meio de raspagem para remoção de restos teciduais e armazenados em água destilada, em geladeira, por no máximo 3 meses antes do uso na pesquisa. Na região cervical (junção cimento-esmalte) foram preparadas cavidades classe V, em máquina padronizadora de preparo cavitário (Projetada e desenhada por Marcelo Nucci-FAPESP #99/10339-6) (Figura 8), com as dimensões de 3 X 3 mm (diâmetro e profundidade), confeccionadas com pontas diamantadas 3018 (KG Sorensen) em alta rotação (Kavo) e com refrigeração. As pontas foram descartadas e substituídas por novas a cada 3 preparos. Os dentes preparados foram divididos aleatoriamente em 4 grupos (n= 8).

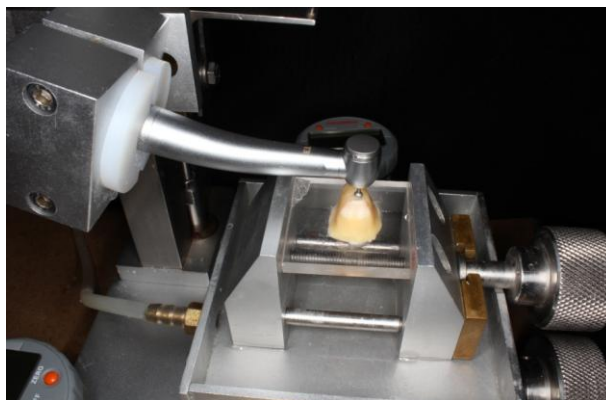


Figura 8 - Confeção de cavidade Classe V em máquina padronizadora de preparo cavitário.

As amostras foram lavadas com água e secas com jatos de ar isentos de óleo. Os sistemas restauradores FL-BondII/Beautifil II, Bond Force/Estelite Sigma, Adper Easy Bond/Filtek Z350 XT foram utilizados de acordo com as instruções dos fabricantes (Figura 9). Para o grupo controle, realizou-se a aplicação do produto Cavity Conditioner na cavidade durante 10 segundos, lavagem com seringa tríplice e secagem com papel absorvente. Em seguida, o material ionomérico foi aplicado em incremento único com auxílio de seringa Centrix (DFL) e fotoativado por 20 segundos. Para os grupos experimentais, a resina composta foi aplicada incrementalmente, com auxílio de uma espátula de inserção nº 1 (Hu-Friedy). Foram inseridas duas camadas de espessura de 1,5 mm, pela técnica incremental horizontal, as quais foram polimerizadas individualmente (Reis *et al.*, 2003). Em seguida, foi realizado o acabamento inicial com discos de óxido de alumínio (Soflex, 3M ESPE). Após 24 horas de armazenamento em água destilada, em ambiente refrigerado, realizou-se o acabamento final e o polimento das restaurações com discos sequenciais impregnados com óxido de alumínio (Soflex, 3M ESPE). Após o polimento, observou-se as margens das restaurações em lupa estereoscópica (Meiji *et al.*, 2000) para verificar possíveis remanescentes ou excessos de material restaurador além da cavidade.

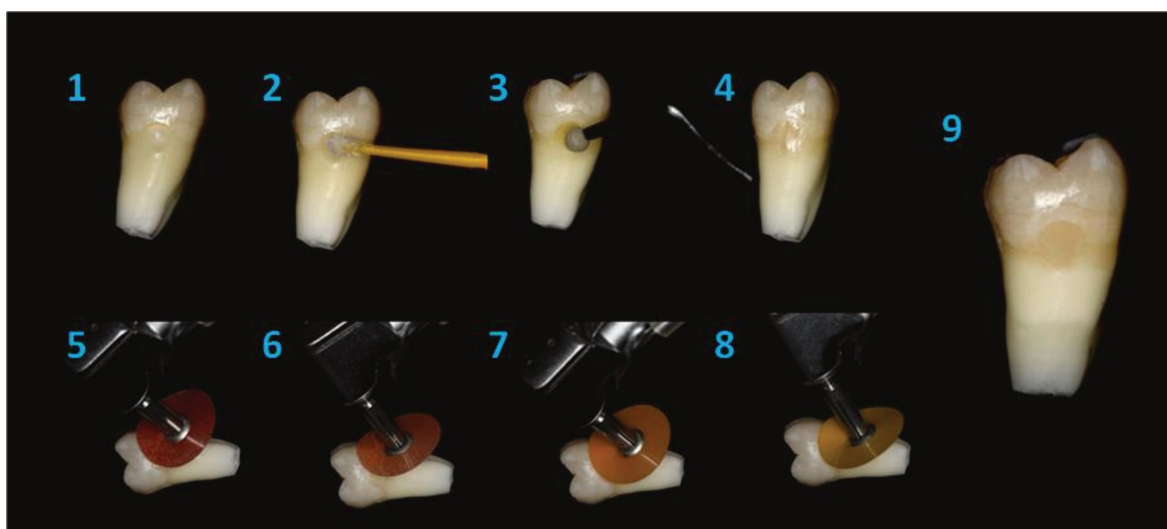


Figura 9 - Restauração das cavidades Classe V com sistemas adesivos e resina composta. 1 – Cavidade recém preparada. 2 – Aplicação do primer/adesivo seguida de fotopolimerização. 3 – Inserção dos incrementos de resina composta. 4 – Dente restaurado após fotoativação. 5,6,7 e 8 - Acabamento final e polimento das restaurações com discos sequenciais impregnados com óxido de alumínio (Soflex, 3M ESPE). 9 – Aspecto final da restauração.

Os dentes restaurados foram submetidos à ciclagem térmica (3.000 ciclos) em equipamento MSCT-3 (Marcelo Nucci ME), com imersões em banhos com temperaturas de $5^{\circ}\text{C} \pm 1$ e $55^{\circ}\text{C} \pm 1$, por 1 minuto cada (Hara *et al.*, 2004). Após a ciclagem térmica, os dentes foram submetidos à ciclagem de pH, por 8 dias. Todo o dente foi protegido com esmalte para unhas vermelho (Risqué), exceto a restauração e uma área adjacente às margens (1,0mm de espessura ao redor da restauração). Isso delimitou a área que sofreu os tratamentos de desmineralização e remineralização.

4.4- Ciclagem de pH

As amostras destinadas à indução de cárie foram submetidas ao regime de ciclagem de pH baseado nos estudos de Shinkai *et al.* (2001), modificado de Featherstone *et al.* (1986). Estudos pilotos prévios foram realizados para

determinar o número de ciclos e período de exposição às soluções desmineralizante (DES) e remineralizante (RE) que se adequasse melhor à metodologia proposta.

Cada ciclo era constituído da imersão individual do espécime em solução DES por 7 horas e mais 17 horas em solução RE. A solução DES era composta por solução tamponada de ácido acético com 2,2 mM de cálcio (CaCl), 2,2 mM de fosfato (NaH₂PO₄), 0,05 M de ácido acético e 1 ppm de fluoreto, pH 4,5 (6,25 mL de solução/mm² de área dental exposta) (Wefel, Heilman & Jordan, 1995). A composição química da solução RE era de 1,5 mM de cálcio, 0,9 mM de fosfato, 0,15 M de KCl, tampão Tris, pH 7,0 (3,125mL/mm² de área dental exposta) (modificado de Featherstone *et al.*, 1986). Como o volume da solução DES correspondia ao dobro do da RE, preparou-se cada metade do volume de DES separadamente, diferenciando-se assim as soluções em DES1 (que foi utilizada nos 4 primeiros dias do ciclo) e DES2 (utilizada nos 4 últimos dias do ciclo). Os valores de concentração de fluoreto nas soluções recém preparadas sem uso foram mensurados para posterior comparação com as soluções utilizadas na ciclagem, obtendo-se: DES1 = 1,090µgF/cm²; DES2 = 1,103µgF/cm²; RE = 0,007µgF/cm².

Cada ciclo foi constituído de imersão das amostras em 81,64 mL de solução desmineralizadora por 7 horas, a 37°C. Após esse período, foram lavadas por 30 segundos em água destilada deionizada imersas em 39,93 mL de solução remineralizadora por 17 horas, a 37°C. O volume de soluções DES e RE foi calculado em função da área exposta à ciclagem por amostra, na proporção de 6,25 mL/mm² e 3,125 mL/mm² respectivamente (Shinkai *et al.*, 2001). O cálculo da área exposta das amostras se baseou no valor da área total sem cobertura de esmalte isolante (19,625 mm²), menos a área correspondente apenas à restauração (7,065 mm²), obtendo-se assim 12,56 mm² de área total exposta.

No total, foram realizados 8 ciclos de 24 horas, sendo que 10 mL de cada solução foram coletados ao final do 4º dia do ciclo e as soluções foram

renovadas antes do início do 5º dia do ciclo. Ao final do último dia do ciclo, 10 mL de cada solução foram coletados. As soluções coletadas ao 4º (Tempo 1) e 8º (Tempo 2) dias, foram utilizadas para posterior análise quantitativa de flúor.

4.5- Preparo das amostras para o teste de microdureza

Após as ciclagens, as amostras foram seccionadas no sentido do longo eixo do dente, em cortadeira metalográfica, exatamente no meio das restaurações, de forma a separá-las em duas metades. As metades foram incluídas em cilindros de resina acrílica com dimensões de 3 cm X 8 mm (Figura 10), para posterior uso de lixas de Al_2O_3 de granulação 320, 600 e 1200 em politriz (APL-4, Arotec) sob refrigeração com água. Para o polimento final foram utilizados discos de feltro (Polishing Cloth, Buelher) e pasta de diamante de 6 μm , 3 μm e 1 μm . Entre os procedimentos de polimento, as amostras foram colocadas em aparelho de ultrassom (Ultrasonic) para remoção das partículas de lixa e para não prejudicar o polimento seguinte. As mensurações de microdureza Knoop foram realizadas na região interna da dentina nas profundidades de 10, 40, 80, 120, 160 e 200 μm em relação à superfície da dentina e nas distâncias de 50, 150 e 300 μm da restauração em todas as profundidades, utilizando uma carga de 2,5 gramas durante 5 segundos (Figura 11). Para as mensurações na região de esmalte, foram utilizadas as mesmas profundidades e distâncias da restauração acima, porém utilizando-se uma carga de 5 gramas durante 5 segundos.



Figura 10 – Amostra preparada para análise da microdureza de esmalte e dentina.

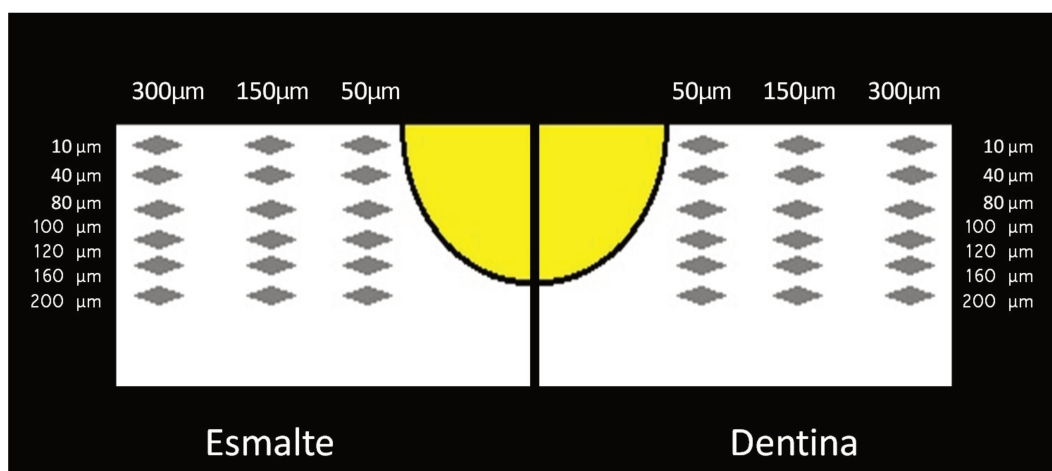


Figura 11 - Regiões das mensurações da microdureza Knoop em esmalte e dentina.

4.6- Análise Quantitativa de Liberação de Flúor

Fatores em estudo:

- Sistema Restaurador (4 níveis)
- Meio (2 níveis: solução DES e solução RE)

Variável de resposta:

- Liberação de fluoreto (em $\mu\text{gF}/\text{cm}^2$)

A concentração de fluoreto em todas as soluções DES e RE foi determinada por meio de potenciômetro (ORION EA - 940, Orion Research Inc. Boston, MA 02129) com um eletrodo específico para flúor ORION 96-09, utilizando uma curva de calibração com padrões de 0,031, 0,062, 0,125, 0,250, 0,500, 1,000, 1,600 ppm F^- , preparadas com TISAB III (*Total Ionic Strength Adjustment Buffer*; Termo Orion, Beverly, MA, USA) sendo 2,0 ml de padrão (ou amostra) + 0,2 ml de TISAB III. As leituras das amostras foram expressas em milivolt (mV) e transformadas em $\mu g F^-/ml$ (ppm F^-) através da regressão linear da curva de calibração.

5 RESULTADOS

5.1 Teste de Microtração

Após análise exploratória, os dados foram submetidos ao teste de normalidade (informações estatísticas complementares – Anexo 2). Em seguida, os dados foram analisados por meio da análise de variância (ANOVA), considerando os fatores: 1 - Material (FL-Bond II/Beautifil II, Bond Force/Estelite Sigma, GC Fuji II LC e Adper Easy Bond/Filtek Z350 XT), 2 - Tempo (imediato e 1 ano). Uma vez que o teste ANOVA mostrou que havia diferença entre os grupos ($p \leq 0,05$), foi usado o teste de Bonferroni para identificar as diferenças.

Tabela 2. Análise de variância para avaliação dos dados de resistência de união imediata e após um ano de armazenamento.

Variável	Valor de “p”
Sistema Restaurador	0,0001
Tempo	0,5060
Interação Sistema Restaurador x Tempo	0,7733

De acordo com os dados obtidos na Tabela 2, a ANOVA indicou que houve diferença estatística para o fator sistema restaurador ($p=0.0001$). Já o tempo de avaliação ($p=0.5060$) e a interação sistema restaurador x tempo ($p=0,7733$) não foram significativos.

Os valores médios de resistência de união imediata e após um ano, incluindo o desvio padrão, dos quatro grupos empregados estão representados na Tabela 3. Diferenças estatísticas foram averiguadas com a aplicação do teste de Bonferroni ao nível de significância de 5%.

Tabela 3. Valores de Resistência de União (MPa) e desvio padrão imediata e após um ano de armazenamento.

Sistema Restaurador	Tempo	
	Imediato	1 ano
GC Fuji II LC	27,2 (4,5) A b	27,7 (7,1) A b
Bond FL II/ Beautifil II	36,9 (12,9) A ab	41,4 (6,5) A ab
Bond Force/ Estelite Sigma	35,5 (13,5) A ab	33,4 (8,9) A b
Adper Easy Bond/ Filtek Z350XT	49,7 (13,7) A a	53,8 (11,6) A a

Médias seguidas de letras distintas maiúsculas na horizontal comparando tempo e minúsculas na vertical comparando sistema restaurador diferem entre si pelo teste de Bonferroni ($p < 0,05$).

