

UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS
FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE PIRACICABA

MARIA CAROLINA GUILHERME ERHARDT

Cirurgiã-Dentista

**ANÁLISE LONGITUDINAL DA RESISTÊNCIA À TRAÇÃO, DA
NANOINFILTRAÇÃO E DO PADRÃO MORFOLÓGICO DA CAMADA
HÍBRIDA DE SISTEMAS ADESIVOS AUTOCONDICIONANTES
APLICADOS À DENTINA HUMANA HÍGIDA OU AFETADA POR CÁRIE.**

Tese apresentada à Faculdade de Odontologia de Piracicaba,
da Universidade Estadual de Campinas, como parte dos
requisitos para obtenção do Título de Doutor em Clínica
Odontológica, Área de Dentística.

PIRACICABA
-2005-

UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS
FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE PIRACICABA

MARIA CAROLINA GUILHERME ERHARDT

**ANÁLISE LONGITUDINAL DA RESISTÊNCIA À TRAÇÃO, DA
NANOINFILTRAÇÃO E DO PADRÃO MORFOLÓGICO DA CAMADA
HÍBRIDA DE SISTEMAS ADESIVOS AUTOCONDICIONANTES
APLICADOS À DENTINA HUMANA HÍGIDA OU AFETADA POR CÁRIE.**

Tese apresentada à Faculdade de Odontologia de Piracicaba,
da Universidade Estadual de Campinas, como parte dos
requisitos para obtenção do Título de Doutor em Clínica
Odontológica, Área de Dentística.

Orientador: Prof. Dr. Luiz André Freire Pimenta
Co-Orientador: Prof. Dr. Roger William Fernandes Moreira

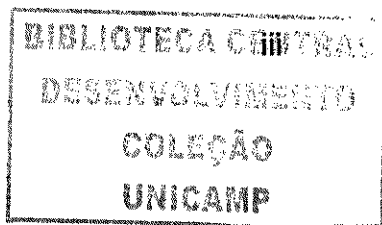
Banca Examinadora:
Prof. Dr. Renato Herman Sundfeld
Prof. Dr. Ricardo Marins de Carvalho
Prof. Dr. Luiz André Freire Pimenta
Prof. Dr. Lourenço Correr Sobrinho
Profa. Dra. Regina Maria Puppin Rontani

Suplentes:
Prof. Dr. Mário Alexandre Coelho Sinhoreti
Prof. Dr. André Luiz Fraga Briso

PIRACICABA
-2005-

Este exemplar foi devidamente corrigido,
de acordo com a resolução CCPG 036/83.
CPG,

.....
Assinatura do Orientador



UNIDADE	BC
Nº CHAMADA	TIVNICAMP
	Er. 39a
V	EX
TOMBO BC/	65793
PROC.	16-86-05
C	☐
D	☒
PREÇO	11,00
DATA	30/9/05
Nº CPD	

Bib id 365928

FICHA CATALOGRÁFICA ELABORADA PELA
BIBLIOTECA DA FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE PIRACICABA
 Bibliotecário: Marilene Girello – CRB-8ª. / 6159

Er39a Erhardt, Maria Carolina Guilherme.
 Análise longitudinal da resistência à tração, da nanoinfiltração e do padrão morfológico da camada híbrida de sistemas adesivos autocondicionantes aplicados à dentina humana hígida ou afetada por cárie. / Maria Carolina Guilherme Erhardt. -- Piracicaba, SP : [s.n.], 2005.

Orientadores: Luiz André Freire Pimenta, Roger William Fernandes Moreira.
 Tese (Doutorado) – Universidade Estadual de Campinas, Faculdade de Odontologia de Piracicaba.

1. Dentina. 2. Adesão. 3. Resinas compostas. 4. Degradação. 5. Dentística. I. Pimenta, Luiz André Freire. II. Moreira, Roger William Fernandes. III. Universidade Estadual de Campinas. Faculdade de Odontologia de Piracicaba. IV. Título. (mg/fop)

Título em inglês: Long-term analysis of microtensile, nanoleakage and morphologic pattern of hybrid layers promoted by different self-etching bonding agents to normal and caries-affected human dentin

Palavras-chave em inglês (*Keywords*): 1. Dentin. 2. Adhesion. 3. Composite resins. 4. Degradation. 5. Dentistry

Área de concentração: Dentística

Titulação: Doutor em Clínica Odontológica

Banca examinadora: Renato Herman Sundfeld, Ricardo Marins de Carvalho, Luiz André Freire Pimenta, Lourenço Correr Sobrinho, Regina Maria Puppim Rontani

Data da defesa: 27/06/2005



UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS
FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE PIRACICABA



A Comissão Julgadora dos trabalhos de Defesa de Tese de DOUTORADO, em sessão pública realizada em 27 de Junho de 2005, considerou a candidata MARIA CAROLINA GUILHERME ERHARDT aprovada.

PROF. DR. ROGER WILLIAM FERNANDES MOREIRA

PROF. DR. RENATO HERMANN SUNDFELD

PROF. DR. RICARDO MARINS DE CARVALHO

PROF.ª DR. REGINA MARIA PUPPIN RONTANI

PROF. DR. LOURENÇO CORRÊA SOBRINHO

200501634

DEDICATÓRIA

Dedico este trabalho,

Aos meus pais **Leunir e Maria Cristina**, meus exemplos de vida, de amor e de carinho... Vocês sempre estiveram ao meu lado me apoiando, não só sorrindo comigo... Mas também enxugando as minhas lágrimas... Obrigada por acreditarem nos meus sonhos e vibrarem comigo em cada degrau superado... Esta vitória é nossa!!! Amo muito vocês...

À toda minha **Família**, sempre presente nos grandes e pequenos instantes da minha vida...

A **Deus**... Presente em todos os momentos da minha vida, dando-me firmeza e serenidade para encarar as dificuldades... Obrigada por segurar a minha mão, e me dar forças para enfrentar o meu caminho.

AGRADECIMENTO ESPECIAL

Agradeço com muito carinho,

Ao meu orientador e mestre **Prof. Dr. Luiz André Freire Pimenta**, por ter sempre acreditado no meu potencial e incentivando o meu crescimento acadêmico... Obrigada por me auxiliar a descobrir o mundo por mim mesma!!!

Aos meus orientadores na Universidade de Granada **Prof. Dr. Manuel Toledano Pérez** e **Profa. Dra. Raquel Osorio Ruiz**, que me aceitaram como aluna de Doutorado e me receberam de braços abertos na Espanha.

AGRADECIMENTOS

À Faculdade de Odontologia de Piracicaba – UNICAMP, na pessoa de seu Diretor, **Prof. Dr. Thales Rocha de Mattos Filho**, e do Diretor Associado **Prof. Dr. Mario Fernando de Goes**. A FOP, desde 1996, é meu porto seguro, minha fonte de conhecimentos... Esta instituição me permitiu crescer não só como profissional, mas também como pessoa. Meu eterno agradecimento...

Ao **Prof. Dr. Pedro Luiz Rosalen**, coordenador dos Cursos de Pós-Graduação da Faculdade de Odontologia de Piracicaba – UNICAMP, e aos **Professores Prof. Dr. Roger William Fernandes Moreira e Profa. Dra. Brenda Paula Figueiredo de Almeida Gomes**, respectivamente coordenador e ex-coordenadora do Curso de Pós - Graduação em Clínica Odontológica da FOP - UNICAMP.

Ao **Centro de Aperfeiçoamento de Pessoal de Ensino Superior – CAPES**, por acreditar no meu potencial como aluna de Pós – Graduação, bem como neste trabalho de tese, através da concessão da bolsa de estudos de Demanda Social e também de Doutorado Sanduíche.

Aos professores da Área de Dentística **Profa. Dra. Giselle Maria Marchi Baron, Prof. Dr. Marcelo Giannini, Prof. Dr. Luís Roberto Marcondes Martins, Prof. Dr. Luís Alexandre Maffei Sartini Paulillo e Prof. Dr. José Roberto Lovadino**, mestres desde a Graduação. Obrigada por colaborarem com a minha formação profissional.

Aos professores da FOP – UNICAMP **Prof. Dr. Caio Cezar Randi Ferraz e Profa. Dra. Marcela Rocha de Oliveira Carrilho**, e da Universidade de Guarulhos (Faculdade de Odontologia) **Prof. Dr. José Augusto Rodrigues**, membros da Banca de Qualificação, pelas sugestões e contribuições para a versão final deste trabalho.

Ao amigo e também mestre **Dr. Hamilton Taddei Bellini**, por sempre me apoiar e me incentivar. Sua história de vida é um exemplo que sempre buscarei seguir.

Aos funcionários da Área de Dentística, **Fernanda** e **“Seu Pedro”**, pela constante ajuda e amizade. À secretária do curso de Pós-Graduação em Clínica Odontológica **Mônica Bernabé**, que me ajudou em todos os trâmites durante o curso com muita prestatividade. À funcionária da Faculdade de Odontologia da Universidade de Granada **Yudie Gómez Villaescusa**, pelos ensinamentos e apoio no laboratório durante o Doutorado Sanduíche.

Às professoras da Faculdade de Odontologia da Universidade de Granada **Profa. Dra. Fátima Sanchez Aguilera** e **Profa. Dra. Estrella Osorio Ruiz**, por me receberem com tanto carinho na Espanha. Aos colegas de Doutorado na Universidade de Granada, **Alberto Martinez Albaladejo** e **Francesca Monticelli**, que tornaram minha vida em Granada muito mais agradável e enriquecedora.

Aos meus “anjos da guarda” aqui em Piracicaba... **Alessandra Peris**, **Larissa Cavalcante**, **Grace Mendonça** e **Mirela Shinohara**. Não tenho palavras para agradecer todo o apoio que vocês me deram aqui... Pessoas companheiras, de caráter e amigas como vocês... Não há preço para isso. Obrigada por existirem na minha vida... Aos colegas de Pós-Graduação da FOP-UNICAMP, **Ana Cecília**, **Ana Karina**, **André**, **Cristiane**, **César**, **Denise**, **Fábio**, **Eduardo Fregnani**, **Guilherme**, **Guto**, **Jansen**, **Ricardinho**, **Vanessa Ruiva** e **Vanessa Cavalli**, por todo o convívio...

Ao **Tuty**... Meu presente de Deus que tive a benção de encontrar na Espanha... Que surpresa da vida!!! Obrigada por todo o apoio, por toda a alegria que você trouxe para a minha existência... Espero poder trilhar todo este caminho que temos pela frente com pequenos passos, mas de mãos dadas a você e sempre na direção certa.

A todos, que de alguma maneira, permitiram-me que mais este sonho fosse alcançado.

EPÍGRAFE

*“O único sonho impossível de se
realizar é aquele em que você não acredita”.*

Anônimo

SUMÁRIO

RESUMO	1
ABSTRACT	3
1. INTRODUÇÃO	5
2. REVISÃO DE LITERATURA	11
2.1. Histórico dos sistemas adesivos	11
2.2. Interações do substrato dentinário afetado por cárie e normal com os sistemas adesivos	20
2.3. Qualidade e durabilidade da interface resina/dentina: Ensaio mecânicos de adesão e avaliações microestruturais	37
3. PROPOSIÇÃO	61
4. MATERIAIS E MÉTODOS	63
1. PARTE 1. Teste de microtração e avaliação da microdureza dentinária	
1.1. Delineamento experimental	63
1.2. Coleta, armazenamento, seleção e preparo inicial dos dentes	65
1.3. Preparo da superfície dentinária e remoção de tecido cariado	65
1.4. Procedimentos adesivos	69
1.5. Preparo e obtenção dos espécimes para o teste de microtração	72
1.6. Ensaio de microtração: detalhes de execução	75
1.7. Teste de microdureza Knoop	76
1.8. Análise estatística	78
2. PARTE 2. Avaliações micromorfológicas da camada híbrida	
2.1. Delineamento experimental	79
2.2. Preparo dos dentes e da superfície dentinária	79
2.3. Procedimentos adesivos	79

2.4. Preparo e obtenção dos espécimes para as avaliações microscópicas	80
2.5. Avaliações microestruturais	81
2.5.1. Microscopia óptica – Tricrômico de Masson	81
2.5.2. Microscopia eletrônica de varredura (MEV) - Nanoinfiltração	82
5. RESULTADOS	87
1. Avaliação da microtração	87
1.1. Fator Armazenamento	88
1.1. Fator Substrato Dentinário	91
1.1. Fator Sistema Adesivo	93
2. Avaliação da microdureza	97
3. Avaliações microscópicas	98
3.1. Padrão de fratura da interface adesiva	98
3.2. Microscopia óptica – Tricrômico de Masson	106
3.3. Microscopia eletrônica de varredura – Análise da Nanoinfiltração	113
6. DISCUSSÃO	121
7. CONCLUSÕES	137
8. REFERÊNCIAS	139
9. ANEXOS	157

O objetivo deste estudo *in vitro* foi determinar a durabilidade da interface adesiva em dentina normal (DN) ou afetada por cárie (DAC) promovida por um sistema adesivo simplificado convencional (Adper Scotchbond 1 / SB) e dois sistemas autocondicionantes de dois passos (Clearfil Protect Bond / PB e Adhe SE / AD), após 24 horas (24h) ou 6 meses (6me) de imersão em água. Para o teste de microtração, 90 molares humanos cariados foram selecionados. A superfície dentinária foi exposta através de seccionamento com disco duplo diamantado e polimento com lixas de carbetto de silício, deixando uma área central de DAC. Os dentes foram aleatoriamente divididos em 3 grupos para que recebessem a aplicação de um dos 3 sistemas adesivos, de acordo com a recomendação dos fabricantes. Blocos de compósito Tetric Ceram com altura de 4 mm foram incrementalmente confeccionados, e após 24 h de armazenagem em água destilada a 37 °C, os dentes foram seriadamente seccionados em fatias de 1,0 mm de espessura paralelas ao longo eixo dental. Em seguida, dispositivos em forma de ampulheta foram confeccionados com pontas diamantadas de granulação fina em alta rotação, com área adesiva final de aproximadamente 1,0 mm², que continham DN ou DAC. Os espécimes foram armazenados em água destilada por 24h ou 6me. Decorrido este período, os espécimes foram fixados individualmente em um dispositivo de microtração (Bencor-T), acoplado em máquina de ensaio universal (Instron), para teste à 0,5 mm/min. Após o teste, a porção dentinária dos espécimes fraturados foi avaliada em um microdurômetro do tipo Knoop e também observadas em microscópio eletrônico de varredura (MEV). As médias de resistência de união foram submetidos aos testes de análise de variância (ANOVA 3 fatores), Student Newman Keuls e t de Student ($p < 0,05$). Cinquenta e quatro molares cariados adicionais foram preparados da mesma maneira supradescrita. Após 24 h de armazenagem em água destilada a 37 °C, os dentes foram seccionados em fatias de 1,0 mm de espessura paralelas ao longo eixo dental. As fatias foram também armazenadas em água destilada por 24h ou 6me. Os espécimes de nanoinfiltração foram imersos em solução de nitrato de prata amoniacal por 24 h, lavados abundantemente e imersos em solução foto reveladora por 8 h, sobre luz fluorescente. Após o tempo de armazenagem, as fatias foram recobertas com carbono para observação em MEV. Já os espécimes de tricrômico de Masson foram manualmente polidos até que apresentassem espessura média de 3 - 5 μ m, para que fossem corados de acordo com as indicações da técnica histológica e visualizados em microscópio óptico. Os valores médios de microtração (MPa), foram: DN/SB/24h= 42,63; DN/PB/24h= 39,18; DN/AD/24h= 28,19; DN/SB/6me= 38,43; DN/PB/6me= 39,49; DN/AD/6me= 27,90; DAC/SB/24h= 34,49; DAC/PB/24h= 28,68; DAC/AD/24h= 24,20; DAC/SB/6me= 27,76; DAC/PB/6me= 24,48; DAC/AD/6me= 17,24. Tanto em DN quanto em DAC, após 24h ou 6me de imersão, os sistemas SB e PB apresentaram os maiores valores de resistência de união. De uma maneira geral, maiores valores de união foram obtidos em DN, comparado à DAC. Os sistemas adesivos autocondicionantes apresentaram maior estabilidade após 6 me de armazenamento.

Palavras-chave: sistemas adesivos, condicionamento ácido, sistemas autocondicionantes, dentina afetada por cárie, degradação, microtração, análises microscópicas.

ABSTRACT

The purpose of this study was to investigate the durability of resin-dentin bonds to sound (SD) and caries-affected dentin (CAD) using an total-etch (Adper Scotchbond 1 / SB) or two self-etch bonding systems (Clearfil Protect Bond / PB and AdheSE / AD) bonding agents, after 24 hours (24h) or 6 months (6mt) of storage in water. For the microtensile bond strength (μ TBS) evaluation, 90 extracted carious human molars were ground flat occlusally with wet sand (SiC) papers, leaving a central region of CAD dentin surrounded by ND. The teeth were randomly assigned into three groups, according to the bonding system used. All bonding systems were applied according to manufacturers instructions. Resin composite (Tetric Ceram) build-ups were made incrementally. After storage in distilled water at 37 °C for 24 h, teeth were serially sectioned into 1.0 mm slabs, and trimmed to yield a 1.0 mm² bonded area that contained either ND or CAD. Experimental hourglass specimens were stored in water for 6 mt. Specimens that had been stored in water for 24h were used as controls. Specimens were individually attached to a microtensile device (Bencor-T) which was coupled to an Instron machine and tested at a crosshead speed of 0.5 mm/min. The dentin surfaces of the fractured specimens were evaluated using Knoop microhardness test and observed by scanning electron microscopy (SEM). Data were analyzed by ANOVA, Student Newman Keuls and t Student multiple comparison tests ($p < 0.05$). Additional 54 extracted carious human molars were prepared for nanoleakage and Masson's trichrome evaluation, as described above. After storage in distilled water at 37 °C for 24 h, teeth were serially sectioned into 1.0 mm slabs that contained ND or CAD. Slabs were stored in water for 24 h or 6 mt. The specimens for nanoleakage were immersed in ammoniacal silver nitrate for 24 h, rinsed thoroughly and placed in photo developing solution for 8 h under fluorescent light. Slabs were sputter-coated with carbon and observed under SEM. Trichrome specimens were manually polished to 3 - 5 μ m thin sections of the adhesive/dentin interface and stained with the histological dyes. Stained thin sections from each prepared tooth were imaged with optical microscopy. The μ TBS mean values obtained (MPa), were: ND/SB/24h= 42.63; ND/PB/24h= 39.18; ND/AD/24h= 28.19; ND/SB/6mt= 38.43; ND/PB/6mt= 39.49; ND/AD/6mt= 27.90; CAD/SB/24h= 34.49; CAD/PB/24h= 28.68; CAD/AD/24h= 24.20; CAD/SB/6mt= 27.76; CAD/PB/6mt= 24.48; CAD/AD/6mt= 17.24. SB and PB presented the higher μ TBS values, irrespective of dentin type. Regarding bond strengths obtained with all bonding systems evaluated, it could be always observed higher mean values for ND. Self-etching bonding agents presented a higher stability after 6 mt water immersion.