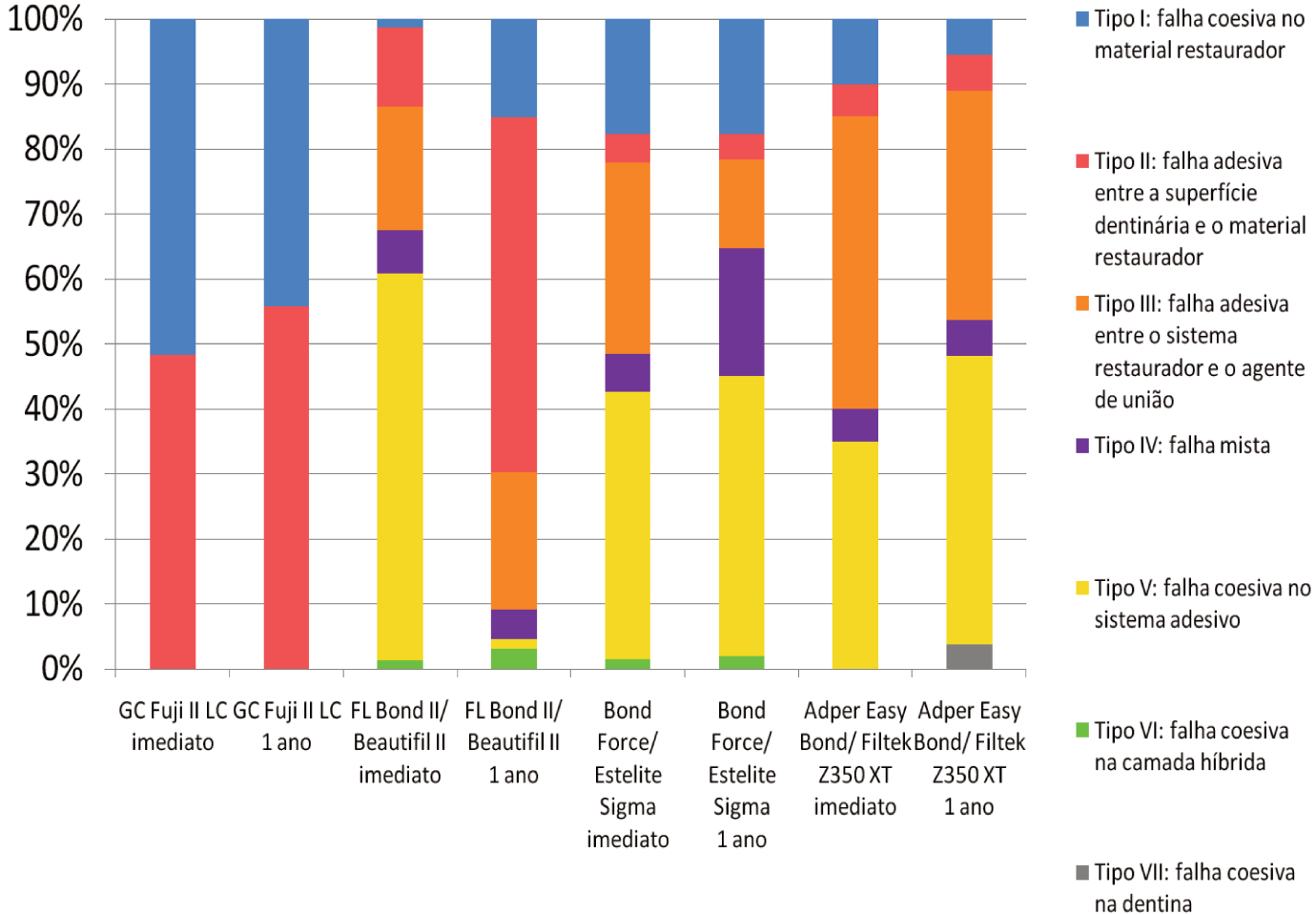
Os valores de resistência de união mostraram que não houve diferença estatística significativa entre os tempos: imediato e um ano ($p > 0,05$). Os resultados imediatos mostraram que o sistema restaurador Adper Easy Bond/ Filtek Z350XT apresentou maior resistência de união à dentina que GC Fuji II LC ($p < 0,05$), sendo que os sistemas restauradores Bond FL II/ Beautifil II e Bond Force/ Estelite Sigma não apresentaram diferença estatisticamente significativa entre si, nem com relação aos outros materiais testados, no tempo imediato.

Os resultados após um ano mostraram que o sistema restaurador Adper Easy Bond/ Filtek Z350XT apresentou maior resistência de união à dentina do que os grupos GC Fuji II LC e Bond Force/ Estelite Sigma, sendo que o sistema restaurador Bond FL II/ Beautifil II não apresentou diferença estatisticamente significativa com relação aos outros materiais testados.

5.2 Análise do Padrão de Fratura

A Figura 12 representa a classificação e distribuição percentual dos padrões de fratura observados em cada grupo nos tempos: imediato e após um ano. As Figuras 13 a 20 mostram os padrões de fratura dos materiais restauradores nestes tempos de avaliação.

Figura 12 - Representação gráfica de barra da classificação e distribuição percentual dos padrões de fratura nos tempos: imediato e após um ano.



O sistema restaurador FL-Bond II apresentou maior incidência do padrão de fratura tipo V no tempo imediato. Já após 1 ano, a maior incidência do padrão de fratura desse grupo foi do tipo II, sendo o tipo III o segundo de maior incidência nos dois tempos de avaliação.

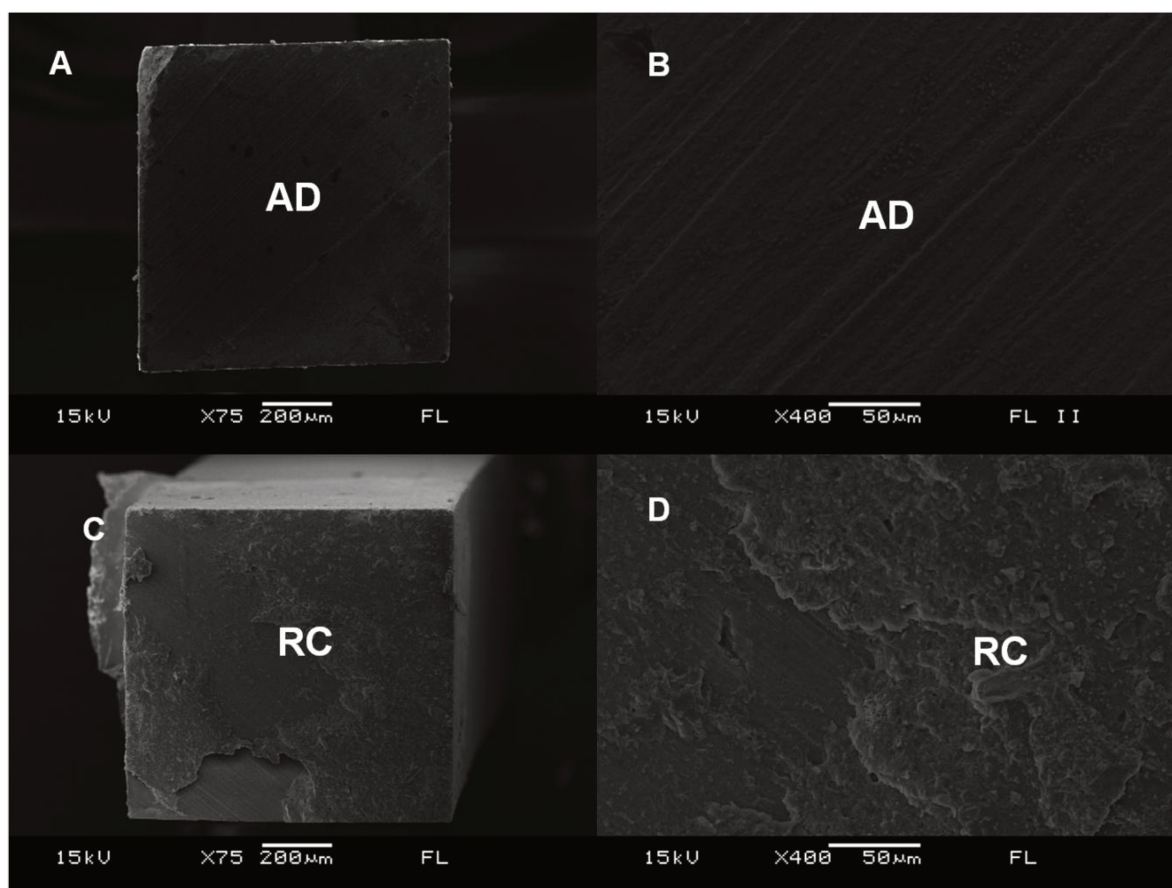


Figura 13 – Microscopias ilustrativas do padrão de fratura imediato para o sistema restaurador FL Bond II/Beautifil II: (A) Falha coesiva no sistema adesivo, menor aumento (x75) mostrando um lado do espécime fraturado. (B) Maior aumento (x400) mostrando a superfície do adesivo após fratura coesiva. (C) Falha adesiva entre a resina composta e o agente de união, menor aumento (x75) mostrando um lado do espécime fraturado. (D) Maior aumento (x400) mostrando a superfície da resina composta após fratura entre a resina e o compósito. (RC) - Resina Composta. (AD) - Sistema Adesivo.

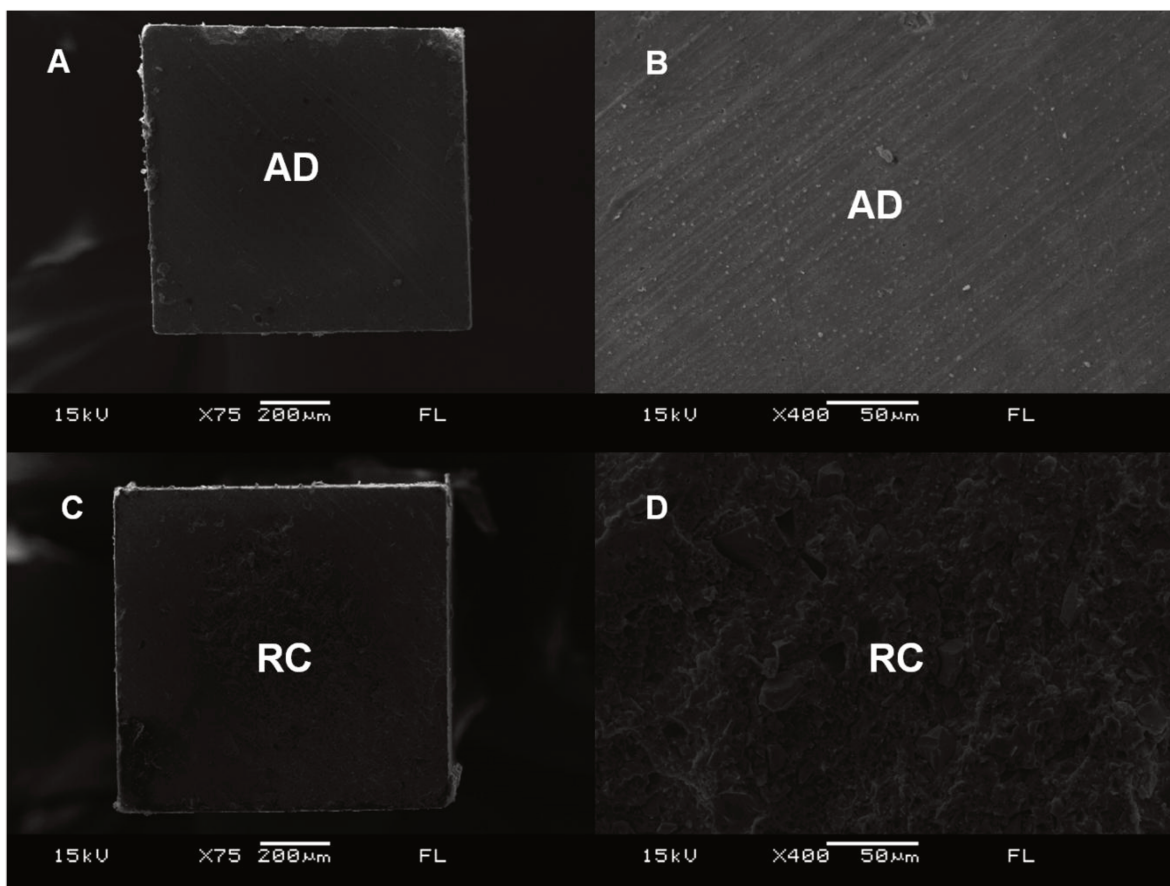


Figura 14 – Microscopias ilustrativas do padrão de fratura após um ano para o sistema restaurador FL Bond II/Beautiful II: (A) Falha adesiva entre a superfície dentinária e o material restaurador, menor aumento (x75) mostrando um lado do espécime fraturado. (B) Maior aumento (x400) mostrando a superfície dentinária e do adesivo após a falha adesiva. (C) Falha adesiva entre a resina composta e o agente de união, menor aumento (x75) mostrando um lado do espécime fraturado. (D) Maior aumento (x400) mostrando a superfície da resina composta após fratura coesiva. (AD) - Sistema Adesivo. (RC) – Resina Composta.

O sistema restaurador Bond Force apresentou maior incidência do padrão de fratura tipo V nos dois tempos. O padrão de fratura tipo III foi o segundo de maior incidência no tempo imediato. Após 1 ano de armazenamento, os tipos I, III e IV tiveram considerável predominância, mas inferiores ao tipo V.

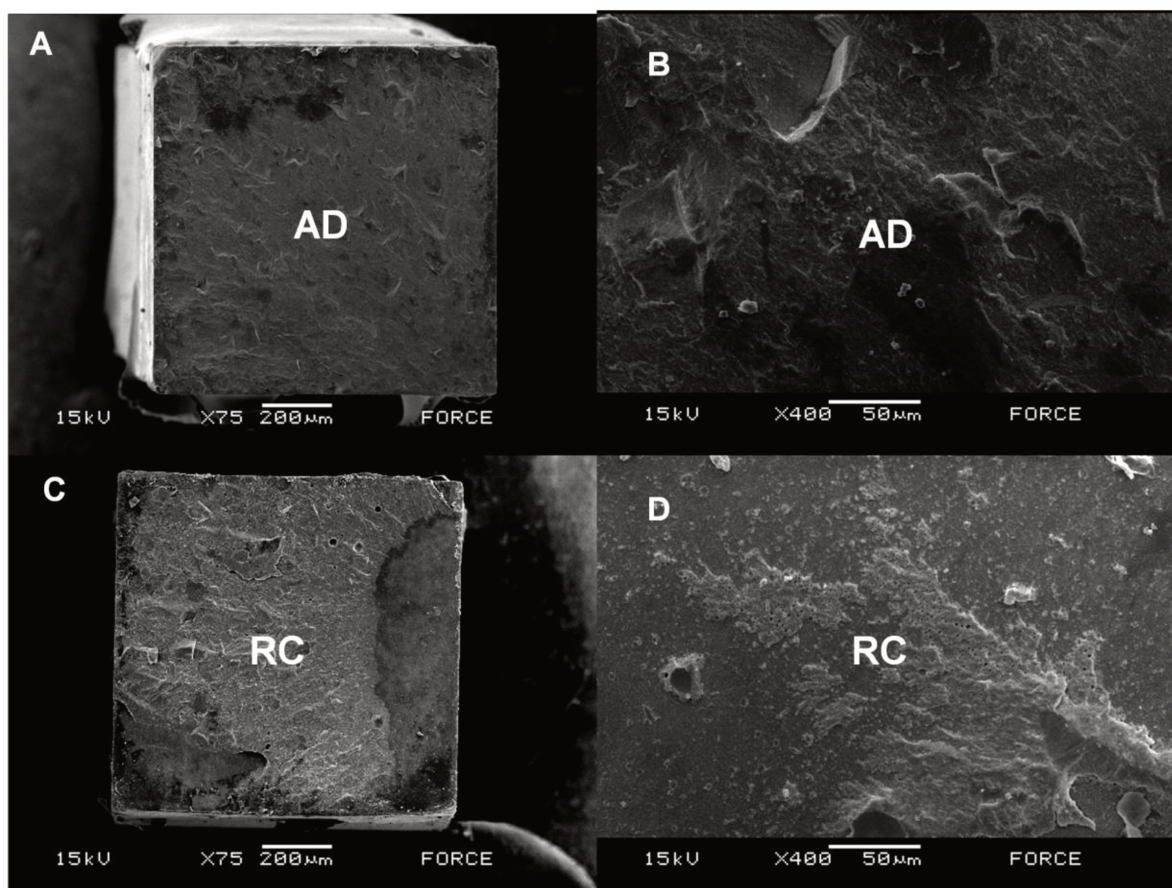


Figura 15 – Microscopias ilustrativas do padrão de fratura imediato para o sistema restaurador Bond Force/Estelite Sigma: Falha coesiva no sistema adesivo (A), menor aumento (x75) mostrando um lado do espécime fraturado. (B) maior aumento (x400) mostrando a superfície do adesivo após fratura coesiva. Falha adesiva entre a resina composta e o agente de união (C), menor aumento (x75) mostrando um lado do espécime fraturado. (D) Maior aumento (x400) mostrando a superfície da resina composta após fratura coesiva. (RC) - Resina Composta. (AD) - Sistema Adesivo.