Key words: dentin bonding, total-etch, self-etch, caries-affected dentin, degradation, microtensile bond strength, microscopical analysis.

INTRODUÇÃO

Durante o último século, a Odontologia Restauradora passou a defrontar-se com um importante paradigma. O conceito de retenção mecânica das restaurações que datam de meados dos anos 20 (BLACK, 1981) foi paulatinamente sendo sucedido pelos conceitos de prevenção e manutenção dental (ANUSAVICE, 2005). O princípio básico deste novo conceito reside na preservação de tecidos dentais, buscando-se remover a menor quantidade possível de estruturas, quando da intervenção restauradora (MASSLER, 1967). No entanto, somente a partir da década de 70 que tal conceito se tornou viável, graças a importantes avanços na tecnologia dos materiais resinosos (BUONOCORE, 1955; BUONOCORE *et al.*, 1956; BOWEN, 1965; FUSAYAMA *et al.*, 1979). Hoje, o maior desafio da Odontologia Adesiva moderna está em criar uma estrutura que resista a ataques químicos, aos desafios mecânicos intraorais, e promova uma união estável com as resinas compostas a serem aplicadas subjacentemente (DE MUNCK *et al.*, 2004), além de apresentar estabilidade e ser impermeável aos fluidos orais ou substâncias bacterianas (HASHIMOTO *et al.*, 2003ab).

Para que uma correta hibridização ocorra, o agente condicionante não deve desnaturar as fibrilas colágenas da matriz dentinária (HASHIMOTO *et al.*, 2002c), ao mesmo tempo em que deve promover uma rápida desmineralização superficial (NAKABAYASHI & PASHLEY, 1998). Os monômeros resinosos, por sua vez, devem apresentar excelente afinidade pelo colágeno (KANCA, 1992), serem hidrófilos e devem infiltrar profundamente por entre as fibrilas buscando reter-se micromecanicamente a este substrato (NAKABAYASHI *et al.*, 1982ab; VAN MEERBEEK *et al.*, 1993; PERDIGÃO *et al.*, 1996). Finalmente, não deve haver uma dissolução dos monômeros resinosos após polimerização (TAY & PASHLEY, 2003; CARVALHO *et al.*, 2005; NUNES *et al.*, 2005). Deste modo, uma melhor infiltração dos agentes de união resinosos por entre as fibrilas colágenas e no interior dos túbulos dentinários tem sido o principal foco na busca pelo aprimoramento deste tipo de procedimento.

O padrão de adesão dentinário atualmente obtido através da técnica do condicionamento ácido (FUSAYAMA *et al.*, 1979) e utilização de sistemas adesivos autocondicionantes resulta em uma rede entrelaçada que forma uma estrutura mista, constituída de uma matriz de colágeno circundada por material resinoso e por cristais residuais de hidroxiapatita, criando assim, uma camada híbrida (NAKABAYASHI *et al.*, 1982b), também denominada por VAN MEERBEEK *et al.* (1993) como zona de interdifusão entre a resina e a dentina, ou ainda, uma camada de dentina modificada (PERDIGÃO *et al.*, 1997).

Um aumento no sucesso dos procedimentos clínicos pode ser observado a partir de melhorias na formulação das resinas de união à estrutura dental, no entanto, há escassez de dados e trabalhos no que concerne à durabilidade desta união (BURROW *et al.*, 1993, 1996; PASHLEY *et al.*, 1995a; SANO *et al.*, 1995, 1999). Os sistemas adesivos mais recentemente desenvolvidos contêm monômeros resinosos com grupos funcionais hidrófilos (TAY & PASHLEY, 2003), os quais vieram a elevar os valores de força de união imediatos, principalmente à dentina (PERDIGÃO *et al.*, 1997; OKUDA *et al.*, 2002). No entanto, conseqüências indesejáveis (como cáries recorrentes e descoloração marginal) são encontradas em restaurações de compósito após algum tempo em função na cavidade bucal (ARMSTRONG *et al.*, 2001). Problemas na infiltração de monômeros resinosos (NAKABAYASHI & PASHLEY, 1998; HASHIMOTO *et al.*, 2005) e/ou incompleta polimerização (NUNES *et al.*, 2005) destes podem criar defeitos na camada adesiva que podem resultar no surgimento de zonas de dentina desmineralizada com colágeno exposto (SANO *et al.*, 1995; BURROW *et al.*, 1996; HASHIMOTO *et al.*, 2001ab; HASHIMOTO *et al.*, 2002abc).

Tal área é resultado de uma discrepância entre a profundidade de desmineralização promovida pelo condicionamento ácido e a profundidade de penetração dos monômeros resinosos (SANO *et al.*, 1994a). A manifestação morfológica desta zona consiste em fibrilas colágenas expostas (HASHIMOTO *et al.*, 2001ab; 2002abc), rodeadas por nanoespaços interfibrilares preenchidos por água (TAY & PASHLEY, 2003), que permitem a entrada e a impregnação de partículas de nitrato de prata (LI *et al.*, 2000), fenômeno que foi descrito por SANO *et al.* (1994a) como nanoinfiltração.

TAY *et al.*, em 2002 observaram outra variedade reticular de defeitos nanométricos na interface adesiva, denominada como *water-tree*. Os autores especularam que os oligômeros hidrófilos ou regiões de incompleta polimerização resinosa poderiam ser também responsáveis pela formação destes defeitos nanométricos (NUNES *et al.*, 2005), independentemente da profundidade de penetração do sistema adesivo. Estes defeitos são criados tanto durante a fase restauradora, quanto a longo prazo (ARMSTRONG *et al.*, 2003), contribuindo para a "plastificação" da fase resinosa (SANO *et al.*, 1999) e/ou degradação das fibrilas colágenas (BURROW *et al.*, 1996; HASHIMOTO *et al.*, 2003a).

Quanto à fase resinosa da camada híbrida, a presença de radicais de poli-HEMA fracamente polimerizados pode levar a uma perda da resina interfibrilar por um lento processo de hidrólise (TAY & PASHLEY, 2003). A extração de fragmentos resinosos pode então ocorrer, de maneira indireta, através de espaços nanométricos interfibrilares presentes na zona de dentina desmineralizada (TAY *et al.*, 2001). A porosidade desta região pode então aumentar longitudinalmente em função de uma maior sorção de água (BURROW *et al.*, 1996), acelerando o processo de degradação da camada híbrida (SANO *et al.*, 1994; TAY *et al.*, 2001; HASHIMOTO *et al.*, 2004; CARRILHO *et al.*, 2005).

Visando suplantar a problemática da deficiência de penetração dos monômeros adesivos por entre a dentina condicionada, foram desenvolvidos os sistemas adesivos autocondicionantes, que condicionam a superfície por entre a *smear layer* até a dentina subjacente (WATANABE *et al.*, 1990, 1993, 1994; CARVALHO *et al.*, 2005). Contrariamente aos sistemas adesivos baseados no prévio condicionamento ácido da dentina, que envolvem as etapas clínicas de ataque ácido e lavagem, os sistemas adesivos autocondicionantes não requerem estes passos operatórios (FRANKENBERGER *et al.*, 2001). Em função dos monômeros ácidos serem utilizados tanto como um agente condicionante, quanto como *primer* resinoso, o déficit de infiltração resinosa por entre a dentina parcialmente desmineralizada é supostamente reduzido (PERDIGÃO *et al.*, 2000) quando comparados aos sistemas adesivos que se baseiam no condicionamento ácido prévio da estrutura dental (KIYOMURA *et al.*, 1987; SANO *et al.*, 1994, 1995).

Mesmo formando camadas híbridas menos espessas (ARRAIS & GIANNINI, 2002), altos valores de força de união iniciais foram obtidos para os sistemas adesivos autocondicionantes, quando aplicados sobre a dentina hígida (SANO *et al.*, 1994; WATANABE *et al.*, 1994; OKUDA *et al.*, 2002). No entanto, SANO *et al.*, em 1999, relataram que, apesar dos valores de adesão *in vivo* permanecerem estáveis após um ano da realização dos procedimentos adesivos, detectou-se um aumento nas porosidades da camada híbrida quando da utilização de um adesivo autocondicionante. Este aumento nas porosidades da interface adesiva poderia vir a formar canais nanométricos que permitiriam uma penetração de fluidos por entre a camada híbrida (SANO *et al.*, 1994; LI *et al.*, 2000; TAY *et al.*, 2003), resultando em uma degradação da adesão promovida pelo sistema adesivo autocondicionante (CARVALHO *et al.*, 2005). Apesar dos resultados encontrados, os autores ressaltaram que não foi possível observar uma correlação direta entre degradação da interface adesiva e nanoinfiltração.

Partindo do princípio que a adesão à dentina com os sistemas adesivos atuais baseia-se em mecanismos micromecânicos de retenção, SIDHU *et al.* (1991), verificaram que a composição do substrato dentinário pode afetar o desempenho dos sistemas adesivos. Alguns adesivos podem ter melhor desempenho frente a substratos hipermineralizados (YOSHIYAMA *et al.*, 1996; NAKAJIMA *et al.*, 1999 ab), enquanto outros têm maior afinidade por substratos mais orgânicos (PERDIGÃO *et al.*, 1994; SCHILKE *et al.*, 2000). Porém, ao invés de serem realizados em substratos clinicamente relevantes, tais como em dentina esclerótica ou em dentina afetada por cárie (PASHLEY *et al.*, 1995b; YOSHIYAMA *et al.*, 1996; KIMOCHI *et al.*, 1999; KWONG *et al.*, 2002), praticamente todos os estudos que buscam avaliar a eficiência de sistemas adesivos são executados em dentina normal (PASHLEY *et al.*, 1995a; PAUL *et al.*, 1999; TAY *et al.*, 1999; NAKAJIMA *et al.*, 2000a).

Alterações de ordem patológica, em função da lesão de cárie, podem resultar em uma dentina com um padrão mineral diferenciado (BRÄNNSTRÖM & GARBEROGLIO, 1980; FRANK & VOEGEL, 1980; HARNIRATTISAI *et al.*, 1992; ANGKER *et al.*, 2004), que se mostra menos receptiva aos protocolos adesivos preconizados para serem aplicados em dentina normal (LEVITH *et al.*, 1994). O processo de desenvolvimento de cárie em dentina resulta numa lesão que

possui duas zonas distintas, descritas como camada infectada e camada afetada (FUSAYAMA & TERASHIMA, 1972). A dentina afetada por cárie é um substrato clinicamente relevante, onde a dentina hígida foi fisiológica e patologicamente alterada (YOSHIYAMA *et al.*, 2003), como em um mecanismo de defesa natural do organismo frente a injúrias causadas pela ação de bactérias cariogênicas presentes no meio bucal (MARSHALL *et al.*, 1997; LEE *et al.*, 2003).

Ao contrário da dentina infectada, a ausência de bactérias (FUSAYAMA & TERASHIMA, 1972) e a íntima relação com a câmara pulpar muitas vezes justificam a preservação da dentina afetada por cárie durante o preparo cavitário. Subjacente às lesões de cárie há a deposição de cristais de beta cálcio trifosfato (MARSHALL *et al.*, 2001), que aumentam o teor mineral e reduzem a permeabilidade dentinária (NAKAJIMA *et al.*, 2005), isolando o resto da lesão da dentina sadia (DUKE & LINDERMUTH, 1991). Estudos prévios já observaram que devido à complexidade deste substrato, a hibridização pode vir a ser comprometida, em função: 1) da presença de depósitos escleróticos por entre os túbulos dentinários, que viriam a dificultar a correta penetração dos monômeros resinosos (NAKAJIMA *et al.*, 1995; SENGÜN *et al.*, 2002; YOSHIYAMA *et al.*, 2002), e 2) à presença de uma superfície hipermineralizada que se apresenta mais resistente ao condicionamento com substâncias ácidas (GWINNETT & JENDRESEN, 1978; VAN MEERBEEK *et al.*, 1994; MARSHALL *et al.*, 2000; ARRAIS *et al.*, 2004). Estes obstáculos, agindo em conjunto ou isoladamente, dificultam a completa infiltração dos adesivos resinosos por entre a dentina subjacente (KWONG *et al.*, 2002).

Diante destes aspectos, torna-se relevante o conhecimento dos processos de degradação dos componentes da camada híbrida obtida por sistemas adesivos convencionais e autocondicionantes frente a substratos dentinários normais ou patologicamente afetados, na busca da otimização dos tratamentos adesivos e no conhecimento de seu desempenho longitudinalmente, objetivando prever o comportamento clínico destes materiais.

REVISÃO DE LITERATURA

A revisão da literatura foi didaticamente subdividida em: 1) Histórico dos sistemas adesivos; 2) Interações do substrato dentinário afetado por cárie e normal com os sistemas adesivos; 3) Qualidade e durabilidade da interface resina/dentina: Ensaios mecânicos de adesão e avaliações microestruturais.

1. Histórico dos sistemas adesivos

As primeiras evidências de que a aplicação de uma resina acrílica poderia determinar alterações estruturais no substrato dentinário foram inicialmente descritas por KRAMER & McLEAN, em 1952. O objetivo do estudo foi avaliar as alterações pulpare frente a diferentes materiais restauradores. Através de identificação por corantes histológicos, os autores observaram a formação de uma camada com alguns micrômetros de espessura, na interface entre o adesivo Sevriton Cavity Seal (Amalgamated Dental Company) e a dentina. Os autores concluíram que esta camada era formada devido à ação do adesivo resinoso a base de GPDM copolimerizado por ácido sulfínico, quando aplicado na superfície dentinária.

Com o intuito de se obter um substrato modificado, que promovesse melhores padrões adesivos de materiais resinosos ao esmalte e à dentina, foi proposto o tratamento químico da superfície dental por ácidos. Este conceito foi inicialmente relatado por BUONOCORE, em 1955, que demonstrou que a adesão de resinas restauradoras acrílicas ao esmalte poderia ser significativamente melhorada após o condicionamento da superfície com ácido ortofosfórico à 85% por 30 segundos. Os resultados mostraram uma maior retenção da resina acrílica restauradora, medida pelo fator tempo nas condições intra-orais dos voluntários. A aplicação deste ácido alterava a energia superficial do esmalte através da criação de irregularidades seletivas, que facilitavam a

penetração dos compostos monoméricos, permitindo assim um embricamento micromecânico do adesivo nas microporosidades criadas pelo ácido.

A partir dos promissores resultados obtidos em esmalte, no ano seguinte, BUONOCORE *et al.* (1956) descreveram a primeira tentativa de adesão à dentina com resinas acrílicas, após condicionamento ácido da superfície. Neste estudo, uma resina de ácido glicerofosfórico foi aplicada sobre a superfície dentinária previamente tratada com ácido clorídrico a 7% por um minuto. Os resultados demonstraram que este pré-tratamento praticamente dobrou os valores de resistência adesiva, em comparação com o grupo não tratado. Contudo, os valores de adesão eram acentuadamente reduzidos após a imersão em água, pois para as superfícies tratadas com ácido, a resistência de união inicial foi de 5,19 MPa e, após cinco meses de estocagem, os valores decaíram para 2,74 MPa. Já para o grupo não condicionado, o valor de resistência adesiva inicial foi de 2,74 MPa, e após a estocagem, caiu para 1,87 MPa. Os resultados obtidos sugeriram que o mecanismo de adesão deste adesivo estava baseado em uma possível adesão química entre os constituintes da resina e a matriz orgânica dentinária.

Em função dos limitados resultados obtidos com o condicionamento ácido na dentina, além do temor de possíveis danos pulpares, todos os esforços se voltaram na tentativa da promoção de uma adesão química à superfície dentinária. Sendo assim, BOWEN, em 1965, desenvolveu um co-monômero com atividade de superfície chamado NPG-GMA. Este co-monômero tem a capacidade de se ligar ao cálcio na superfície dentinária por quelação, além de mediar ligações químicas entre as resinas e o cálcio dentinário. Posteriormente, verificou-se que as ligações proporcionadas eram muito instáveis em água. Além disso, os resultados encontrados para este adesivo, comercialmente designado Cervident (S.S. White), giravam em torno de 3 MPa, em contraste com os valores de 15 a 20 MPa encontrados para o esmalte, desencorajando sua utilização clínica.

A adesão micromecânica de materiais resinosos ao esmalte já se constituía em um procedimento clínico altamente com maior confiabilidade. Já a adesão ao substrato dentinário permanecia um desafio na busca de resultados confiáveis e duradouros. Aliado ao problema da

baixa qualidade de adesão obtida, o condicionamento ácido era altamente questionado no que concernia ao potencial dano pulpar causado sobre a dentina biologicamente vital (RETIEF *et al.*, 1974). A efetividade do condicionamento ácido na promoção da adesão ao esmalte levou ao desenvolvimento de pesquisas que voltassem a avaliar a aplicação deste pré-tratamento no substrato dentinário.