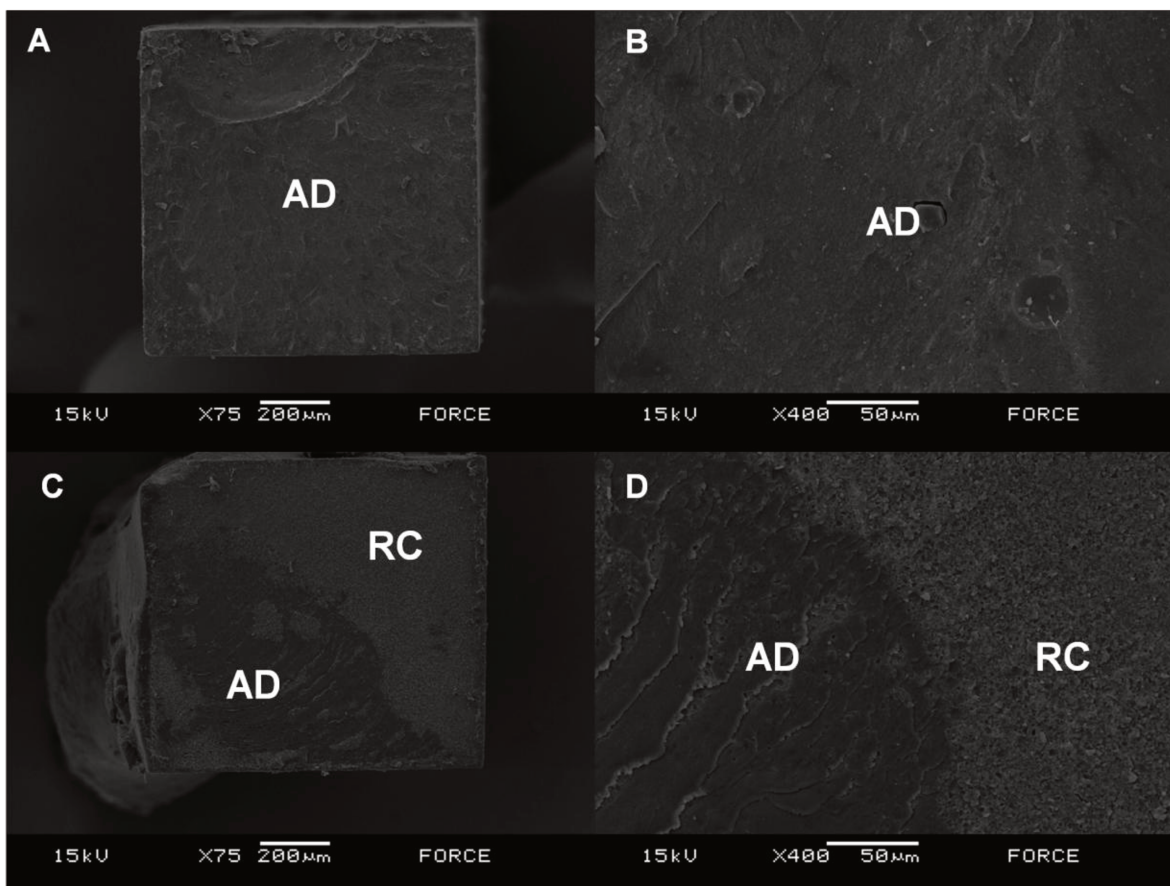


Figura 16 – Microscopias ilustrativas do padrão de fratura após um para no sistema restaurador Bond Force/Estelite Sigma: (A) Falha coesiva no sistema adesivo. Menor aumento (x75) mostrando um lado do espécime fraturado, (B) Maior aumento (x400) mostrando a superfície do adesivo após fratura coesiva; e (C) Falha mista. Menor aumento (x75) mostrando um lado do espécime fraturado, (D) Maior aumento (x400) mostrando a superfície do adesivo e da resina composta após fratura mista. (RC) - Resina Composta. (AD) - Sistema Adesivo.

O padrão de fratura do sistema restaurador GC Fuji II LC teve apenas duas formas de classificação: tipo I (falha coesiva no material restaurador) e tipo II (falha adesiva entre a superfície dentinária e o material restaurador). Este material apresentou incidências equivalentes do tipo I e tipo II nos dois tempos avaliados.

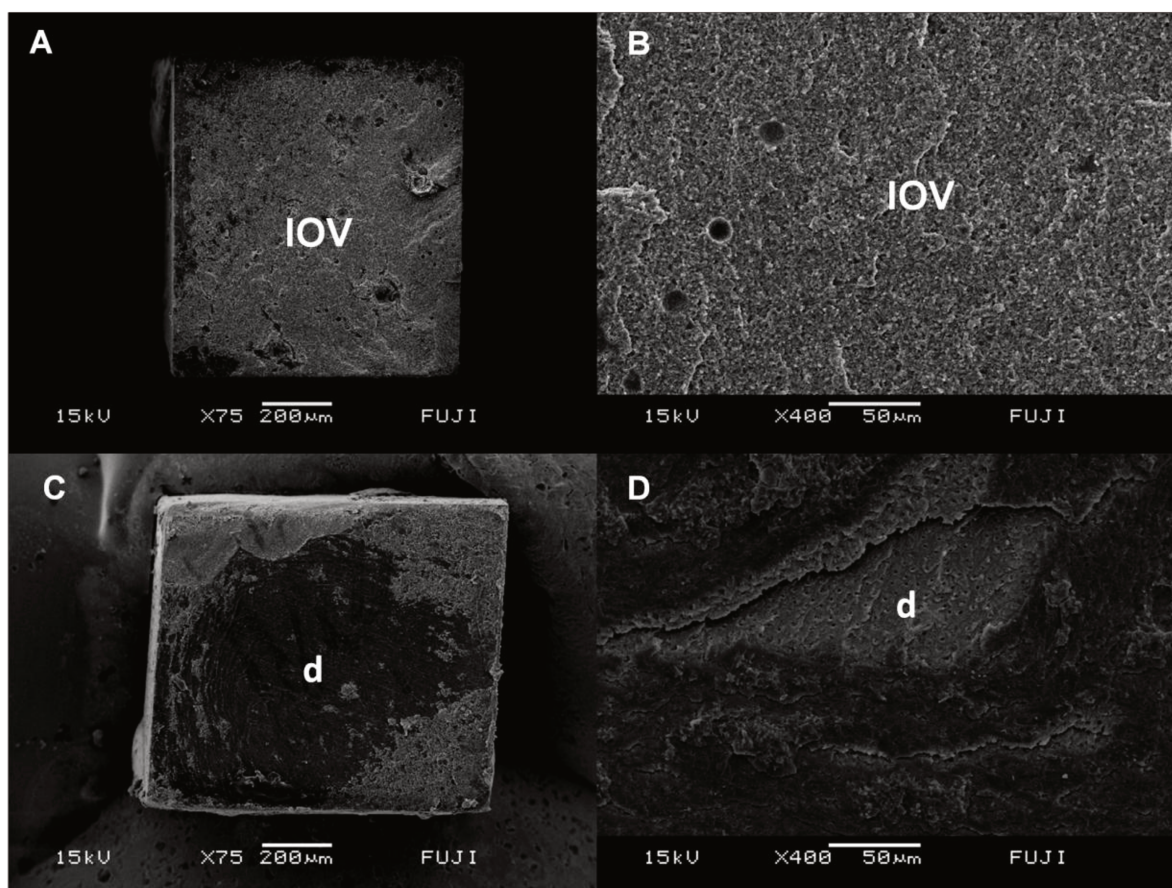


Figura 17 – Microscopias ilustrativas do padrão de fratura imediato para o sistema restaurador GC Fuji II LC: (A) Falha coesiva no material restaurador, menor aumento (x75) mostrando um lado do espécime fraturado. (B) Maior aumento (x400) mostrando a superfície do ionômero de vidro após fratura coesiva. (C) Falha entre a dentina e o material restaurador, menor aumento (x75) mostrando um lado do espécime fraturado. (D) Maior aumento (x400) mostrando a superfície do adesivo após fratura coesiva. (IOV) - Ionômero de Vidro. (d) – Dentina.

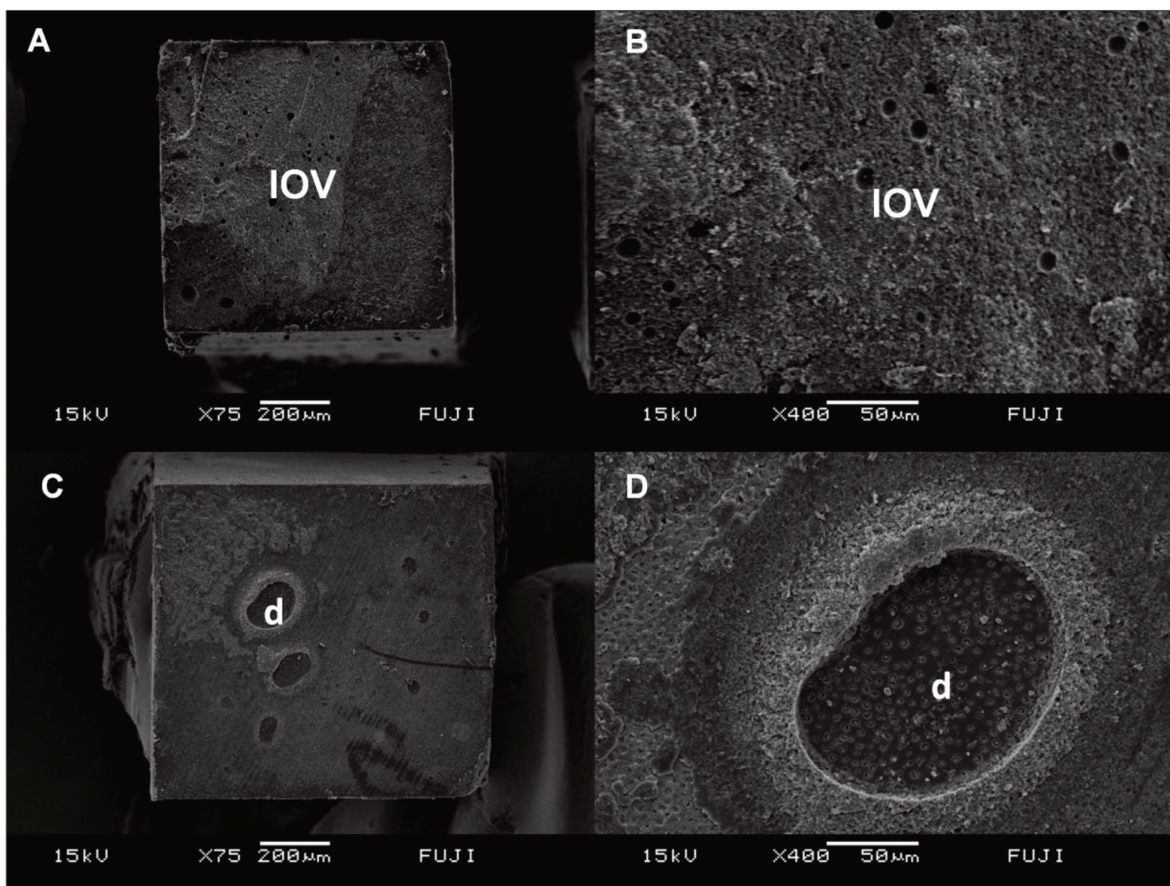


Figura 18 – Microscopias ilustrativas do padrão de fratura após um ano para o sistema restaurador GC Fuji II LC: (A) Falha coesiva no material restaurador, menor aumento (x75) mostrando um lado do espécime fraturado. (B) Maior aumento (x400) mostrando a superfície do ionômero de vidro após fratura coesiva. (C) Falha adesiva entre a superfície dentinária e o material restaurador, menor aumento (x75) mostrando um lado do espécime fraturado. (D) Maior aumento (x400) mostrando a superfície dentinária o ionômero de vidro após fratura coesiva. (IOV) - Ionômero de Vidro. (d) – Dentina.

No tempo imediato, o sistema restaurador Adper Easy Bond apresentou maior incidência do padrão de fratura tipo III, e o tipo V foi o segundo de maior incidência. Após 1 ano, ocorreu o oposto, ou seja, a maior incidência foi do tipo V, seguido do tipo III. Em ambos os tempos foram observados falhas tipos I, II, IV e VII, sendo essa última somente observada para este sistema restaurador.

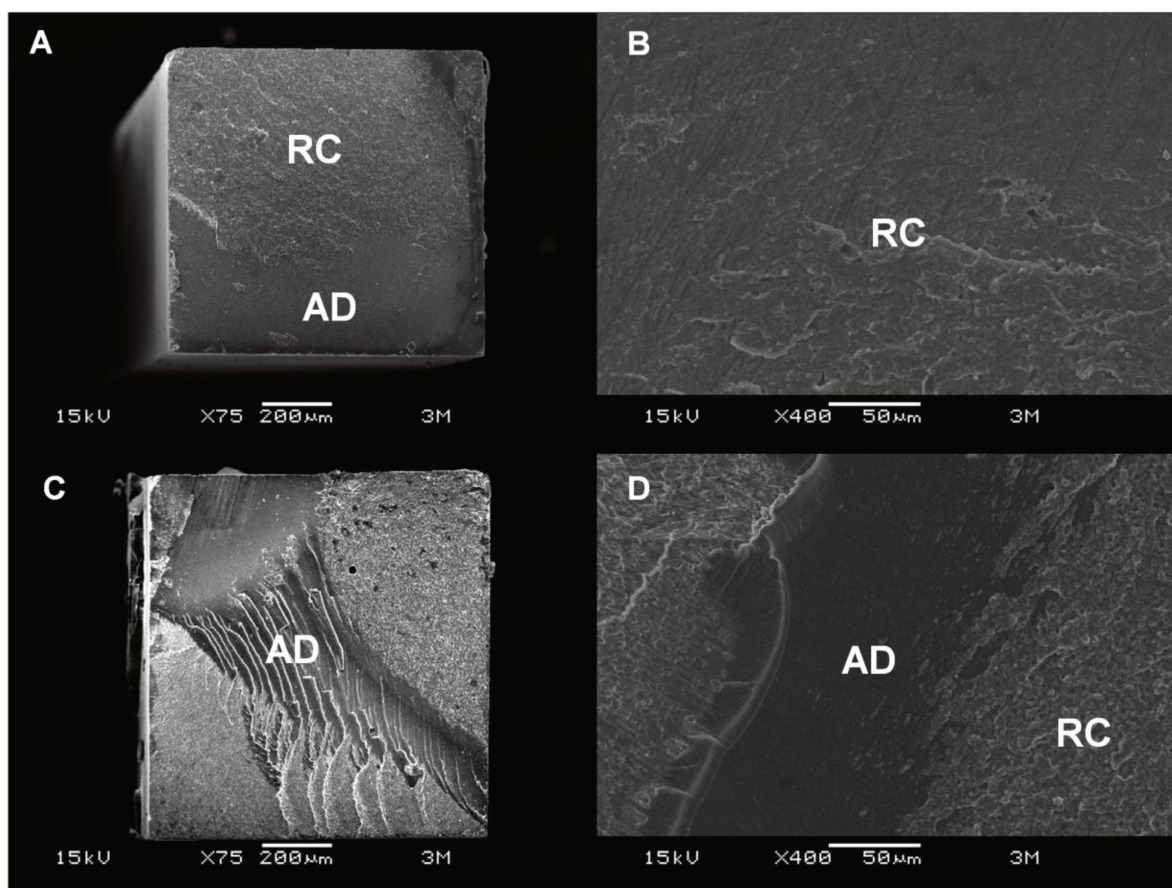


Figura 19 – Microscopias ilustrativas do padrão de fratura imediato para o sistema restaurador Adper Easy One/Filtek 350XT: (A) Falha adesiva entre a resina composta e o agente de união, menor aumento (x75) mostrando um lado do espécime fraturado. (B) Maior aumento (x400) mostrando a superfície da resina composta após fratura coesiva. (C) Falha coesiva no sistema adesivo, menor aumento (x75) mostrando um lado do espécime fraturado. (D) Maior aumento (x400) mostrando a superfície do adesivo após fratura coesiva. (RC) - Resina Composta. (AD) - Sistema Adesivo.