A partir da inobservação de alterações pulpares causadas pela aplicação de um agente condicionante com características ácidas, TORNEY, em 1978, buscou determinar se a aplicação do ácido fosfórico poderia aumentar os valores de força de adesão de três sistemas adesivos à dentina. Utilizando-se de molares e pré-molares humanos, foi avaliada a influência do tempo de condicionamento – 30, 60 ou 120 segundos – de um ácido fosfórico à 37%, tamponado com óxido de zinco à 7%, para os sistemas adesivos Restodent (Lee Pharmaceuticals), Sevriton e Nuva-Seal (L.D. Caulk Co.). Os valores de adesão não foram melhorados pela aplicação do agente condicionante, independentemente do tempo de aplicação. Devido à natureza extremamente hidrófoba desses sistemas adesivos, o condicionamento da dentina não resultou em aumento significativo dos valores de adesão, apesar da penetração da resina nos túbulos dentinários.

Buscaram-se então alternativas de composição de adesivos, a partir da utilização de agentes à base de éster-fosfato, contendo HEMA, Fenil-P ou Bis-GMA, dissolvidos em etanol. O mecanismo de ação destes adesivos era baseado na interação polar entre grupos fosfato da resina carregados negativamente, e íons cálcio positivos presentes na parte mineralizada da *smear layer*. Sendo assim, em 1978, a companhia Kuraray iniciou a comercialização do sistema adesivo Clearfil Bond System F.

No ano seguinte, FUSAYAMA *et al.* (1979) avaliaram, através de um novo dispositivo para testes de tração, a adesão do sistema adesivo Clearfil Bond System F em superfícies de esmalte, dentina hígida e dentina cariada. Foi empregado o condicionamento ácido prévio tanto das superfícies de esmalte quanto de dentina com ácido fosfórico a 40%. Os espécimes foram armazenados por uma semana, um mês ou três meses. Os resultados do experimento revelaram que, com o condicionamento ácido, os valores de adesão em esmalte foram aumentados

de 2,58 MPa para 10,93 MPa, assim como em dentina, de 1,65 MPa para 6,10 MPa. Mesmo em dentina cariada, os valores obtidos foram semelhantes aos mostrados para a dentina não condicionada. Achados importantes deste estudo mostram que, após três meses de estocagem, os valores de adesão não apresentaram decréscimo, e em esmalte foi possível observar um leve aumento nos valores de adesão, contrariamente aos sistemas adesivos previamente estudados. Este fato sugeriu a possibilidade de uma adesão química deste material com o substrato. Além disso, o adesivo avaliado mostrou animadores valores de adesão à dentina cariada, o que permitiu a manutenção desta camada, também chamada *inner layer*, preservando uma maior quantidade de estrutura dental.

Com este estudo, o tabu do condicionamento ácido em dentina foi totalmente desmistificado. Apesar de muitos pesquisadores (VOJINOVIC *et al.*, 1973; STANLEY *et al.*, 1975) já terem mostrado anteriormente que o principal fator causador de irritação pulpar era a microinfiltração, que ocorria pela falta de selamento marginal desses sistemas adesivos, o condicionamento das paredes dentinárias ainda era evitado por muitos clínicos, pois estes temiam que o ácido viesse a causar possíveis danos pulpares, ou viessem a facilitar a penetração de bactérias ou irritantes químicos por entre os túbulos dentinários abertos.

Em 1982, BOWEN *et al.*, na busca por um agente condicionante contendo cátions polivalentes, com boa estabilidade de quelação e baixa toxicidade, introduziram a utilização de uma solução ácida de 6,8% de oxalato de ferro como agente condicionante da dentina. Aplicações subseqüentes de soluções à base de 5% NTG-GMA ou 5% NPG-GMA, que atuavam como comônômeros ativadores de superfície; e de PMDM ou 4-META, que atuavam como agentes de união (ou *coupling agents*) dissolvidos em acetona foram avaliados. Os valores de adesão *in vitro* obtidos com estas combinações foram significativamente mais altos do que os valores obtidos com os sistemas adesivos disponíveis, chegando a 13,1 MPa. No entanto, o tratamento da dentina com oxalatos interferia na capacidade de alguns adesivos molharem eficazmente a dentina, além de causarem possíveis descolorações dentais.

Tendo em vista as possíveis desvantagens dos agentes condicionantes à base de oxalatos, NAKABAYASHI *et al.* (1982b) estudaram o efeito do condicionamento de superfícies de esmalte e dentina com uma solução à base de ácido cítrico a 10% e cloreto férrico a 3% (solução 10:3) por 30 segundos. Os autores avaliaram a efetividade do monômero 4-META, tanto em dentes humanos quanto em dentes bovinos. Os monômeros hidrófilos e hidrófobos, como o 4-META, penetraram de modo micromecânico por entre a teia de fibrilas expostas de colágeno, formando uma estrutura mista com fibrilas envolvidas por resina e cristais de hidroxiapatita, sendo que, após a polimerização, esta se constituía em uma zona ácido-resistente. Tal camada promoveu um aumento na resistência de união da resina chegando a valores de 18 MPa, em dentina bovina. Posteriormente, esta camada foi denominada camada híbrida, ou zona de interdifusão resina/dentina. A obtenção de tais resultados permitiu concluir que a obtenção de uma ótima adesão não se dava exclusivamente pela formação de *tags* no interior da dentina, mas sim pela retenção micromecânica dos agentes resinosos com as fibrilas colágenas na dentina intertubular.

A remoção da *smear layer* através da quelatação do cálcio pelo EDTA foi proposta por ASMUSSEN & MUNKSGAARD (1984) e MUNKSGAARD & ASMUSSEN (1984) para o sistema adesivo Gluma (Bayer). Este sistema adesivo era composto por uma solução de EDTA que atuava como agente condicionante, seguido da aplicação de um *primer* composto por HEMA e glutaraldeído, além da aplicação de uma resina fluida de baixa viscosidade. Segundo os autores, a adesão promovida por este sistema poderia ser oriunda de uma adesão química entre o HEMA e um composto (N-hidroxi-alquil) originado da reação entre o glutaraldeído e as fibrilas colágenas. Contudo, os resultados deste sistema adesivo eram inconsistentes, provavelmente em função das duvidosas instruções fornecidas pelo fabricante, que não recomendavam a fotopolimerização da resina fluida antes da inserção da resina composta.

A partir da determinação de que os valores de resistência adesiva eram dependentes da concentração de HEMA no *primer* (MUNKSGAARD & ASMUSSEN, 1985), foi proposto o tratamento da dentina com uma solução aquosa de 2,5% de ácido maleico, 55% de HEMA e resíduos de ácido metacrílico, o qual recebeu o nome comercial Scotchbond 2 (3M). O agente condicionante era responsável pela solubilização e dissolução da *smear layer*, além de

interagir com a dentina superficial, desmineralizando a superfície e mantendo íntegra a rede de colágeno. Sobre a dentina condicionada era aplicada uma resina fluida à base de Bis-GMA e HEMA que infiltrava sobre a dentina condicionada e era polimerizado. Este adesivo fornecia médias de resistência de união em torno de 10 MPa (ERICKSON, 1989), sendo o primeiro sistema a receber aceitação completa por parte da ADA (American Dental Association), em 1987. No entanto, os resultados *in vivo* deste sistema adesivo não foram animadores.

Frente aos resultados encontrados, a remoção completa da *smear layer* por ácidos, e conseqüente desmineralização da superfície da dentina, expondo uma fina teia de fibrilas colágenas para ser infiltrada por monômeros hidrófilos passou a ser o protocolo de praxe inicial para a aplicação de sistemas adesivos. Sendo assim, o esmalte e a dentina eram condicionados simultaneamente pelo mesmo agente ácido, seguido pela aplicação de uma solução de monômeros hidrófilos dissolvidos em etanol, água ou acetona (ou *primer*), e, finalmente, uma resina fluida com ou sem carga, contendo monômeros hidrófobos por vezes combinados com moléculas hidrófilas, que penetram nos túbulos dentinários formando os *tags* resinosos.

KANCA III (1992) e SWIFT JR. & TRIOLO JR. (1992), descreveram a importância da manutenção da umidade do substrato dentinário durante a aplicação de sistemas adesivos. Quando a superfície dentinária apresentava-se umedecida após a remoção dos excessos de água com papel absorvente, valores superiores de resistência adesiva entre a dentina e a resina composta foram verificados, em conjunto com a utilização de adesivos dentinários contendo *primers* hidrófilos. Mediante a secagem excessiva pela ação de jatos de ar, os autores puderam observar redução na resistência adesiva. O ressecamento da superfície dentinária pode causar colapso das fibrilas colágenas, diminuindo os espaços entre as mesmas, reduzindo a infiltração do *primer* e assim, conseqüentemente, resultando em baixos valores de adesão.

A durabilidade de um sistema adesivo fotopolimerizável que não remove a *smear layer* foi avaliada longitudinalmente por WATANABE & NAKABAYASHI, em 1993. O sistema adesivo era baseado em uma solução de Fenil-P a 5%, canforoquinona a 0,5% e NPG à 0,5% em uma solução de TEGDMA, sendo que o Fenil-P constituía-se no monômero ácido promotor de difusão.

Após a polimerização do sistema adesivo e da resina composta, os espécimes foram armazenados por 1 dia, 6 meses ou 1 ano. Os valores médios de tração para 1 dia, 6 meses e 1 ano foram, respectivamente: 6,7 MPa, 4,1 MPa e 2,8 MPa. As avaliações microscópicas dos espécimes, após o teste de tração, mostraram que o armazenamento em água enfraqueceu os valores de adesão entre a *smear layer* e o agente adesivo, provavelmente devido à insuficiente difusão dos monômeros ácidos através da *smear layer* não removida.

O estudo supracitado foi o pioneiro no desenvolvimento dos novos sistemas adesivos autocondicionantes ou a base de *primers* ácidos, que atuam dissolvendo a *smear layer*, descalcificando a dentina e ao mesmo tempo envolvendo as fibrilas colágenas expostas, formando uma camada híbrida menos espessa. Inicialmente, uma solução aquosa de baixo pH, à base do monômero resinoso Fenil-P, foi comercializado como o primeiro sistema adesivo autocondicionante do mercado.

Em 1993, VAN MEERBEEK *et al.*, por meio de microscopia eletrônica de varredura e microscopia eletrônica de transmissão, examinaram morfológicamente a zona de interdifusão resina/dentina produzida pelo sistema adesivo autocondicionante Clearfil Liner Bond System (Kuraray Co.). Os autores relataram a presença de três subcamadas dentro da zona de interdifusão resina/dentina. A camada superior, composta basicamente pelo adesivo dentinário, continha poucas características estruturais e, logo abaixo, na segunda camada, fibrilas colágenas parcialmente alteradas estavam condensadas, a maioria delas dispostas paralelamente à interface e perpendicularmente aos túbulos dentinários. Na base da primeira camada, projeções pigmentadas foram encontradas expandindo em direção à rede de colágeno subjacente, sendo, entretanto, confinadas pelas fibrilas colágenas paralelas à interface adesiva. Finalmente, uma terceira camada densa demarcou a camada de dentina desmineralizada da dentina inalterada, ou mineralizada. A difusão em direção à superfície desmineralizada era visualizada, diminuindo com a profundidade, mostrando redução em profundidade da resina nos espaços interfibrilares. O efeito desmineralizante gradualmente diminuiu com a profundidade dentinária, deixando, na base da zona de interdifusão, cristais esparsos de hidroxiapatita.

As características da camada híbrida formada pela penetração de um sistema adesivo autocondicionante experimental sobre a *smear layer* dentinária foram novamente avaliadas por WATANABE *et al.* (1994), através de microscopia eletrônica de transmissão. Dentes bovinos receberam pré-tratamento com diferentes concentrações de Fenil-P dissolvidas em solução de HEMA a 30% por 1 minuto. O grupo controle recebeu tratamento com uma solução de 30% de HEMA e 70% de água. O sistema autocondicionante experimental avaliado continha concentrações do monômero resinoso ácido Fenil-P muito mais altas do que os outros sistemas adesivos disponíveis no mercado. O pré-tratamento com soluções contendo 20% de Fenil-P promoveu os melhores valores de resistência adesiva, no entanto, concentrações maiores que 20% não resultaram em valores mais expressivos de união. Este adesivo incorporou a *smear layer* na camada híbrida, sem a remoção dos *smear plugs*, causando uma redução da permeabilidade dentinária. A acidez promovida pelo Fenil-P foi suficiente para desmineralizar a dentina, através da criação de canais de dissolução na *smear layer*, contíguos com os canais da matriz dentinária subjacente.

A resistência de união de um adesivo dentinário hidrófilo foi calculada em função da profundidade dentinária para avaliar a importância das variáveis em um modelo simples. A hipótese testada por PASHLEY *et al.*, em 1995 (1995b) foi de que a resistência de união total era resultante da somatória das resistências obtidas pela camada híbrida, *tags* resinosos e a adesão de superfície. Foram consideradas as propriedades físicas da dentina mineralizada, do colágeno e dos monômeros resinosos, estimando a contribuição de cada um desses componentes na adesão total, em dentina superficial, média e profunda. Isso é explicado pela área ocupada pelos túbulos dentinários e dentina intertubular, que variam significativamente com a profundidade. Desse modo, a quantidade de *tags*, seus respectivos calibres e a área disponível para a formação da camada híbrida também variam de acordo com a profundidade da dentina. Considerando os fatores supracitados, foi calculado que em dentina superficial a camada híbrida contribuiria com 55,7% de adesão total, a adesão de superfície com 37,2% e os *tags* com apenas 7,1%. Em dentina profunda, os *tags* de resina contribuiriam de forma mais significativa com 40,3%, restando 35,8% para formação da camada híbrida e 23,9% para a adesão de superfície. Os cálculos foram baseados em condições ideais, considerando que os *tags* estariam perfeitamente aderidos às paredes internas dos túbulos dentinários.

Na busca da simplificação das técnicas operatórias adesivas, através da redução do número de passos clínicos e, subseqüentemente, redução do tempo de aplicação, diversas indústrias de materiais odontológicos introduziram no mercado sistemas adesivos de frasco único. Estes materiais combinam as funções dos componentes do *primer* e do adesivo, tendo em sua formulação, basicamente, monômeros hidrófilos e hidrófobos dissolvidos num solvente orgânico do tipo acetona ou etanol.

A partir da introdução destes sistemas adesivos simplificados, SWIFT Jr. & BAYNE (1997) compararam a resistência ao cisalhamento dos sistemas adesivos de frasco único Prime & Bond (Dentsply), One-Step (Bisco) e Single Bond (3M) com o sistema multi-frasco Scotchbond Multi Purpose (3M). Além disso, foi avaliado o comportamento dos sistemas adesivos frente a diferentes níveis de umidade dentinária. O adesivo Single Bond apresentou médias adesivas de 19,2; 23,2 e 20,3 MPa à dentina úmida, molhada e muito molhada, respectivamente. Os valores de resistência ao cisalhamento do sistema Scotchbond Multi Purpose variaram entre 23,1 e 25,3 MPa, no entanto, estes não foram significativamente maiores que os valores obtidos para o adesivo Single Bond. Por conseguinte, o adesivo Prime & Bond foi estatisticamente similar ao adesivo Single Bond, no entanto, o adesivo One Step apresentou valores significativamente menores. Com a introdução destes adesivos hidrófilos, o ressecamento dentinário não é mais indicado. No entanto, permanece a dúvida de quão úmida deve permanecer a superfície. Os autores cogitaram que este problema pode ser agravado em sistemas que contêm somente acetona, sem água em sua composição, já que os sistemas Single Bond e Scotchbond Multi Purpose, à base de água e etanol, mostraram-se relativamente insensíveis ao grau de umidade dentinária.

Atualmente, o mais recente avanço na tecnologia de adesivos dentinários inclui os novos adesivos autocondicionantes frasco único, ou seja, materiais que incluem as etapas de condicionamento ácido, *primer* e *bonding* combinadas em uma única aplicação. Um representante desta categoria é o sistema Prompt L-Pop (ESPE), que contém metacrilatos fosfonatados, à base de ácidos maleico e itacônico dissolvidos em água, bem como um componente fluoretado com zinco. O padrão de condicionamento ácido conseguido por este sistema em superfícies de esmalte e dentina foi avaliado sob microscopia eletrônica de varredura por PERDIGÃO *et al.*, em 2000. Segundo os

autores, o padrão de condicionamento obtido com este sistema é extremamente semelhante ao efeito conseguido após a aplicação de ácido fosfórico. No entanto, os valores de adesão obtidos com este adesivo são de maior magnitude quando da combinação com compômeros, ao invés de compósitos. Especula-se que em função das características extremamente hidrófilas do adesivo, este seja mais compatível com materiais restauradores com melhores propriedades hidrófilas, como os compômeros.

Na busca de resultados mais consistentes para este novo sistema adesivo, no ano seguinte, FRANKENBERGER *et al.* (2001) compararam a capacidade adesiva do sistema Prompt L-Pop a dois sistemas adesivos que empregam condicionamento ácido, EBS Multi (ESPE) e Prime & Bond NT (Dentsply). Avaliou-se também a capacidade adesiva frente à aplicação subsequente de compósitos ou compômeros. O adesivo Prompt L-Pop foi aplicado utilizando-se cinco diferentes protocolos operatórios: de acordo com as recomendações do fabricante; como um *primer* ácido, seguido da aplicação de uma resina de baixa viscosidade; após condicionamento ácido, agindo como um *primer* clássico, seguido da aplicação de uma resina fluida; de acordo com as normas do fabricante, mas com múltiplas aplicações; e como um adesivo com carga, através da adição de partículas de quartzo. Quando da combinação com compósitos, o adesivo Prompt L-Pop aplicado em uma única camada resultou em menores valores de adesão, se comparado às múltiplas aplicações, não diferindo estatisticamente dos valores obtidos para o adesivo Prime & Bond NT. Comparando-se os materiais restauradores, melhores valores de adesão também foram obtidos com quando da utilização de compômeros.