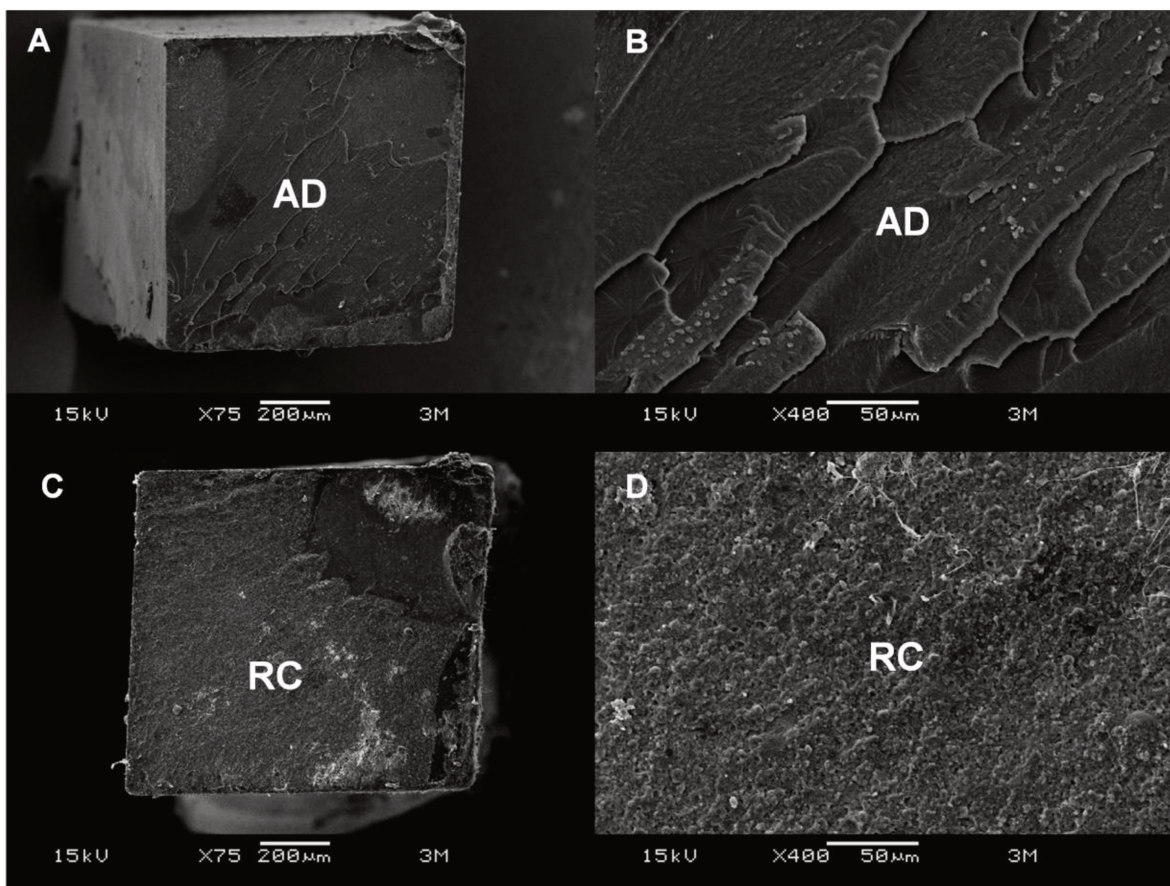


Figura 20 – Microscopias ilustrativas do padrão de fratura após um ano para o sistema restaurador Adper Easy One/Filtek 350XT: (A) Falha coesiva no sistema adesivo, menor aumento (x75) mostrando um lado do espécime fraturado. (B) Maior aumento (x400) mostrando a superfície do adesivo após fratura coesiva. (C) Falha adesiva entre a resina composta e o agente de união, menor aumento (x75) mostrando um lado do espécime fraturado. (D) Maior aumento (x400) mostrando a superfície da resina composta após fratura coesiva. (RC) - Resina Composta. (AD) - Sistema Adesivo.

5.3 Análise dos dados de Microdureza Longitudinal Knoop

Após a análise exploratória, os dados foram analisados por meio de análise de variância (ANOVA) em esquema de parcela subsubdividida, sendo as parcelas representadas pelos materiais, as subparcelas pelas distâncias e as sub-

parcelas pelas profundidades. As comparações múltiplas foram realizadas pelo teste de Tukey considerando o nível de significância de 5%.

5. 3.1 Análise em Esmalte

Tabela 4. Análise de Variância para microdureza longitudinal em esmalte.

Variável	Valor de p
Sistema Restaurador	0,5879
Profundidade	<,0001
Distância	0,0012
Interação Sistema Restaurador x Profundidade	0,2985
Interação Sistema Restaurador x Distância	0,5173
Interação Distância x Profundidade	0,3160
Interação Sistema Restaurador x Distância x Profundidade	0,9792

De acordo com os dados obtidos na Tabela 4, a ANOVA indicou que houve diferença estatística para os fatores profundidade ($p < 0,0001$) e distância ($p = 0,0012$). O sistema restaurador ($p = 0,5879$) não foi um fator significativo. Os resultados das interações: sistema restaurador x profundidade ($p = 0,2985$); sistema restaurador x distância ($p = 0,5173$); distância x profundidade ($p = 0,3160$); sistema restaurador x distância x profundidade ($p = 0,9792$) não foram significativos. Como não houve interação entre os fatores sistema restaurador X profundidade, realizou-se a média dos dados de distância e profundidade desprezando os sistemas restauradores (Tabela 5).

Tabela 5 - Média de microdureza de esmalte (desvio padrão) de acordo com a distância e profundidade.

Profundidade (μm)	Distância (μm)			Tukey
	50	150	300	
10	147,0 (17,4)	169,4 (10,8)	191,6 (19,7)	c
40	262,6 (27,7)	304,8 (16,4)	307,2 (25,1)	b
80	292,9 (25,0)	306,5 (17,9)	299,7 (11,6)	ab
120	308,8 (7,7)	321,4 (19,5)	321,2 (28,1)	a
160	302,5 (8,2)	318,7 (14,6)	319,5 (25,1)	ab
200	307,3 (15,4)	324,9 (25,3)	306,9 (15,9)	ab
	B	A	A	

Letras distintas maiúsculas na horizontal comparando distância e minúsculas na vertical comparando profundidade ($p \leq 0,05$).

Os resultados mostraram que houve uma menor microdureza na distância 50 μm da restauração para todos os sistemas restauradores estudados. A partir da profundidade 40 μm , houve uma tendência de aumento de microdureza até a profundidade de 200 μm . Em todas as profundidades os valores médios dos sistemas restauradores foram semelhantes entre si, por isso não se observou diferença estatística significativa entre os materiais ($p=0,5879$).

5. 3. 2 Análise em Dentina

Tabela 6. Análise de Variância para microdureza longitudinal em dentina.

Variável	Valor de p
Sistema Restaurador	0,6451
Profundidade	<,0001
Distância	0,1734
Interação Sistema Restaurador x Profundidade	0,0093
Interação Sistema Restaurador x Distância	0,7533
Interação Distância x Profundidade	0,2603
Interação Sistema Restaurador x Distância x Profundidade	0,9872

A ANOVA detectou diferença significativa somente para o fator profundidade ($p < 0,0001$) e para a interação sistema restaurador x profundidade ($p = 0,0093$). Os demais fatores não foram significativos: sistema restaurador ($p = 0,6451$) e distância ($p = 0,1734$). Os resultados das interações foram: sistema restaurador x distância ($p = 0,7533$); distância x profundidade ($p = 0,2603$); sistema restaurador x distância x profundidade ($p = 0,9872$) (Tabela 6). A interação sistema restaurador x profundidade foi então desdobrada e os resultados apresentados na Tabela 7.

Tabela 7. Média de valores de microdureza de dentina (desvio padrão) em função do sistema restaurador, distância e profundidade.

Sistema Restaurador	Profundidade (μm)	Distância (μm)			Tukey
		50	150	300	
GC Fuji II LC	10	30,2 (10,4)	26,6 (76,5)	23,7 (7,7)	c
	40	36,9 (14,5)	28,8 (12,2)	30,0 (13,3)	c
	80	44,9 (20,2)	42,9 (15,6)	47,6 (16,0)	b
	120	53,0 (21,2)	55,1 (17,6)	58,7 (16,7)	ab
	160	57,6 (24,5)	62,7 (22,6)	59,0 (24,7)	a
	200	67,7 (39,4)	61,8 (30,1)	66,9 (26,5)	a
FL-Bond II/ Beautifil II	10	32,4 (13,8)	32,5 (13,8)	27,3 (11,4)	d
	40	39,3 (9,2)	33,3 (6,3)	35,3 (6,7)	cd
	80	47,3 (14,1)	43,4 (16,4)	42,8 (10,9)	bc
	120	49,3 (13,5)	51,4 (14,1)	54,4 (17,0)	ab
	160	56,3 (15,8)	53,2 (19,3)	60,8 (15,2)	a
	200	59,6 (16,3)	62,3 (16,2)	65,0 (17,5)	a
Bond Force/ Estelite Sigma	10	44,5 (21,1)	29,3 (8,0)	25,6 (3,1)	c
	40	49,5 (10,6)	51,0 (12,1)	47,8 (15,2)	b
	80	59,0 (11,8)	57,0 (14,7)	53,1 (13,8)	ab
	120	62,8 (10,8)	61,1 (14,1)	59,8 (15,7)	ab
	160	62,8 (12,3)	59,8 (13,4)	66,2 (17,2)	a
	200	67,7 (11,5)	63,8 (16,8)	67,8 (19,7)	a
Adper Easy Bond/ Filtek Z350XT	10	24,6 (8,4)	21,7 (7,4)	21,3 (5,6)	d
	40	45,0 (21,1)	37,4 (21,2)	30,1 (8,2)	c
	80	50,3 (22,0)	57,2 (26,0)	53,4 (22,0)	b
	120	58,2 (21,5)	59,0 (26,1)	58,1 (20,2)	ab
	160	61,0 (20,1)	62,2 (25,5)	61,9 (23,5)	ab
	200	68,4 (24,8)	66,5 (31,0)	64,2 (25,5)	a
Tukey		A	A	A	

Letras distintas maiúsculas na horizontal comparando distância e minúsculas na vertical comparando profundidade dentro de cada sistema restaurador ($p \leq 0,05$). Não houve diferença significativa entre os grupos ($p=0,6451$).

Os resultados mostraram que não houve diferença estatística significativa na microdureza longitudinal nas distâncias 50, 150 e 300 μm da restauração para os sistemas restauradores testados. Em todos os grupos, observou-se o aumento da microdureza Knoop com o aumento da profundidade em relação à superfície. Nas profundidades de 120 e 200 μm os valores das médias foram semelhantes, não se observando diferença estatística significativa entre os grupos.

O sistema FL Bond II/ Beautifil II, apresentou menor valor de microdureza na profundidade de 10 μm , com tendência para aumento de microdureza a partir da profundidade 80 μm até 200 μm . O sistema Bond Force/ Estelite Sigma apresentou menor valor de microdureza na profundidade de 10 μm , com uma tendência para aumento de microdureza a partir da profundidade 80 μm até 200 μm . O grupo do sistema restaurador GC Fuji II LC apresentou menor valor de microdureza nas profundidades de 10 μm e 40 μm , com tendência para aumento de microdureza a partir da profundidade 120 μm até 200 μm . O sistema Adper Easy Bond/ Filtek Z350 XT apresentou menor valor de microdureza nas profundidades de 10 μm e 40 μm , com tendência para aumento de microdureza a partir da profundidade 80 μm .

5.4 Análise Quantitativa de Liberação de Flúor

Após a análise exploratória, os dados foram transformados em raiz quadrada para atenderem as pressuposições de uma análise paramétrica e aplicada metodologia de modelos mistos para medidas repetidas (PROC MIXED para medidas repetidas). As comparações múltiplas foram realizadas pelo teste de Tukey-Kramer e as comparações com as concentrações de fluoreto na solução

recém-preparada sem uso pelo teste t para uma média. O nível de significância considerado foi de 5% (Tabela 8).

Tabela 8. Análise de variância para avaliação dos dados de liberação de fluoretos.

Variável	Valor de p
Sistema Restaurador	<,0001
Meio (soluções Des- ou Re-)	<,0001
Interação Sistema Restaurador x Meio	<,0001

Houve diferença estatística entre os sistemas restauradores, entre os meios e também na interação entre os fatores: sistema restaurador x meio.

Os valores de concentração de fluoreto nas soluções recém preparadas sem uso foram mensurados para posterior comparação com as soluções utilizadas na ciclagem. Seguem abaixo os resultados:

$$\text{Des1} = 1.090 \mu\text{gF}/\text{cm}^2$$

$$\text{Des 2} = 1.103 \mu\text{gF}/\text{cm}^2$$

$$\text{Re 1} = 0.007 \mu\text{gF}/\text{cm}^2$$

Avaliando-se a variável quantidade de flúor liberado ($\mu\text{gF}/\text{cm}^2$), apenas dois fatores foram considerados para efeito de análise estatística: Sistema Restaurador e Meio (soluções). A Tabela 9 mostra as médias de concentração de fluoreto liberado em função do sistema restaurador e da solução avaliada.

Tabela 9. Médias de concentração ($\mu\text{gF}/\text{cm}^2$) de fluoreto liberado (desvio padrão) em função do sistema restaurador e solução.

Sistema Restaurador	Liberação de fluoretos ($\mu\text{gF}/\text{cm}^2$)			
	Solução Des	Solução Re	Solução Des	Solução Re
	Tempo 1		Tempo 2	
GC Fuji II LC	*0,98(0,11) Aa	#0,04(0,00) Ca	\$1,00(0,05) Aa	#0,05(0,01) Ba
FL-Bond II/ Beautifil II	*0,98(0,06) Aa	#0,03(0,00) Cab	\$1,02(0,04) Aa	#0,04(0,00) Bab
Bond Force/ Estelite Sigma	*0,96(0,07) Aa	#0,02(0,00) Cb	\$1,00(0,03) Aa	#0,03(0,00) Bb
Adper Easy Bond/ Filtek Z350 XT	*0,97(0,06) Aa	#0,02(0,00) Cb	\$1,02(0,04) Aa	#0,03(0,01) Bb

Médias seguidas de letras distintas (maiúsculas na horizontal para os períodos no mesmo material restaurador; minúsculas na vertical para os sistemas restauradores) diferem entre si ($p \leq 0,05$). * Difere da concentração de fluoreto na solução Des 1; \$ Difere da concentração de fluoreto na solução Des 2; # Difere da concentração de fluoreto na solução Re 1.

As concentrações de liberação de fluoreto das soluções Des e Re, nos Tempos 1 e 2, diferiram da concentração de fluoreto das soluções recém-preparadas sem uso. Não houve diferença entre os grupos na concentração de fluoreto das soluções Des, nos Tempos 1 e 2. O sistema restaurador GC Fuji II LC obteve as maiores médias de liberação de fluoreto nas soluções Re dos Tempos 1 e 2, diferindo estatisticamente dos sistemas Adper Easy Bond/ Filtek Z350XT e Bond Force/ Estelite Sigma, porém sem diferença significativa com as médias do sistema FL Bond II/ Beautifil II.

6 DISCUSSÃO

Os sistemas adesivos disponíveis apresentam de forma geral bom desempenho clínico imediato, independentemente da abordagem utilizada. Apesar das evoluções no campo da Odontologia Adesiva, a união ao substrato dentinário ainda apresenta controvérsias com relação à sua durabilidade (De Munck *et al.*, 2005). A cavidade bucal apresenta desafios mecânicos, biológicos e químicos, tais como: umidade, variações de temperatura, forças oclusais, alterações de pH, infecções por microrganismos cariogênicos. Ainda não existe material restaurador capaz de substituir perfeitamente a estrutura dental perdida e a longevidade das restaurações depende do seu desempenho frente aos desafios com o passar do tempo.

Para avaliar a durabilidade da união dentina-resina, é necessário em primeiro lugar determinar a efetividade de união após 24 horas da confecção da restauração, que servirá como base de referência. Os valores imediatos de resistência de união do presente estudo mostraram que o sistema restaurador Adper Easy Bond/ Filtek Z350 XT apresentou maior valor médio que o GC Fuji II LC, sendo que os sistemas restauradores FL Bond II/ Beautifil II e Bond Force/ Estellite Sigma não apresentaram diferença estatisticamente significativa entre si, nem com relação aos outros materiais testados.

Os valores de resistência de união à dentina alcançados com os cimentos de ionômero de vidro modificados por resina são mais baixos do que os encontrados nos sistemas adesivos resinosos (Prati *et al.*, 1991; Irie and Nakai, 1993; Fritz *et al.*, 1996). Esses resultados corroboram com os encontrados no presente estudo, entretanto diferença estatística foi apenas observada quando se comparou o cimento ionomérico ao sistema restaurador Adper Easy Bond/ Filtek Z350 XT, nos tempos imediato e após um ano de armazenamento.

Apesar dos materiais à base de ionômero de vidro apresentarem baixos valores imediatos de resistência de união à dentina (Van Meerbeek *et al.*, 2003), estes materiais mostram taxas superiores de retenção das restaurações

ionoméricas quando comparados a outras estratégias adesivas, que envolvem sistemas tradicionais ou autocondicionantes (Peumans *et al.*, 2005). O cimento de ionômero de vidro desenvolve uma reação química de adesão, denominada reação de quelação, que ocorre com o Cálcio dos cristais de hidroxiapatita presentes em esmalte e dentina (McLean *et al.*, 1994). A porção resinosa dos cimentos de ionômero de vidro modificados por resina parece também ter importância na formação de união à dentina, pois *tags* de resina, semelhantes aos observados com alguns sistemas adesivos, têm sido descritos em imagens de microscopia (Mauro *et al.*, 2009). Entretanto, a reação de quelação com o Cálcio parece ser a principal responsável pela durabilidade da união e às taxas de retenção desse material em cavidades não retentivas (Yoshida *et al.*, 2000; Van Meerbeek *et al.*, 2003).