2. Interações do substrato dentinário afetado por cárie e normal com os sistemas adesivos

A dentina primária é formada durante o desenvolvimento dental. Seu volume e conformação, que refletem na configuração dental, variam conforme o tamanho e a forma do dente. A dentina é um tecido duro, mas poroso, composto por 50% de matéria inorgânica, que inclui principalmente carbonatos e apatita; 30% de matéria orgânica, que inclui basicamente colágeno do

tipo I; e aproximadamente 20% de fluidos, o qual é similar ao plasma (BRÄNNSTRÖM, 1962). Os principais componentes da matriz dentinária estão distribuídos por diferentes estruturas, formando um tecido vital complexo na qual a morfologia varia de acordo com a localização, além de sofrer alterações conforme a idade ou frente a patologias (TEN CATE, 1982). Como qualquer tecido vivo, contém em seus túbulos prolongamentos de células especializadas, denominadas odontoblastos, envoltos por uma substância intercelular. Embora os corpos dos odontoblastos estejam arranjados na superfície pulpar, toda a célula pode ser considerada tanto biológica como morfológicamente, como célula da dentina (MARSHALL Jr *et al.*, 1997).

Como referido anteriormente, a substância orgânica consiste de fibrilas colágenas e uma substância fundamental de mucopolissacarídeos. Pela difração de raios X tem sido mostrado que o componente inorgânico dentinário consiste de hidroxiapatita, tal como encontrado no osso, cimento e esmalte (TEN CATE, 1989; MJOR & PINDBORG, 1973). Cada cristal de hidroxiapatita é composto por milhares de unidades, sendo que cada unidade tem como fórmula $3\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2 \cdot \text{Ca}(\text{OH})_2$. Os cristais são descritos sob a forma de placas e são muito menores do que aqueles de hidroxiapatita do esmalte. A dentina também contém pequenas quantidades de fosfatos, carbonatos e sulfatos (FOGEL *et al.*, 1988).

Os túbulos da matriz mineralizada representam as estruturas pelas quais as células odontoblásticas, com seus prolongamentos, permanecem desde a superfície do tecido pulpar até a junção dentino-esmalte. Cada célula dá origem a um prolongamento que atravessa a pré-dentina e a dentina calcificada para terminar em uma ramificação em rede na junção com o esmalte e o cimento. Os processos odontoblásticos são extensões citoplasmáticas dos odontoblastos. Estas células localizam-se na periferia da polpa, no limite polpa/pré-dentina e seus prolongamentos se estendem para dentro dos túbulos dentinários (TEN CATE *et al.*, 1989; MARSHALL Jr, 1997). O lúmen tubular é preenchido pela dentina intratubular, também denominada peritubular, que circunda diretamente os túbulos dentinários, menos junto à polpa. É descrita como um anel hipermineralizado com espessura de, aproximadamente, 44 nm próximo à polpa e 750 nm junto ao limite amelo-dentinário. Esta dentina é 40% mais mineralizada que a dentina intertubular e sua formação é contínua, podendo ser acelerada por estímulos do meio, causando uma progressiva redução do

lúmen dos túbulos até a sua completa obliteração, processo este denominado de esclerose dentinária (TEN CATE, 1989; PASHLEY, 1989).

Os túbulos dentinários são separados pela dentina intertubular, que se localizam entre as zonas de dentina peritubular. Assim como a dentina peritubular, a dentina intertubular varia conforme a localização dental. Esta fase dentinária é principalmente composta por uma matriz de colágeno do tipo I reforçada por hidroxiapatita. Os cristais de apatita são muito menores (aproximadamente 5 x 30 x 100 nm) do que os cristais presentes no esmalte, contendo 4 à 5% de carbonato, quando comparado à hidroxiapatita dentinária (TEN CATE, 1989; PASHLEY, 1989).

Não há consenso na literatura no que diz respeito à qualidade e composição da dentina afetada por cárie. WEBER (1974) encontrou translucência prévia à oclusão de praticamente todos os túbulos avaliados. BRÄNNSTRÖM & GARBEROGLIO (1980) encontraram muitos túbulos com material semelhante à dentina peritubular, sendo que vários outros túbulos apresentavam diferentes graus de redução do lúmen. VASILADIS *et al.* (1983) também verificaram que uma esclerose ocorria pela oclusão dos túbulos dentinários por minerais com índice de refração similar ao da dentina, sendo que o fenômeno da translucência ocorria anteriormente à oclusão completa dos túbulos.

OGUSHI & FUSAYAMA, em 1975, procuraram analisar em microscopia eletrônica a estrutura das fibras colágenas e do cristal de apatita nas duas camadas de dentina cariada, a infectada e afetada por cárie. Vinte dentes com cárie dentinária e quatro com dentina normal foram preparados para a análise em microscopia eletrônica. As camadas de dentina afetada e infectada por cárie foram diferenciadas através da aplicação de fucsina. Na primeira camada, de dentina infectada, foram observados escassos cristais inorgânicos no interior dos túbulos e na dentina intertubular, enquanto na dentina afetada por cárie, vários cristais de apatita estavam presentes. Os autores concluíram que a camada de dentina afetada por cárie deve ser preservada por não ser infectada por bactérias e poder ser fisiologicamente recalificada.

SATO & FUSAYAMA, em 1976, avaliaram a utilização da solução de fucsina 0,5% como parâmetro de orientação na remoção de dentina infectada, além de avaliarem o uso da radiografia como indicadora da profundidade da lesão de cárie no diagnóstico inicial. Para isto, vinte dentes humanos permanentes foram seccionados longitudinalmente e corados com solução de fucsina 0,5%. Metade de cada dente teve sua camada corada pela solução removida, enquanto na outra metade a camada foi preservada. Os dentes foram então observados em microscopia eletrônica. Os autores relataram também que a fucsina corava o tecido em maior profundidade do que a profundidade de penetração das bactérias. Os autores concluíram que o uso da solução de fucsina é um parâmetro seguro na orientação da remoção do tecido infectado, uma vez que a curetagem baseada na presença de tecido corado é capaz de remover o tecido numa profundidade maior do que a profundidade de invasão bacteriana.

O padrão de oclusão tubular sobre superfícies dentinárias que sofreram atrição foi avaliado por BRÄNNSTRÖM & GARBEROGLIO em 1980. Após a remoção das cúspides e exposição da superfície dentinária, pré-molares humanos foram incluídos em próteses removíveis, sendo expostos à atrição por um período de até três anos. Após este período, os dentes foram transversalmente fraturados e avaliados em uma profundidade de até 1,5 mm em microscopia eletrônica de varredura. Sob as superfícies que sofreram atrição, muitos túbulos estavam completamente ocluídos por um material semelhante ao observado na dentina peritubular, pois não pode ser observada uma linha de descontinuidade entre estas suas estruturas. Os túbulos apresentavam diferentes níveis de redução do lúmen. Os achados deste estudo suportam a teoria de que enquanto os túbulos de dentina esclerótica submetidos à atrição são ocluídos através de um crescimento contínuo de dentina peritubular, tanto o meio oral quanto os componentes salivares contribuem para este processo.

De acordo com BRÄNNSTRÖM (1962, 1968), quando a dentina é exposta, as toxinas provenientes da placa dental se depositam sobre a superfície, chegando rapidamente à região pulpar e causando um distúrbio na atividade odontoblástica. Estes odontoblastos entram por entre os túbulos, seguindo o fluxo em função do gradiente de pressão, resultado de uma alta pressão hidrostática proveniente da polpa. Em um período de no máximo dois dias, estas células

desaparecem e novas células são ativadas na tentativa de produzir dentina atubular, com conformação totalmente irregular. Esta atividade pode ser observada durante as primeiras semanas de exposição, e possivelmente durante este período, materiais produzidos por estas células da parede pulpar são distribuídos por entre os túbulos dentinários, contribuindo para sua oclusão.

FRANK & VOEGEL (1980) observaram os aspectos dos processos odontoblásticos em dentina e nas camadas de pré-dentina interpostas entre a zona translúcida e a região pulpar durante o processo de cárie dental através da microscopia eletrônica de transmissão e difração eletrônica. Os autores observaram obliteração total da luz dos túbulos progressivamente através de depósitos minerais no espaço periodontoblástico, e citam que a mineralização no interior dos túbulos podia ser observada mesmo com a ausência de qualquer processo odontoblástico. Além disto, os autores observaram a calcificação dos processos odontoblásticos através do depósito de material granular fino e também denso, sendo as fibrilas colágenas circundantes mineralizadas posteriormente. A análise eletrônica de difração identificou a formação de cristais nos túbulos durante o estágio de “esclerose”.