Os sistemas adesivos autocondicionantes utilizados no presente estudo não apresentaram diferença estatística entre si para os resultados imediatos de resistência de união à dentina, independentemente de ser composto de um (Adper Easy Bond; Bond Force) ou dois passos (FL-Bond II). Apesar da quantidade de passos, a performance da união parece ser mais influenciada pela composição monomérica de cada sistema adesivo (De Munck *et al.*, 2005).

Após um ano de armazenamento em saliva artificial, os resultados de resistência de união não apresentaram diferença estatística com os dados imediatos, sugerindo boa durabilidade de união dos sistemas restauradores avaliados no tempo de envelhecimento *in vitro* utilizado. Entretanto, neste período algumas diferenças entre os materiais aumentaram. O sistema restaurador Adper Easy Bond/ Filtek Z350 XT apresentou maior resistência de união à dentina que os grupos GC Fuji II LC e Bond Force/ Estelite Sigma, sendo que o sistema restaurador FL-Bond II/ Beautifil II não apresentou diferença estatisticamente significativa com relação aos outros materiais testados, após um ano de armazenamento.

A literatura Odontológica tem reportado que a incorporação de fluoreto na composição de certos sistemas adesivos influencia a durabilidade de união.

Torii *et al.* (2001) e Nakajima *et al.* (2003) avaliaram a durabilidade de adesivos que liberam fluoretos após seis meses de armazenamento e verificaram que apenas os adesivos sem fluoreto em sua composição tiveram diminuição nos valores de resistência de união. Esses resultados sugerem que sistemas adesivos que contém fluoreto podem promover remineralização da dentina condicionada, reduzir a tendência à degradação e contribuir para a longevidade da camada híbrida formada (Nakajima *et al.*, 2003; Donmez *et al.*, 2005).

FL-Bond II é um sistema autocondicionante de dois passos que contém partículas S-PRG, criadas a partir da tecnologia PRG (*pre-reacted-glass-ionomer*), que exibem um hidrogel ionomérico estável com partículas de vidro fluoretado (Tay *et al.*, 2001; Donmez *et al.*, 2005). A superfície das partículas de PRG tem possibilidade de realizar trocas iônicas com os componentes inorgânicos da dentina e, conseqüentemente, formar uma união química (Akinmade *et al.*, 1993). É sugerido que tal interação química resulta em uma adesão mais resistente à degradação hidrolítica (De Munck *et al.*, 2005), o que pode explicar a manutenção dos valores de resistência de união observados com o sistema restaurador FL-Bond II/Beautifil II do presente estudo.

Itoh *et al.* (2010) observaram que o sistema adesivo Bond Force apresentou maiores valores de sorção de água que outros adesivos autocondicionantes à base de HEMA, mas não observaram menor durabilidade da união após um ano de armazenamento em água. Walter *et al.* (2012) concluíram que a relativa estabilidade de resistência de união dentinária observada no estudo contradiz o senso geral de que todos os sistemas adesivos autocondicionantes de um passo sofrem severa degradação hidrolítica precoce. Esses autores consideram que não é o tipo, mas sim a composição específica de cada sistema autocondicionante utilizado, a responsável pelo desempenho *in vitro*. Eles também verificaram que o sistema adesivo Bond Force não apresentou redução estatisticamente significativa nos valores de resistência de união, nos tempos imediato, 1 e 2 anos de armazenamento em água. O presente estudo mostrou

desempenho similar desse sistema adesivo, após armazenamento em saliva artificial por um ano.

Para o adesivo Adper Easy Bond, o mecanismo de união é formado pela interação do monômero funcional (ésteres fosfóricos de metacrilatos) com o substrato dentinário. Além dessa adesão química, o adesivo também forma camada híbrida, com infiltração de tags nos túbulos dentinários. Estudos prévios apresentaram valores aproximados de resistência de união aos encontrados no presente estudo e durabilidade de união após armazenamento por 6 meses (Di Francescantonio *et al.*, 2011; Cantanhede de Sá *et al.*, 2012).

A análise das superfícies fraturadas dos espécimes tem sido uma ferramenta complementar ao estudo da resistência de união por microtração. As superfícies resultantes das fraturas contêm valiosas informações relativas à integridade das estruturas envolvidas, ao mecanismo de união, bem como à região menos resistente à tensão (Hashimoto *et al.*, 2001).

A predominância dos tipos de fratura no tempo imediato, para os sistemas restauradores avaliados neste estudo, tenderam a permanecer a mesma na análise realizada após 1 ano, com exceção do sistema restaurador FL-Bond II/Beautifil II. Para o adesivo Bond Force, observou-se predominância de falhas coesivas no adesivo em ambos os tempos de avaliação. O sistema restaurador Adper Easy Bond apresentou maior incidência dos padrões de fratura tipo III (falha entre adesivo e material restaurador) e V (falha coesiva na camada adesiva). Com relação à falha tipo III, o pH dessa solução adesiva ($\approx 2,4$) pode ter produzido uma reação de incompatibilidade com a amina terciária da resina composta, interferindo assim na reação de polimerização da superfície da resina em contato com o adesivo. Essa polimerização reduzida pode produzir uma região de baixa resistência, onde a fratura tende a se propagar (Giannini *et al.*, 2004).

O sistema GC Fuji II LC apresentou incidências equivalentes do tipo I (coesiva no material restaurador) e tipo II (falha entre a superfície dentinária e o material restaurador) nos dois tempos avaliados. A alta incidência de falhas na estrutura do material ionomérico é devido à baixa resistência coesiva desse tipo

de cimento (Mac Leam *et al.*, 1994). Com relação à falha do tipo III, a baixa resistência de união e a possibilidade de incorporação de bolhas durante a manipulação podem ter induzido esse tipo de fratura.

Os sistemas adesivos autocondicionantes formam uma camada permeável, que permite que moléculas de água se infiltrem e ionizem as partículas de vidro, facilitando a liberação contínua de fluoretos. Porém esta permeabilidade também pode afetar as propriedades mecânicas da restauração pela hidrólise e solubilização de componentes do sistema adesivo (Naoum *et al.*, 2011).

FL Bond II é um sistema adesivo autocondicionante de dois passos com capacidade de liberar e reincorporar fluoreto, por meio das partículas S-PRG. Em sua composição também se encontra as substâncias 4-AET e HEMA, que conferem maior hidrofília. O sistema restaurador FL-Bond II/Beautifil II apresentou inicialmente maior incidência de falha tipo V (coesiva no sistema adesivo) no tempo imediato e predominância de falha tipo III (adesiva entre a dentina e o material restaurador) no segundo tempo de avaliação. Este fato pode ser um indício de início de hidrólise, devido à permeabilidade da área de união do sistema adesivo e das características hidrófilas de alguns de seus componentes.

O surgimento de materiais que contém fluoreto em sua composição foi devido à alta incidência de cáries recorrentes observadas no passado quando a união da resina composta à estrutura dental era muito precária. Muitos estudos têm mostrado que esses produtos podem evitar ou inibir o desenvolvimento de cárie, além de apresentar propriedades antibacterianas. O fluoreto tem habilidade de reduzir ou prevenir desmineralizações e até promover a remineralização dos tecidos duros dentais adjacentes às restaurações (Wiegand *et al.*, 2007). Vários materiais restauradores contendo fluoreto estão disponíveis no mercado odontológico, tais como ionômeros de vidro, ionômeros de vidro modificados por resina, compômeros, “giomer” e compósitos à base de resina contendo fluoretos (Wilson *et al.*, 1989; Barnes *et al.*, 1995; Teranaka *et al.*, 2001; Takahashi *et al.*, 2002).

Naoum *et al.* (2012) relataram que a troca iônica (liberação e reincorporação de fluoreto) em determinada concentração e/ou frequência pode não ser benéfica e resultar em redução da resistência de união. A perda de componentes fluoretados pode resultar em porosidades na área de união, as quais são detectadas pela infiltração de prata na metodologia de nanoinfiltração (Sano *et al.*, 1995; 1999). Essas áreas de nanoinfiltração correspondem às regiões com potencial de degradação hidrolítica, uma vez que a pressão osmótica gerada pelos íons fluoreto tende a atrair água do meio externo ou da câmara pulpar para a camada de adesivo e camada híbrida (Sano *et al.*, 1995; 1999).

Os cimentos de ionômero de vidro apresentam alta liberação de fluoreto nas primeiras 24 horas, devido à liberação imediata desses íons quando o ácido polialcenóico reage com as partículas de vidro, durante a reação de geleificação. Após essa alta liberação inicial, ela passa a ocorrer de maneira mais lenta e por tempo prolongado, quando as partículas de vidro são ionizadas em água acidificada da matriz hidrogel (De Moor *et al.*, 1996). Embora sistemas adesivos autocondicionantes formem uma camada permeável, possibilitando a liberação de fluoretos, as partículas de vidro podem ficar encapsuladas na matriz polimerizada, dificultando ou até impedindo sua liberação (De Munck *et al.*, 2005). Alguns autores acreditam que estas partículas possam ser liberadas ao longo do tempo, provavelmente pela degradação hidrolítica da matriz resinosa com a solubilização dos monômeros não reagidos e oligômeros (Wiegand *et al.*, 2007).

O material restaurador Beautifil, que é utilizado em combinação com o sistema adesivo FL Bond II é considerado um “giomer” (Naoum *et al.*, 2012). “Giomers” são materiais restauradores resinosos com a tecnologia PRG (partículas pré-reagidas de ionômero de vidro). As partículas de carga “S-PRG” consistem de uma estrutura trilaminar, com núcleo de vidro de fluoroboroaluminossilicato multifuncional, uma camada formada por uma fase de ionômero de vidro pré-reagido e uma última camada de superfície modificada. Um estudo *in vitro* sobre materiais restauradores com liberação e “recarga” de

fluoretos relacionou o produto Beautifil a uma pequena liberação inicial desses íons, com um aumento significativo após 21 dias (Okuyama *et al.*, 2006).

Na análise da concentração catiônica de flúor do presente estudo, os sistemas restauradores GC Fuji LC II e FL Bond II/Beautifil II apresentaram liberação de fluoreto nos dois tempos de avaliação, mesmo após envelhecimento térmico de 3.000 ciclos. A capacidade de liberação de fluoretos dos materiais avaliados está de acordo com a literatura (Naoum *et al.*, 2011; 2012) e com as informações fornecidas pelas empresas. A quantidade de fluoreto liberado pode ser considerada baixa quando comparada aos resultados obtidos com outros materiais restauradores, que também liberam fluoretos (Hara *et al.*, 2005). Embora o fabricante do sistema adesivo Bond Force afirme que este adesivo possui partículas com fluoreto, esse material não apresentou liberação detectável desses íons, da mesma forma que o sistema restaurador Adper Easy One/Filtek Z350 XT, o qual não apresenta fluoreto em sua composição.

No estudo de Gordan *et al.* (2007), o sistema restaurador FL-Bond II/Beautifil II mostrou bom desempenho clínico quando monitorado ao longo de oito anos, não sendo observada nenhuma falha relacionada à cárie recorrente. Iida *et al.* (2009) descreveram a formação de uma camada ácido-resistente na dentina ao redor de restaurações com o sistema adesivo FL-Bond II devido à liberação de fluoretos. Em 2012, Naoum *et al.* verificaram que com a incorporação de flúor, o sistema restaurador FLBond II/ Beautifil II exibiu o mesmo potencial inibitório de cárie alcançado pelos ionômeros de vidro, quando associado ao regime de aplicações tópicas de fluoretos.

Os resultados da análise de microdureza longitudinal do esmalte mostraram menor dureza na distância 50 µm da restauração para todos os sistemas restauradores submetidos à ciclagem de pH. Houve uma tendência de aumento de microdureza da profundidade 80 µm até 200 µm, o que sugere a aproximação de microdureza de um tecido hígido (Pinto *et al.*, 2010). Os valores médios de microdureza do esmalte foram semelhantes entre si em todas as profundidades e distâncias avaliadas, logo não se observou diferença estatística

significativa entre os materiais. Uma vez que foi observada redução da microdureza superficial do esmalte, especula-se que o modelo de ciclagem de pH empregado foi efetivo na desmineralização do substrato e no propósito de simular cárie ao redor da restauração para estudo da efetividade dos materiais com relação à liberação de flúor e inibição da doença. O uso de um modelo químico dinâmico simulando um desafio cariogênico menos agressivo também poderia ter permitido a detecção de diferenças no comportamento dos tecidos adjacentes às restaurações entre materiais que liberem ou não fluoretos.

Em dentina, não houve diferença estatística dos valores de microdureza nas distâncias 50, 150 e 300 μm da restauração para todos os sistemas restauradores testados. Em todos os grupos, observou-se aumento da microdureza Knoop com o aumento da profundidade em relação à superfície. Pode-se supor que a liberação ou não de fluoreto pelo sistema restaurador não influenciou a desmineralização da dentina no modelo de ciclagem de pH utilizado. Uma vez que a dentina é mais facilmente desmineralizada que o esmalte dental e o processo de remineralização é mais complexo neste substrato, os fluoretos liberados talvez apresentem menor capacidade de inibição com relação ao desenvolvimento de cárie.

Quanto à inibição de cáries secundárias, outros autores realizaram estudos *in vitro* com sistemas adesivos liberadores de fluoreto, obtendo resultados semelhantes ao deste estudo (Shinkai *et al.*, 2001; Pinto *et al.*, 2010). Entretanto, Hara *et al.* (2002) observaram efeito cariostático até a profundidade de 300 μm com o uso de um ionômero de vidro convencional e até 150 μm para um cimento de ionômero de vidro modificado por resina. Em compensação, o compósito liberador de fluoreto e um compômero não exibiram efeito cariostático. A termociclagem utilizada no presente estudo pode ser uma das explicações possíveis para a baixa liberação de fluoreto. O envelhecimento da restauração diminui a taxa de liberação de íons Flúor, uma vez que o material ionomérico apresenta maior liberação imediata, que diminui e permanece constante com o passar do tempo.

Este estudo avaliou três importantes propriedades dos materiais restauradores: resistência de união à dentina, liberação de fluoretos e capacidade de inibição de cárie secundária. É importante que o sistema restaurador apresente uma boa interação com os tecidos dentais, mantendo a resistência de união por um longo período com a restauração em função. Da mesma forma, a liberação de fluoretos e a prevenção de ocorrência de novas lesões também são características desejáveis para estes materiais, principalmente em condições de alto desafio cariogênico.

7 CONCLUSÃO

Baseado nos dados obtidos e nos resultados da análise estatística, conclui-se que:

- 1) A resistência de união dos sistemas restauradores avaliados não foi afetada pelo armazenamento em saliva artificial por um ano. O sistema Adper Easy Bond/ Filtek Z350 XT mostrou maior resistência de união que o material ionomérico no tempo imediato e após um ano. Após este tempo de armazenamento (1 ano), o sistema Bond Force/ Estelite Sigma também mostrou menor resistência de união que o sistema Adper Easy Bond/ Filtek Z350 XT.
- 2) A dureza do esmalte dental a 50 μm das restaurações foi menor do que nas distâncias 150 e 300 μm . Todos os sistemas restauradores apresentaram os mesmos resultados nas distâncias e profundidades avaliadas em esmalte.
- 3) Em todas as distâncias avaliadas, os valores médios de microdureza Knoop em dentina para os sistemas restauradores foram semelhantes entre si, não se observando diferença estatística significativa entre os materiais avaliados. Em todos os grupos, observou-se o aumento da microdureza Knoop com o aumento da profundidade em relação à superfície.
- 4) Os sistemas restauradores GC FUJI LC II e FL Bond II/ Beautifil II apresentaram liberação de fluoretos. Entretanto, no modelo de ciclagem de pH utilizado nesse estudo *in vitro*, não houve potencial de inibição de cárie secundária em esmalte e em dentina.

REFERÊNCIAS*

Al-Samhan A, Al-Enezi H, Alomari Q. Clinical evaluation of posterior resin composite restorations placed by dental students of Kuwait University. *Med Princ Pract.* 2010; 19(4): 299-304.

American Dental Association. Restorative materials containing fluoride: Council on Dental Materials, Instruments and Equipments. *J Am Dent Ass.* 1988; 116(6): 762-3.

Arends J, Christoffersen J. Nature and role of loosely bound fluoride in dental caries. *J Dent Res.* 1990; 69 (Spec No): 601-5.

Armstrong SR, Keller JC, Boyer DB. The influence of water storage and C-factor on the dentin-resin composite microtensile bond strength and debond pathway utilizing a filled and unfilled adhesive resin. *Dent Mater.* 2001; 17(3): 268-76.

Axelsson P. *Diagnosis and risk prediction of dental caries.* Quintessence Publishing Company, Inc. Illinois; 2000.

Baran G, Boberick K, Mccool J. Fatigue of restorative materials. *Crit Rev Oral Biol Med.* 2001; 12(4): 350-60.

Barnes DM, Blank LW, Gingell JC, Gilner PP. A clinical evaluation of a resin-modified glass ionomer restorative material. *JADA.* 1995; 126(9): 1245-53.

Bayne SC, Heymann HO, Swift EJ. Update on dental composite restorations. *J Am Dent Assoc.* 1994; 125(6): 687-701.

*De acordo com a norma da UNICAMP/FOP, baseadas na norma do International Committe of Medical Journal Editors – Grupo de Vancouver. Abreviatura dos periódicos em conformidade com o Medline.

Brackett WW, Covey DA, St-Germain HA Jr . One-year clinical performance of a self-etching adhesive in class V resin composites cured by two methods. *Oper Dent*. 2002; 27(3): 218-22.

Braga SR, Vasconcelos BT, Macedo MR, Martins VR, Sobral MA. Reasons for placement and replacement of direct restorative materials in Brazil. *Quintessence Int*. 2007; 38(4): 189-94.

Benelli EM, Serra MC, Rodrigues AL Jr, Cury JA. *In situ* anticariogenic potential of glass ionomer cement. *Caries Res*. 1993; 27(4): 280-4.

Burrow MF, Takakura H, Nakajima M, Inai N, Tagami J, Takatsu T. The influence of age and depth of dentin on bonding. *Dent Mater*. 1994; 10(4): 241-6.

Burrow MF, Satoh M, Tagami J. Dentin bond durability after three years using a dentin bonding agent with and without priming. *Dent Mater*. 1996; 12(5): 302-7.

Cantanhede de Sá RB, Oliveira Carvalho A, Puppim-Rontani RM, Ambrosano GM, Nikaido T, Tagami J, Giannini M. Effects of Water Storage on Bond Strength and Dentin Sealing Ability Promoted by Adhesive Systems. *J Adhes Dent*. 2012; 14(6): 543-9.

Carvalho JC, Thylstrup A, Ekstrand KR. Results after 3 years of non-operative occlusal caries treatment of erupting permanent first molars. *Comm Dent Oral Epidemiol*. 1992; 20(4): 187-92.

Çehreli ZC. Antimicrobial properties of self-etching primer-bonding systems. *Oper Dent*. 2003; 28(2): 143-8.

Cranfield M, Kuhn AT, Winter GB. Factors relating to the rate of fluoride-ion release from glass-ionomer cement. *J Dent*. 1982; 10(4): 333-41.

Davis MJ, Gawne G, Green PN, Green WA. The synthesis and properties of a novel series of water soluble thioxanthone photoinitiators. *Spec Chem*. 1986; 6: 3-12.

De Moor RJ, Verbeeck RM, De Maeyer EA. Fluoride release profiles of restorative glass ionomer formulation. *Dent Mater*. 1996; 12(2): 88-95.

De Munck J, Van Meerbeek B, Satoshi I, Vargas M, Yoshida Y, Armstrong S *et al*. Microtensile bond strength of one- and two-step self-etch adhesives to bur-cut enamel and dentin. *Am J Dent*. 2003; 16(6): 414-20.

De Munck J, Van Meerbeek B, Yoshida Y, Inoue S, Vargas M, Suzuki K, *et al*. Four-year water degradation of total-etch adhesives bonded to dentin. *J Dent Res*. 2003; 82(2): 136-40.

De Munck J, Van Meerbeek B, Yoshida Y, Inoue S, Suzuki K, Lambrechts P. Four-year water degradation of a glass-ionomer adhesive bonded to dentin. *Eur J Oral Sci*. 2004; 112(1): 73-83.

De Munck J, Van Landuyt K, Peumans M, Poitevin A, Lambrechts P, Braem M, Van Meerbeek B. A critical review of the durability of adhesion to tooth tissue: methods and results. *J Dent Res*. 2005; 84(2): 118-32.

Deligeorgi V, Mjör IA, Wilson NH. An overview of reasons for the placement and replacement of restorations. *Prim Dent Care*. 2001; 8(1): 5-11.

Derkson GD, Poon PJ, Richardson AS. Fluoride release a silicophosphate cement with added fluoride. *J Dent Res*. 1982; 61(5): 660-4.

Di Francescantonio M, Vermelho PM, Carvalho AO, Ambrosano GMV, Giannini M. Avaliação da resistência de união adesivo-resina – Efeito do armazenamento em saliva artificial. *Rev ABO Nac*. 2011; XIX(5): 290-6.

Dionysopoulos P, Kotsanos N, Papadogiannis Y, Konstantinidis A. Artificial secondary caries around two new F-containing restoratives. Oper Dent. 1998; 23(2): 81-6.

Donmez N, Belli S, Pashley DH, Tay FR. Ultrastructural correlates of *in vivo/in vitro* bond degradation in self-etch adhesives. J Dent Res. 2005; 84(4): 355–59.

Eick JD, Gwinnett AJ, Pashley DH, Robinson SJ. Current concepts on adhesion to dentin. Crit Rev Oral Bio Med. 1997; 8(3): 306-35.

Featherstone JDB, O'Reilly MM, Shariati M, Brugler S. Enhancement of remineralization in vitro and in vivo. In: Leach SA. Factors affecting de- and remineralization of the teeth. Oxford: IRL Press. 1986: 23-34.

Featherstone JDB. Fluoride remineralization and root caries. Am J Dent. 1994; 7(5): 271-4.

Ferracane JL, Berge HX, Condon JR. *In vitro* aging of dental composites in water-effect of degree of conversion, filler volume, and filler/matrix coupling. J Biomed Mater Res. 1998; 42(3): 465-72.

Finer Y, Santerre JP. Salivary esterase activity and its association with the biodegradation of dental composites. J Dent Res. 2004; 83(1): 22-6.

Forsten L, Paunio IK. Fluoride release by silicate cements and composite resins. Scand J Dent Res. 1972; 80(6): 515-9.

Francci C, Deaton TG, Arnold RR, Swift EJ Jr, Perdigão J, Bawden JW. Fluoride release from restorative materials and its effects on dentin demineralization. J Dent Res. 1999; 78(10): 1647-54.

Friedl KH, Powers JM, Hiller KA. Influence of different factors on bond strength of hybrid ionomers. Oper Dent. 1995; 20(2): 74–80.

Fritz UB, Finger WJ, Uno S. Resin-modified glass ionomer cements: bonding to enamel and dentin. *Dent Mater.* 1996; 12(3): 161–6.

Gale MS, Darvell BW. Thermal cycling procedures for laboratory testing of dental restorations. *J Dent.* 1999; 27(2): 89-99.

Gastmann D, Donly KJ, Kanca J. Demineralization inhibition of an experimental fluoridated dentin primer. *J Dent Res.* 1997; SI 76: 94 (abstract 646).

Giannini M, Carvalho RM, Martins LR, Dias CT, Pashley DH. The influence of tubule density and area of solid dentin on bond strength of two adhesive systems to dentin. *J Adhes Dent.* 2001; 3(4): 315-24.

Giannini M, Seixas CAM, Reis AF, Pimenta LAF. Six-month storage-time evaluation of one-bottle adhesive systems to dentin. *J Esthet Rest Dent.* 2003; 15(1): 43-9.

Giannini M. Adesão - adesivos estado atual. In: Limberte, MS; Montenegro, Jr. *Estética do sorriso - Arte e ciência. Livro do III Congresso Internacional de Odontologia Estética da Associação Paulista dos Cirurgiões-Dentistas.* Editora Santos; 2003.

Giannini M, De Goes MF, Nikaido T, Shimada Y, Tagami J. Influence of activation mode of dual-cured resin composite cores and low-viscosity composite liners on bond strength to dentin treated with self-etching adhesives. *J Adhes Dent.* 2004 ; 6(4): 301-6.

Gilmour AS, Edmunds DH, Newcombe RG. Prevalence and depth of artificial caries-like lesions adjacent to cavities prepared in roots and restored with a glass ionomer or a dentin-bonded composite material. *J Dent Res.* 1997; 76(12): 1854-61.

Gordan VV, Mondragon E, Watson RE, Garvan C, Mjor IA. A clinical evaluation of a self-etching primer and a giomer restorative material: results at eight years. J Am Dent Assoc. 2007; 138(5): 621–7.

Grossman ES, Matejka JM. Histological features of artificial secondary caries adjacent to amalgam restorations. J Oral Rehab. 1999; 26(9): 737-744.

Hamilton IR, Bowden GH. Effect of fluoride on oral microorganisms. In: Thylstrup Fejerskov O, Silvester LM. Fluoride in Dentistry. Munksgaard: [s.n.]; 1988; 77-103.

Han L, Edward C, Okamoto A, Iwaku M. A comparative study of fluoride-releasing adhesive resin materials. Dent Mat J. 2002; 21(1): 9-19.

Hanning M, Reinhardt KJ, Bott B. Self-etching primer vs phosphoric acid: an alternative concept for composite-to-enamel bonding. Oper Dent. 1999; 24(3): 172-80.

Hara AT, Magalhães CS, Serra MC, Rodrigues AL Jr. Cariostatic effect of fluoride-containing restorative systems associated with dentifrices on root dentin. J Dent. 2002; 30(5-6): 205-12.

Hara AT, Queiroz CS, Giannini M, Cury JA, Serra MC. Influence of the mineral content and morphological pattern of artificial root caries lesion on composite resin bond strength. Eur J Oral Sci. 2004; 112(1): 67-72.

Hara AT, Queiroz CS, Freitas PM, Giannini M, Serra MC, Cury JA. Fluoride release and secondary caries inhibition by adhesive systems on root dentine. Eur J Oral Sci. 2005; 113(3): 245-50.

Hashimoto M, Ohno H, Kaga M, Endo K, Sano H, Oguchi H. *In vivo* degradation of resin-dentin bonds in humans over 1 to 3 years. J Dent Res. 2000; 79(6): 1385-91.

Hashimoto M, Ohno H, Kaga M, Endo K, Sano H, Oguchi H. Fractographical analysis of resin-dentin bonds. *Am J Dent*. 2001; 14(6): 355-60.

Hashimoto M, Ohno H, Sano H, Tay FR, Kaga M, Kudou Y et al. Micromorphological changes in resin-dentin bonds after 1 year of water storage. *J Biomed Mater Res*. 2002; 63(3): 306-11.

Herkströter FM, Witjes M, Arends J. Demineralization of human dentine compared with enamel in a pH-cycling apparatus with a constant composition during de- and remineralization periods. *Caries Res*. 1991; 25(5): 317-22.

Hicks J, Milano M, Seybold S, García-Godoy F, Flaitz C. Fluoride-releasing resin bonding of amalgam restorations in primary teeth: in vitro secondary caries effect. *Am J Dent*. 2002; 15(6): 361-4.

Hinoura K, Miyazaki M, Onose H (1991). Dentin bond strength of light-cured glass-ionomer cements. *J Dent Res*. 70(12): 1542-4.

Hsu CY, Donly KJ, Drake DR, Wefel JS. Effects of aged fluoride-containing restorative materials on recurrent root caries. *J Dent Res*. 1998; 77(2): 418-25.

Imazato S. Antibacterial properties of resin composites and dentin bonding systems. *Dent Mat*. 2003; 19(6): 449-57.

Ingram GS, Nash PF. A mechanism for the anticaries action of fluoride. *Caries Res*. 1980; 14(5): 298-303.

Inoue S, Vargas MA, Van Meerbeek B, Abe Y, Yoshida Y, Lambrechts P, et al. Micro-tensile bond strength of eleven modern adhesives to dentin. *J Adhes Dent*. 2001; 3(3): 237-46.

Ikemura K, Tay FR, Kouro Y, Endo T, Yoshiyama M, Miyai K, Pashley DH. Optimizing filler content in an adhesive system containing pre-reacted glass-ionomer fillers. *Dent Mater*. 2003(2); 19: 137-46.

Irie M, Suzuki K, Watts DC. Marginal gap formation of light-activated restorative materials: effects of immediate setting shrinkage and bond strength. *Dent Mater*. 2002; 18(3): 203-10.

Ittagarun A, Tay FR, Pashley DH, Wefel JS, García-Godoy F, Wey S. *Am J Dent*. 2004; 17(6): 394-400.

Itoh S, Hashimoto M, Wadgaonkar B, Svizero N, Carvalho RM, Yiu C et al. Effects of resin hydrophilicity on water sorption and changes in modulus of elasticity. *Biomaterials*. 2005; 26(33): 6449-59.

Itoh S, Nakajima M, Hosaka K, Okuma M, Takahashi M, Shinoda Y, Seki N, Ikeda M, Kishikawa R, Foxton RM, Tagami J. Dentin bond durability and water sorption/solubility of one-step self-etch adhesives. *Dent Mater J*. 2010; 29(5): 623-30.

Itota T, Nakabo S, Iwai Y, Konishi N, Nagamine M, Torii Y. Inhibition of artificial secondary caries by fluoride-releasing adhesives on root dentin. *J Oral Rehabil*. 2002; 29(6): 523-7.

Itota T, Torii Y, Nakabo S, Tashiro Y, Konishi N, Nagamine M, Yoshiyama M. Effect of fluoride-releasing adhesive system on decalcified dentin. *J Oral Rehabil*. 2003; 30(2): 178-83.

Itthagarun A; Tay FR; Pashley DH; Wefel JS; García-Godoy, F; Wey, Shy. *Am J Dent* 2004 Dec; 17(6): 394-400.

Jyothi K, Annapurna S, Kumar AS, Venugopal P, Jayashankara C. Clinical evaluation of giomer- and resin modified glass ionomer cement in class V

noncarious cervical lesions: An in vivo study. J Conserv Dent. 2011; 14(4): 409-13.

Kato G, Nakabayashi N. The durability of adhesion to phosphoric acid etched, wet dentin substrates. Dent Mater. 1998; 14(5): 347-52.

Kidd EA. Caries diagnosis within restored teeth. Oper Dent. 1989; 14(3): 149-58.

Kidd EA, O'hara JW. The caries status of occlusal amalgam restorations with marginal defects. J Dent Res. 1990; 69(6): 1275-7.

Kidd EA. Diagnosis of secondary caries. J Dent Educ. 2001; 65(10): 997-1000.

Kitasako Y, Burrow MF, Nikaido T, Tagami J. The influence of storage solution on dentin bond durability of resin cement. Dent Mater. 2000; 16(1): 1-6.

Kitayama S, Nikaido T, Ikeda M, Foxton RM, Tagami J. Enamel bonding of self-etch and phosphoric acid-etch orthodontic adhesive systems. Dent Mater J. 2007; 26(1): 135-43.

Kugel G, Ferrari M. The science of bonding: from first to sixth generation. J Am Dent Assoc. 2000; 131 Suppl: 20S-25S.

Kerber LJ, Donly KJ. Caries inhibition by fluoride-releasing primers. Am J Dent. 1993; 6(5): 216-8.

Kermanshahi S, Santerre JP, Cvitkovitch DG, Finer Y. Biodegradation of Resin-Dentin Interfaces Increases Bacterial Microleakage. J Dent Res. 2010; 89(8): 996-1001.

Lambert RL. Glass ionomer cements. J Coll Dent Ass. 1990; 69(2): 14-8.

Lin A, McIntyre NS, Davidson RD. Studies on the adhesion of glass ionomer cements to dentin. J Dent Res. 1992; 71(11): 1836-41.

Lobo MM. Avaliação de lesões de cárie adjacentes a restaurações com diferentes materiais, induzida através de modelo químico ou biológico [dissertação]. Piracicaba: UNICAMP/FOP: 2003.

Lutz F, Krejci I. Resin composites in the post-amalgam age. *Compend Contin Educ Dent*. 1999; 20(12): 1138-48.

Magalhães CS, Giannini M, Hara AT, Turssi CP, Serra MC. Microhardness evaluation around composite restorations using fluoride-containing adhesive systems. *J Appl Oral Sci*. 2005; 13(3): 259-64.

Malacarne J, Carvalho RM, de Goes MF, Svizero N, Pashley DH, Tay FR et al. Water sorption/solubility of dental adhesive resins. *Dent Mater*. 2006; 22(10): 973-80.

Maldonado A, Swartz ML, Phillips RW. An in vitro study of certain properties of a glass ionomer. *J Am Dent Assoc*. 1978; 96(5): 785-91.

Marsh PD, Bradshaw DJ. The effect of fluoride on the stability of oral bacterial communities in vitro. *J Dent Res*. 1990; 69(Spec Issue): 668-71.

Marshall GW, Marshall SJ, Kinney JH, Balooch M. The dentin substrate structure and properties related to bonding. *J Dent*. 1997; 25(6): 441-58.

Mauro SJ, Sundfeld RH, Bedran-Russo AKB, Fraga Briso ALF. Bond Strength of resin-modified glass ionomer to dentin: the effect of dentin surface treatment. *J Minim Interv Dent*. 2009; 2(1): 45-53.

McLean JW, Nicholson JW, Wilson AD. Proposed nomenclature for glass-ionomer dental cements and related materials. *Quintessence Int*. 1994; 25(9): 587-9.

Meiers JC, Young D. Two-year composite/dentin bond stability. *Am J Dent*. 2001; 14(3): 141-4.

Mellberg JR. Hard-tissue substrates for evaluation of cariogenic and anti-cariogenic activity in situ. *J Dent Res*. 1992; 71(Spec No): 913-9.

Meryon SD, Smith AJ. A comparison of fluoride release from three glass ionomer cements and a polycarboxylate cement. *Int Endod*. 1984; 17(1): 16-24.

Mitra SB. Adhesion to dentin and physical properties of a light-cured glass-ionomer liner/base. *J Dent Res*. 1990; 70(1): 72-4.

Miyazaki M, Sato M, Onose H, Moore BK. Influence of thermal cycling on dentin bond strength of two-step bonding systems. *Am J Dent*. 1998; 11(3): 118-22.

Mjör IA, Toffenetti F. Secondary caries: a literature review with case reports. *Quintessence Int*. 2000; 31(3): 165-79.

Mjör IA, Moorhead JE, Dahl JE. Reasons for replacement of restorations in permanent teeth in general dental practice. *Int Dent J*. 2000; 50(6): 361-6.

Mukai M, Ikeda M, Yanagihara T, Hara G, Kato K, Nakagaki H, Robinson C. Fluoride uptake in human dentin from glass ionomer cement in vivo. *Arch Oral Biol*. 1993; 38(12): 1093-8.

Mukai Y, Tomiyama K, Shiiya T, Kmijo K, Fujino F, Teranaka T. Formation of inhibition layers with a newly developed fluoride-releasing all-in-one adhesive. *Dent Mater J*. 2005; 24(2): 172-7.

Nagamine M, Itota T, Torii Y, Irie M, Staninec M, Inoue K. Effect of resin-modified glass ionomer cements on secondary caries. *Am J Dent*. 1997; 10(4): 173-8.

Nakabayashi N, Pashley DH. Hybridization of dental hard tissue. Quintessence Publishing Co. Tokyo; 1998.

Nakajima M, Okuda M, Ogata M, Pereira PN, Tagami J, Pashley DH. The durability of a fluoride-releasing resin adhesive system to dentin. *Oper Dent*. 2003; 28(2): 186-92.

Nakanuma K. Studies on the development of hydrophilic photocurable dentin bonding agents - the effects of QTX-DMAEMA system. *J Jpn Conserv Dent*. 1993; 36: 315–30.

Naoum S, Ellakwa A, Martin FE, Swain M. Fluoride release, recharge and mechanical property stability of various fluoride containing resin composites. *Oper Dent*. 2011; 36(4): 422–32.

Okuyama K, Murata Y, Pereira PN, Miguez PA, Komatsu H, Sano H. Fluoride release and uptake by various dental materials after fluoride application. *Am J Dent*. 2006; 19(2): 123-7.

Özer, I, Thylstrup, A. What is known about caries in relation to restorations as a reason for replacement? A review. *Adv Dent Res*. 1995; 9(4): 304-402.

Pashley DH, Sano H, Ciucchi B, Voshiyama M, Canjallo RM. Adhesion testing of Dentin bonding agents; A Review. *Dent Mater*. 1995; 11(9): 117-25.

Perdigão J, Lopes L, Lambrechts P, Leitao J, Van Meerbeek B, Vanherle G. Effects of a self-etching primer on enamel shear bond strengths and SEM morphology. *Am J Dent*. 1997; 10(3): 141-6.

Pereira GDS, Paulillo LAMS, De Goes MF, Dias CTS. How wet should dentin be? Comparison of methods to remove excess water during moist bonding. *J Adhesive Dent*. 2001; 3(3): 257-64.

Peris AR, Mitsui FH, Lobo MM, Bedran-Russo AK, Marchi GM. Adhesive systems and secondary caries formation: Assessment of dentin bond strength, caries lesions depth and fluoride release. *Dent Mater*. 2007; 23(3): 308-16.

Peumans M, Kanumilli P, De Munck J, Van Landuyt K, Lambrechts P, Van Meerbeek B. Clinical effectiveness of contemporary adhesives: a systematic review of current clinical trials. *Dent Mater*. 2005; 21(9): 864-81.

Phillips RW. Cimentos para restaurações. In: Skinner EW. *Materiais dentários de Skinner*. 8.ed, Rio de Janeiro: Interamericana, 1984. Cap. 30, 351-366.

Pimenta LAF, Navarro MFL, Cconsolaro A. Secondary caries around amalgam restorations. *J Prosth Dent*. 1995; 74(3): 219-22.

Pinto CF, Oliveira MT, Cavalli V, Humel MMC, Silva CE, Dias HGV, Paes Leme AF, Giannini M. Efeito da irradiação dos agentes clareadores no esmalte dental com lesão de cárie. *Rev Bras Odontol*. 2009; 66(2): 270-5.

Pinto CF, Paes Leme AF, Ambrosano GM, Giannini M. *In vitro* secondary caries inhibition by adhesive systems in enamel around composite restorations. *Oper Dent*. 2010; 35(3): 345-52.

Prati C, Montanari G, Biagini G, Fava F, Pashley DH. Effects of dentin surface treatments on the shear bond strength of Vitrabond. *Dent Mater*. 1992; 8: 21-6.
Prati C, Chersoni S, Acquaviva GL, Breschi L, Suppa P, Tay FR, Pashley DH. Permeability of marginal hybrid layers in composite restorations. *Clin Oral Investig*. 2005; 9(1): 1-7.

Preston AJ, Mair LH, Agalamanyi EA, Higham M. Fluoride release from aesthetic dental materials. *J Oral Rehab*. 1999; 26(2): 123-9.

Reis AF, Giannini M, Ambrosano GMB, Chan DCN. The effects of filling technique and a low-viscosity composite liner on bond strength to class II cavities. *J Dent*. 2003; 31(1): 59-66.

Reis AF, Giannini M, Pereira PN. Effects of a peripheral enamel bond on the long-term effectiveness of dentin bonding agents exposed to water in vitro. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater*. 2008; 85(1): 10-7.

Sano H, Shono T, Sonoda H, Takatsu T, Ciuchhi B, Carvalho RM *et al*. Relationship between surface area for adhesion and tensile bond strength – evaluation of a microtensile bond test. *Dent Mater*. 1994; 10(4): 236-40.

Sano H, Takatsu T, Ciucchi B, Horner JA, Matthews WG, Pashley DH. Nanoleakage: leakage within the hybrid layer. *Oper Dent*. 1995; 20(1): 18-25.

Sano H, Yoshikawa T, Pereira PN, Kanemura N, Morigami M, Tagami J, Pashley DH. Long-term durability of dentin bonds made with a self-etching primer, in vivo. *J Dent Res*. 1999; 78(4): 906-11.

Santerre JP, Shajii L, Leung BW. Relation of dental composite formulations to their degradation and the release of hydrolyzed polymeric-resin-derived products. *Crit Rev Oral Biol Med*. 2001; 12(2): 136-51.

Sarr M, Kane AW, Vreven J, Mine A, Van Landuyt KL, Peumans M *et al*. Microtensile bond strength and interfacial characterization of 11 contemporary adhesives bonded to bur-cut dentin. *Oper Dent*. 2010; 35(1): 94-104.

Savarino L, Breschi L, Tedaldi M, Ciapetti G, Tarabusi C, Greco M, Giunti A, Prati C. Ability of restorative and fluoride releasing materials to prevent marginal dentine demineralization. *Biomaterials*. 2004; 25(6): 1011-7.

Segura A, Donly KJ, Quackenbush B. In vitro dentin demineralization inhibition effects of an experimental fluoridated HEMA and water wetting agent. *J Oral Rehab*. 2000; 27(6): 532-7.

Shinohara MS, Yamauti M, Inoue G, Nikaido T, Tagami J, Giannini M, De Goes MF. Evaluation of antibacterial and fluoride-releasing adhesive system on dentin – Microtensile bond strength and acid-base challenge. *Dent Mater J*. 2006;

25(3): 545-52.

Shinkai RS, Cury AA, Cury JA. *In vitro* evaluation of secondary caries development in enamel and root dentin around luted metallic restoration. Oper Dent. 2001; 26(1): 52-9.

Shono Y, Terashita M, Shimada J, Kozono Y, Carvalho RM, Russell CM, *et al.* Durability of resin-dentin bonds. J Adhes Dent. 1999; 1(3): 211-8.

Swartz ML, Phillips RW, Clark HE, Norman RD, Potter R. Fluoride distribution in teeth using a silicate model. J Dent Res. 1980; 59(10): 1596-603.

Swartz ML, Phillips RW, Clark HE. Long-term fluoride release from glass ionomer cements. J Dent Res. 1984; 63(2): 158-60.

Swift EJ Jr. Fluoride containing restorative materials. Clin Prev Dent. 1988; 10(6): 19-24.

Swift EJ Jr, Pawlus MA, Vargas MA. Shear bond strengths of resin-modified glass-ionomer restorative materials. Oper Dent. 1995; 20(4): 138–143.

Shono Y, Ogawa T, Terashita M, Carvalho RM, Pashley EL, Pashley DH. Regional measurement of resin-dentin bonding as an array. J Dent Res. 1999; 78(2): 699-705.

Souto M, Donly KJ. Caries inhibition of glass ionomers. Am J Dent. 1994; 7(2): 122-4.

Takahashi A, Inoue S, Kawamoto C, *et al.* In vivo long-term durability of the bond to dentin using two adhesive systems. J Adhes Dent. 2002; 4(2): 151-9.

Tay FR, Pashley EL, Huang C, *et al.* The glass-ionomer phase in resin-based restorative materials. J Dent Res. 2001; 80(9): 1808–12.

Tay FR, Frankenberger R, Krejci I, Bouillaguet S, Pashley DH, Carvalho RM, Lai CN. Single-bottle adhesives behave as permeable membranes after polymerization. I. *In vivo* evidence. J Dent. 2004; 32(8): 611-21.

Ten Cate JM, Duijsters PP. Alternating demineralization and remineralization of artificial enamel lesions. Caries Res. 1982; 16(3): 201-10.

Ten Cate JM. *In vitro* studies on the effects of fluoride on de- and remineralization. J Dent Res. 1990; 69(Spec No): 634-6.

Ten Cate JM, Van Duimem RN. Hypermineralization of dentinal lesions adjacent to glass-ionomer cement restoration. J Dent Res. 1995; 74(6): 1266-71.

Ten Cate JM. Remineralization of caries lesions extending into dentin. J Dental Research. 2001; 80(5): 1407-11.

Teranaka T, Okada S, Hanaoka K. Diffusion of fluoride ion from GIOMER products into dentin. Trabalho apresentado no 2nd GIOMER International Meeting (2001).

Toba S, Pereira PNR, Nikaido T, Tagami J. Effect of topical application of fluoride gel on artificial secondary caries inhibition. Int Chin J Dent. 2003; 3: 53-61.

Torii Y, Iwami Y, Kobayashi K, Iga M, Tsuchitani Y. Studies on light-cured glass ionomer cements (Part 1) Physical properties and marginal sealing abilities. J Jpn Conserv Dent. 1991; 34: 451-8.

Torii Y, Itota T, Okamoto M, Nakabo S, Nagamine M, Inoue K. Inhibition of artificial secondary caries in root by fluoride-releasing restorative materials. Oper Dent. 2001; 26(1): 36-43.

Tsuchiya S, Nikaido T, Sonoda H, Foxton RM, Tagami J. Ultrastructure of the dentin-adhesive interface after acid-base challenge. *J Adhes Dent*. 2004; 6(3): 183-90.

Tveit AB, Gjerdet NR. Fluoride release from a fluoride-containing amalgam, a glass ionomer and silicate cement in artificial saliva. *J Oral Rehabil*. 1981; 8(3): 237-41.

Van Dijken JW. Clinical evaluation of three adhesive systems in class V non-carious lesions. *Dent Mater*. 2000; 16(4): 285-91.

Van Meerbeek B, Vargas S, Inoue S, Yoshida Y, Peumans M, Lambrechts P, *et al*. Adhesives and cements to promote preservation dentistry. *Oper Dent*. 2001; 26(6): S119-S144.

Van Meerbeek B, De Munck J, Yoshida Y, Inoue S, Vargas M, Vijay P, *et al*. Buonocore memorial lecture: adhesion to enamel and dentin: current status and future challenges. *Oper Dent*. 2003; 28(3): 215-35.

Van Meerbeck B, De Munck J, Yoshida Y, Inoue S, Vargas M, Vijay P *et al*. Buonocore memorial lecture. Adhesion to enamel and dentin: current status and future challenges. *Oper Dent*. 2003; 28(3): 215-35.

Van Meerbeek B, Peumans M, Poitevin A, Mine A, Van Ende A, Neves A, De Munk J. Relationship between bond-strength tests and clinical outcomes. *Dental Mater*. 2010; 26(2): e100-e121.

Vieira AE, Delbem AC, Sasaki KT, Rodrigues E, Cury JA, Cunha RF. Fluoride dose response in pH-cycling models using bovine enamel. *Caries Res*. 2005; 39(6): 514-20.

Walter R, Swift EJ Jr, Nagaoka H, Chung Y, Bartholomew W, Braswell KM, Pereira PN. Two-year bond strengths of "all-in-one" adhesives to dentine. *J Dent*. 2012; 40(7): 549-55.

- Wefel JS. Root caries histopathology and chemistry. 1994; 7(5): 261-5.
- Wefel JS, Heilman JR, Jordan TH. Comparisons of in vitro root caries models. Caries Res. 1995; 29(3): 204-9.
- White DJ. Reactivity of fluoride dentifrices with artificial caries. Caries Res. 1987; 21(2): 126-40.
- White DJ. The application of in vitro models to research on demineralization and remineralization of the teeth. Adv Dent Res. 1995; 9(3): 175-93.
- Wiegand A, Wolfgang B, Attin T. Review on fluoride-releasing restorative materials – Fluoride release and uptake characteristics, antibacterial activity and influence on caries formation. Dent Mater. 2007; 23(3): 343-62.
- Wilson AD, Kent BE. A new translucent cement for dentistry. The glass ionomer cement. Br Dent J. 1972; 132(4): 133-5.
- Wilson AD. Developments in glass-ionomer cements. Int J Prosthodont. 1989; 2(5): 438-46.
- Yiu CK, King NM, Carrilho MR, Sauro S, Rueggeberg FA, Prati C et al. Effect of resin hydrophilicity and temperature on water sorption of dental adhesive resins. Biomaterials. 2006; 27(9): 1695-703.
- Yoshida Y, Van Meerbeek B, Nakayama Y, Snauwaert J, Hellemans L, Lambrechts P, et al. Evidence of chemical bonding at biomaterial-hard tissue interfaces. J Dent Res. 2000; 79(2): 709-14.
- Yoshiyama M, Matsuo T, Ebisu S, Pashley DH. Regional bond strengths of self-etching/self-priming adhesive systems. J Dent. 1998; 26(7): 609-16.
- Yoshiyama M, Doi J, Nishitani Y, Itota T, Tay FR, Carvalho RM, Pashley DH. Bonding ability of adhesive resins to caries-affected and caries-infected dentin. J Appl Oral Sci. 2004; 12(3): 171-6.



COMITÊ DE ÉTICA EM PESQUISA
FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE PIRACICABA
UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS



CERTIFICADO

O Comitê de Ética em Pesquisa da FOP-UNICAMP certifica que o projeto de pesquisa "**Análise da união dentina-resina e do tecido dentinário adjacente às restaurações com sistemas adesivos/compositos contendo fluoreto após desafio cariogênico in vitro**", protocolo nº 115/2010, dos pesquisadores Ana Paula Almeida Ayres e Marcelo Giannini, satisfaz as exigências do Conselho Nacional de Saúde - Ministério da Saúde para as pesquisas em seres humanos e foi aprovado por este comitê em 03/11/2010.

The Ethics Committee in Research of the School of Dentistry of Piracicaba - State University of Campinas, certify that the project "**Analysis of union dentin-resin and dentin tissue adjacent to restorations with adhesive systems containing fluoride after In vitro cariogenic challenge**", register number 115/2010, of Ana Paula Almeida Ayres and Marcelo Giannini, comply with the recommendations of the National Health Council - Ministry of Health of Brazil for research in human subjects and therefore was approved by this committee at 11/03/2010.

Prof. Dr. Pablo Agustín Vargas
Secretário
CEP/FOP/UNICAMP

Prof. Dr. Jacks Jorge Junior
Coordenador
CEP/FOP/UNICAMP

Nota: O título do protocolo aparece como fornecido pelos pesquisadores, sem qualquer edição.
Notice: The title of the project appears as provided by the authors, without editing.

ANEXO 2

ANÁLISES ESTATÍSTICAS

Análise Estatística dos Valores de Resistência de União

Tabela – Valores de Resistência de União (MPa)

Grupos experimentais	Tempo	
	Imediato	1 Ano
Adper Easy One	49,69 ± 13,74 A b	53,85 ± 11,58 A b
Fuji	27,16 ± 4,54 A a	27,67 ± 7,12 A a
Bond Force	35,54 ± 13,51 A ab	33,36 ± 8,95 A a
Bond II	36,98 ± 12,86 A ab	41,45 ± 6,51 A ab

Médias seguidas de letras distintas (maiúscula – linha, minúscula – coluna), diferem entre si pelo teste de Bonferroni ($p < 0.05$).

Interações material x tempo (ANOVA)

Source of Variation	% of total variation	P value
Interaction	1,07	0,7733
Material	44,79	< 0,0001
Tempo	0,43	0,5060

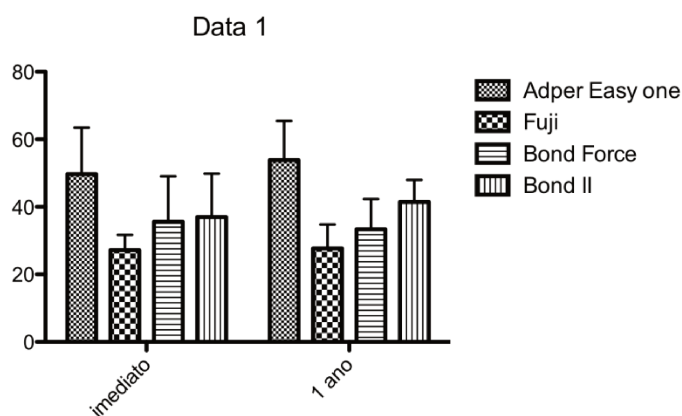
Diferenças: imediato (Bonferroni)

Adper x Fuji ($p < 0,001$)

Diferenças: 1 ano (Bonferroni)

Adper x Fuji ($p < 0,0001$)

Adper x Bond force ($p < 0,01$)



Estatística da Análise de Concentração Catiônica de Flúor

Metodologia estatística

Após a análise exploratória os dados foram transformados em raiz quadrada para atenderem as pressuposições de uma análise paramétrica e aplicada metodologia de modelos mistos para medidas repetidas (PROC MIXED para medidas repetidas). As comparações múltiplas foram realizadas pelo teste de Tukey-Kramer e as comparações com as concentrações de flúor na solução recém-preparada sem uso pelo teste t para uma média. O nível de significância considerado foi de 5%.

Resultados

Tabela da Análise de Variância para Avaliação dos dados de liberação de flúor.

Variável	Pr > F
Sistema Restaurador	<.0001
Meio	<.0001
Interação Sistema Restaurador x Meio	<.0001

Houve diferença estatística entre os sistemas restauradores, também houve diferença estatística entre os meios e a interação sistema restaurador x meio também foi significativa

Tabela 1. Concentração de flúor média (desvio padrão) em função do material e da solução

Material	Avaliação			
	Solução Des	Solução Re	Solução Des	Solução Re
	Dia 1 a 4	Dia 1 a 4	Dia 5 a 8	Dia 5 a 8
FL	*0,98 Aa	#0,03 Cab	\$1,02 Aa	#0,04 Bab
Force	*0,96 Aa	#0,02 Cb	\$1,00 Aa	#0,03 Bb
Fuji	*0,98 Aa	#0,04 Ca	\$1,00 Aa	#0,05 Ba
3M	*0,97 Aa	#0,02 Cb	\$1,02 Aa	#0,03 Bb

Médias seguidas de letras distintas (maiúsculas na horizontal e minúsculas na vertical) diferem entre si ($p \leq 0,05$). * Difere da concentração de flúor na solução Des 1 recém-preparada sem uso= 1.090; \$ Difere da concentração de flúor na solução Des 2 recém-preparada sem uso= 1.103; # Difere da concentração de flúor na solução RE recém-preparada sem uso= 0.007;

Level of Grupo	Level of trat	N	-----fluor-----	
			Mean	Std Dev
FL	desB	12	1.01750000	0.04918333
FL	desa	12	0.97500000	0.06162644
FL	resA	12	0.02633333	0.00635801
FL	resB	12	0.03866667	0.00867948
FORCE	desB	12	1.00425000	0.03632461
FORCE	desa	12	0.96583333	0.07106314
FORCE	resA	12	0.02116667	0.00265718
FORCE	resB	12	0.03133333	0.00499697
Fuji	desB	12	1.00616667	0.05609867
Fuji	desa	12	0.98208333	0.11637905
Fuji	resA	12	0.03733333	0.00551582
Fuji	resB	12	0.05341667	0.01017536
M3	desB	12	1.01683333	0.04119319
M3	desa	12	0.96775000	0.06325867
M3	resA	12	0.01933333	0.00405268
M3	resB	12	0.03000000	0.01002724

Microdureza

Metodologia estatística

Após a análise exploratória os dados foram analisados por meio de análise de variância (ANOVA) em esquema de parcela subsubdividida, sendo as parcelas representadas pelos materiais, as subparcelas pelas distâncias e as sub sub parcelas pelas profundidades. As comparações múltiplas foram realizadas pelo teste de Tukey considerando o nível de significância de 5%.

Resultados

Esmalte

profundidade <.0001
 Grupo*profundidade 0.2985
 distancia*profundida 0.3160
 Grupo*distan*profund 0.9792
 Grupo 0.5879

distancia 0.0012
 Grupo*distancia 0.5173

Tabela 1. Microdureza do esmalte média (desvio padrão) em função do material, distância e profundidade.

Material	Profundidade	Distância			Tukey
		50	150	300	
FL	10	144,94	182,71	176,31	c
	40	277,12	327,62	320,00	b
	80	300,88	319,62	293,00	ab
	120	308,88	338,25	329,12	a
	160	304,88	333,12	350,25	ab
	200	323,12	356,00	329,12	ab
Force	10	170,58	162,05	201,12	c
	40	296,50	294,12	311,50	b
	80	304,12	299,62	291,38	ab
	120	309,50	299,88	312,75	a
	160	310,00	327,38	307,62	ab
	200	312,38	329,12	292,12	ab
Fuji	10	150,85	155,94	169,70	c
	40	254,85	312,50	331,75	b
	80	315,88	326,38	319,75	ab
	120	319,25	343,25	360,38	a
	160	306,62	319,62	335,12	ab
	200	312,12	329,12	314,88	ab
3M	10	121,89	176,98	219,18	c
	40	222,00	285,12	265,42	b
	80	250,75	280,50	294,71	ab
	120	297,50	304,25	282,62	a
	160	288,62	294,88	285,12	ab
	200	281,88	285,42	291,56	ab
Tukey		B	A	A	

Letras distintas maiúsculas na horizontal e minúsculas na vertical comparando profundidade dentro de cada material diferem entre si ($p \leq 0,05$). Não houve diferença significativa entre os materiais ($p = 0,5879$)

The SAS System

The GLM Procedure

Level of Grupo	Level of distancia	Level of profundidade	N	-----microdureza----- Mean	Std Dev
FL	50	10	8	144.937500	81.389837
FL	50	40	8	277.125000	57.394468
FL	50	80	8	300.875000	63.390936
FL	50	120	8	308.875000	70.580122
FL	50	160	8	304.875000	60.392614
FL	50	200	8	323.125000	69.955981
FL	150	10	8	182.712500	101.291960
FL	150	40	8	327.625000	108.903545
FL	150	80	8	319.625000	59.061560
FL	150	120	8	338.250000	83.463850
FL	150	160	8	333.125000	82.603074
FL	150	200	8	356.000000	62.855844
FL	300	10	8	176.312500	69.086353
FL	300	40	8	320.000000	74.888489
FL	300	80	8	293.000000	65.911196
FL	300	120	8	329.125000	54.035537
FL	300	160	8	350.250000	53.059939
FL	300	200	8	329.125000	59.390806
FORCE	50	10	8	170.575000	88.235493
FORCE	50	40	8	296.500000	96.724941
FORCE	50	80	8	304.125000	41.738771
FORCE	50	120	8	309.500000	30.237158
FORCE	50	160	8	310.000000	36.715120
FORCE	50	200	8	312.375000	26.213069
FORCE	150	10	8	162.050000	63.701581
FORCE	150	40	8	294.125000	84.016049
FORCE	150	80	8	299.625000	47.077254
FORCE	150	120	8	299.875000	38.698237
FORCE	150	160	8	327.375000	35.099603
FORCE	150	200	8	329.125000	52.228721
FORCE	300	10	8	201.125000	124.660393
FORCE	300	40	8	311.500000	76.729581
FORCE	300	80	8	291.375000	28.020082
FORCE	300	120	8	312.750000	24.516758
FORCE	300	160	8	307.625000	65.591675
FORCE	300	200	8	292.125000	54.096310
Fuji	50	10	8	150.850000	92.965124
Fuji	50	40	8	254.850000	88.259083
Fuji	50	80	8	315.875000	71.505120
Fuji	50	120	8	319.250000	75.030946
Fuji	50	160	8	306.625000	51.939353
Fuji	50	200	8	312.125000	62.065490
Fuji	150	10	8	155.937500	77.914769
Fuji	150	40	8	312.500000	123.998848
Fuji	150	80	8	326.375000	76.686630
Fuji	150	120	8	343.250000	102.092045

The SAS System

The GLM Procedure

Level of Grupo	Level of distancia	Level of profundidade	N	-----microdureza----- Mean	Std Dev
Fuji	150	160	8	319.625000	56.925860
Fuji	150	200	8	329.125000	73.255790
Fuji	300	10	8	169.700000	118.304969
Fuji	300	40	8	331.750000	73.672538
Fuji	300	80	8	319.750000	60.409909
Fuji	300	120	8	360.375000	103.189060
Fuji	300	160	8	335.125000	57.162519
Fuji	300	200	8	314.875000	93.260675
M3	50	10	8	121.887500	70.551469

M3	50	40	8	222.000000	77.908371
M3	50	80	8	250.750000	91.562235
M3	50	120	8	297.500000	80.156989
M3	50	160	8	288.625000	70.406853
M3	50	200	8	281.875000	70.499113
M3	150	10	8	176.975000	67.805536
M3	150	40	8	285.125000	80.563085
M3	150	80	8	280.500000	79.548727
M3	150	120	8	304.250000	81.074481
M3	150	160	8	294.875000	99.904865
M3	150	200	8	285.425000	82.495121
M3	300	10	8	219.175000	82.536325
M3	300	40	8	265.425000	84.171352
M3	300	80	8	294.712500	97.995793
M3	300	120	8	282.625000	76.118212
M3	300	160	8	285.125000	73.563262
M3	300	200	8	291.562500	84.960259

Dentina

profundidade	<.0001
Grupo*profundidade	0.0093
distancia*profundida	0.2603
Grupo*distan*profund	0.9872
Grupo	0.6451
distancia	0.1734
Grupo*distancia	0.7533

Tabela 1. Microdureza da dentina média (desvio padrão) em função do material, distância e profundidade.

Material	Profundidade	Distância			Tukey
		50	150	300	
FL	10	32,46	32,51	27,39	d
	40	39,36	33,30	35,30	cd
	80	47,35	43,44	42,86	bc
	120	49,31	51,48	54,40	ab
	160	56,34	53,22	60,86	a
	200	59,66	62,35	65,01	a
Force	10	44,52	29,30	25,60	c
	40	49,58	51,02	47,85	b
	80	59,00	57,04	53,10	ab
	120	62,89	61,10	59,80	ab
	160	62,82	59,86	66,26	a
	200	67,72	63,89	67,89	a
Fuji	10	30,29	26,65	23,76	c
	40	36,98	28,86	30,01	c

	80	44,91	42,98	47,60	b
	120	53,04	55,14	58,72	ab
	160	57,66	62,74	59,09	a
	200	67,72	61,81	66,91	a
3M	10	24,68	21,78	21,30	d
	40	45,05	37,49	30,15	c
	80	50,32	57,22	53,40	b
	120	58,20	59,09	58,12	ab
	160	61,01	62,28	61,92	ab
	200	68,49	66,55	64,22	a

Tukey	A	A	A
-------	---	---	---

Letras distintas maiúsculas na horizontal e minúsculas na vertical comparando profundidade dentro de cada material diferem entre si ($p \leq 0,05$). Não houve diferença significativa entre os materiais ($p=0,6451$).

The SAS System

The GLM Procedure

Level of Grupo	Level of distancia	Level of profundidade	N	-----microdureza----- Mean	Std Dev
FL	50	10	8	32.4625000	13.8234725
FL	50	40	8	39.3625000	9.2015430
FL	50	80	8	47.3500000	14.1404183
FL	50	120	8	49.3125000	13.5717603
FL	50	160	8	56.3375000	15.8008985
FL	50	200	8	59.6625000	16.3087126
FL	150	10	8	32.5125000	13.8386041
FL	150	40	8	33.3000000	6.3127988
FL	150	80	8	43.4375000	16.4563438
FL	150	120	8	51.4750000	14.1046851
FL	150	160	8	56.2250000	19.3194018
FL	150	200	8	62.3500000	16.2901372
FL	300	10	8	27.3875000	11.4347138
FL	300	40	8	35.3000000	6.7880146
FL	300	80	8	42.8625000	10.9806242
FL	300	120	8	53.4000000	17.0881747
FL	300	160	8	60.8625000	15.2323844
FL	300	200	8	65.0125000	17.5484991
FORCE	50	10	8	44.5250000	21.0992722
FORCE	50	40	8	49.5750000	10.6913516
FORCE	50	80	8	59.0000000	11.8247924
FORCE	50	120	8	62.8875000	10.8879275
FORCE	50	160	8	62.8250000	12.3703274
FORCE	50	200	8	67.7250000	11.5742016
FORCE	150	10	8	29.3000000	8.0146295
FORCE	150	40	8	51.0250000	12.1809864
FORCE	150	80	8	57.0375000	14.7921734
FORCE	150	120	8	61.1000000	14.1957740
FORCE	150	160	8	59.8625000	13.4105436
FORCE	150	200	8	63.8875000	16.8258676
FORCE	300	10	8	25.6000000	3.1897156
FORCE	300	40	8	47.8500000	15.2366100
FORCE	300	80	8	53.1000000	13.8117962
FORCE	300	120	8	59.8000000	15.7290450

FORCE	300	160	8	66.2625000	17.2128638
FORCE	300	200	8	67.5875000	19.7731013
Fuji	50	10	8	30.2875000	10.4515805
Fuji	50	40	8	36.9750000	14.5690229
Fuji	50	80	8	44.9125000	20.2644261
Fuji	50	120	8	53.0375000	21.2198652
Fuji	50	160	8	57.6625000	24.5727455
Fuji	50	200	8	67.7250000	39.4653103
Fuji	150	10	8	26.6500000	7.6513304
Fuji	150	40	8	28.8625000	12.2833148
Fuji	150	80	8	42.9750000	15.6456064
Fuji	150	120	8	55.1375000	17.6724917

The SAS System

The GLM Procedure

Level of Grupo	Level of distancia	Level of profundidade	N	-----microdureza----- Mean	Std Dev
Fuji	150	160	8	62.7375000	22.6370706
Fuji	150	200	8	61.8125000	30.1580805
Fuji	300	10	8	23.7625000	7.7180563
Fuji	300	40	8	30.0125000	13.3219944
Fuji	300	80	8	47.6000000	16.0557956
Fuji	300	120	8	58.7250000	16.7196847
Fuji	300	160	8	59.0875000	24.7631314
Fuji	300	200	8	66.9250000	26.5376686
M3	50	10	8	24.6750000	8.4045481
M3	50	40	8	45.0500000	21.1640531
M3	50	80	8	50.3250000	22.0604203
M3	50	120	8	58.2000000	21.5222144
M3	50	160	8	61.0125000	20.1004220
M3	50	200	8	68.4875000	24.8857066
M3	150	10	8	21.7750000	7.4024610
M3	150	40	8	37.4875000	21.2022531
M3	150	80	8	57.2250000	26.0186060
M3	150	120	8	59.0875000	26.1595346
M3	150	160	8	62.2750000	25.5564781
M3	150	200	8	66.5500000	31.0273152
M3	300	10	8	21.3000000	5.6976186
M3	300	40	8	30.1500000	8.2420524
M3	300	80	8	53.4000000	22.0791434
M3	300	120	8	58.1250000	20.2626151
M3	300	160	8	61.9250000	23.5942941
M3	300	200	8	64.2250000	25.5090880