As mudanças ocorridas nas diversas camadas do tecido cariado foram estudadas por SHIMIZU *et al.* (1981), através da análise em microscopia eletrônica. Terceiros molares com dentina cariada foram utilizados, dos quais foi removido todo o tecido amolecido e corado pela solução de fucsina 0,5%. Blocos retangulares de dentina paralelos aos túbulos dentinários foram obtidos a partir destes dentes. Análises em microscopia eletrônica das camadas de dentina infectada (*outer carious dentin*), afetada por cárie (*inner carious dentin*) e da dentina normal foram realizadas nos cortes de aproximadamente 1 mm de espessura, que haviam sido corados com solução de azul de toluidina. Os autores observaram a presença de cristais minerais no interior dos túbulos dentinários da dentina afetada por cárie, além da metacromasia presente na dentina peritubular, creditada à presença de mucopolissacarídeos.

Através da análise em microscopia eletrônica de varredura, VASILIADES *et al.* (1983), procuraram analisar as estruturas presentes no interior dos túbulos em substrato dentinário esclerótico. Os autores observaram que neste tipo de substrato a luz dos túbulos dentinários

mostrava-se parcialmente ou totalmente obliteradas por um material mais radiopaco do que a dentina intertubular. De acordo com os autores, este material presente no interior dos túbulos seria originado diretamente da polpa.

DUKE & LINDEMUTH (1991) buscaram avaliar a influencia do substrato dentinário na resistência de união de alguns sistemas adesivos. Foi observado que *primers*, como o Scotchbond 2, quando aplicados em substratos escleróticos, mostravam-se menos efetivos, devido à hipercalcificação e conseqüente formação de depósitos cristalinos no interior dos túbulos, dificultando a penetração dos agentes. Outras soluções condicionantes, como ácido fosfórico, mostraram-se capazes de desobstruir os túbulos dentinários e permitir a formação de longos *tags* em dentina esclerótica, embora não tenham promovido as alterações na dentina intertubular esclerótica como as ocorridas em dentina intertubular normal.

A morfologia da interface adesiva entre um sistema adesivo e a superfície dentinária, logo após a remoção do tecido cariado, foi investigada por HARNIRATTISAI *et al.* (1992). A camada híbrida formada entre o adesivo Clearfil Photobond e a dentina desmineralizada mostrou-se mais espessa na área onde os túbulos estavam patentes, quando comparada com a área onde os túbulos estavam total ou parcialmente ocluídos, bem como nas paredes laterais, onde os túbulos correm paralelamente à superfície cavitária. Os resultados sugerem que a espessura da camada híbrida é dependente da quantidade de fibrilas colágenas expostas no processo de condicionamento ácido, o qual é dependente também do nível de oclusão e direcionamento dos túbulos dentinários.

VAN MEERBEEK *et al.* (1994) analisaram a interface gerada por um sistema adesivo em dentina esclerótica através de microscopia eletrônica de varredura, comparando-a com interfaces em dentina hígida. Os autores sugeriram que a desmineralização promovida pelo condicionamento ácido é mais difícil, tanto nas regiões peritubulares, quanto nas regiões intertubulares da dentina esclerótica, sendo que a camada híbrida formada é normalmente mais fina, com *tags* resinosos raros ou ausentes, quando comparada à dentina normal. Segundo os autores, a acentuada deposição de dentina peritubular e a obstrução parcial ou completa dos túbulos dentinários por precipitação de depósitos cristalinos minerais impediram o desenvolvimento de

longos *tags* de resina. Apesar do condicionamento com ácido, em dentina esclerótica ainda foi possível observar áreas de completa hipermineralização.

Buscando avaliar a importância dos componentes dentinários orgânicos e inorgânicos na adesão, PERDIGÃO *et al.* (1994) estudaram a influência de diferentes níveis de mineralização dentinária na resistência ao cisalhamento de quatro sistemas adesivos (All-Bond 2, Amalgambond Plus, Prisma Universal Bond 3, Scotchbond Multi Purpose). Cento e vinte molares humanos foram divididos em três grupos experimentais, que foram artificialmente hipermineralizados através de imersão em solução remineralizante (1,5 mM de cálcio, 0,9 mM de fosfato e 0,15 M de cloreto de potássio, com pH 7 e temperatura de 37 °C), desmineralizados por imersão em solução de ácido acético (0,1 mol/L de ácido acético, com pH 4,5 e temperatura de 4 °C) ou mantidos em água destilada, na tentativa de simular superfícies hipermineralizadas, desmineralizadas ou normais, respectivamente. Para todos os sistemas adesivos, as médias de adesão à dentina normal foram significativamente maiores do que os outros substratos. A adesão à dentina hipermineralizada foi maior que à dentina desmineralizada, exceto para o adesivo Prisma Universal Bond 3.

Testando a hipótese de que a adesão à dentina afetada por cárie é inferior à adesão à dentina normal, NAKAJIMA *et al.* (1995) avaliaram a influência da diferença do grau de mineralização do substrato dentinário na resistência à microtração de três sistemas adesivos: um autocondicionante (Clearfil Liner Bond 2), um frasco único (All-Bond 2) e um múltiplo frasco (Scotchbond Multi Purpose). Molares humanos extraídos, apresentando cárie oclusal que se estendia pelo menos até a metade da distância da junção amelo-dentinária à câmara pulpar, e que possuía dentina normal suficiente ao redor, em um mesmo plano oclusal, foram utilizados. Para os adesivos Clearfil e All-Bond 2, os valores de adesão à dentina normal (26,9 e 29,5 MPa, respectivamente) foram significativamente maiores que à dentina afetada (13,0 e 14,0 MPa, respectivamente). Somente o sistema Scotchbond apresentou valores similares para os dois substratos avaliados. Os autores concluíram que as variações morfológicas dentinárias podem determinar uma redução da qualidade adesiva, sendo que esse efeito pode ser dependente dos adesivos utilizados. Além disso, a espessura e qualidade da camada híbrida nem sempre é determinante nos valores de adesão.

YOSHIYAMA *et al.* (1996) avaliaram valores de resistência à microtração da dentina radicular e coronária, bem como a interface adesiva, em microscopia eletrônica de varredura. O cimento e o esmalte dental foram removidos, expondo a superfície de dentina coronária e radicular de pré-molares humanos. Os dentes foram restaurados com os sistemas adesivos All-Bond 2 (*total-etch*) e Imperva Bond (autocondicionante), sendo cobertos com a resina composta Protect Liner. O adesivo All-Bond 2 apresentou altos valores de adesão (23,5 MPa) à dentina coronária e apical, mas estes valores foram estatisticamente menores à dentina radicular cervical (12,3 MPa). Já o adesivo autocondicionante Imperva Bond comportou-se de uma maneira semelhante em todas as regiões dentinárias. A microscopia eletrônica de varredura mostrou que a espessura da zona de interdifusão formada pelo adesivo All-Bond 2, em dentina coronária, foi maior que em dentina radicular. A infiltração do adesivo autocondicionante Imperva Bond foi menor que 0,5µm, para todas as regiões avaliadas. Os resultados sugerem que altos valores de resistência adesiva podem ser obtidos em dentina radicular, mesmo com uma reduzida infiltração dos monômeros resinosos.

MARSHALL Jr. *et al.* (1997) revisaram os componentes estruturais e as propriedades da dentina, as quais podem variar com a localização. Os autores classificaram várias formas de dentina (secundária, terciária, esclerótica e transparente), analisando as alterações fisiológicas e patológicas e seu impacto na união dentinária. Utilizando diversas formas de análise microscópica, eles relacionaram a distribuição de seus componentes (colágeno, matriz orgânica e reforço mineral) às propriedades mecânicas como microdureza (0,25-0,8 GPa), resistência à compressão (230-370 MPa), módulo de elasticidade (10,1- 19,3 GPa), resistência à tração (31-104 MPa) e resistência ao cisalhamento (36-119 MPa). Os autores afirmaram que a desmineralização e a união dentinária também se relacionam com a distribuição dos componentes estruturais dentinários.

A eficácia de três sistemas adesivos autocondicionantes em dentina afetada por cárie foi avaliada por NAKAJIMA *et al.*, em 1999 (1999b). Lesões cariosas de molares humanos foram planificadas em combinação com a utilização de um detector de cáries, para a obtenção de superfícies com dentina hígida e afetada por cárie. Foram utilizados os sistemas adesivos Clearfil Liner Bond 2, Clearfil Liner Bond 2V e A.R.T. Bond. Os dentes foram preparados para o teste de

microtração através de cortes seriados e subsequente delimitação da área adesiva em 1mm². Os sistemas adesivos Clearfil Liner Bond 2 e Clearfil Liner Bond 2V produziram maiores valores de adesão à dentina normal (45,2 e 57,4 MPa, respectivamente), diferindo estatisticamente dos valores obtidos em dentina afetada por cárie (29,7 e 39,1 MPa, respectivamente). Já para o adesivo A.R.T., não houve diferença estatística para ambos os substratos. Quando usados em dentina afetada por cárie, todos os sistemas adesivos produziram camadas híbridas duas vezes mais espessas quando comparadas às produzidas em dentina normal.

KIMOCHI *et al.*, em 1999, avaliaram a resistência à microtração e a interface adesiva de um sistema autocondicionante aplicado sobre a dentina humana infectada por cárie. Terceiros molares com cáries oclusais atingindo até no máximo o terço médio dentinário tiveram suas superfícies planificadas e restauradas com o sistema adesivo Unifil Bond. Os valores de adesão à dentina normal tiveram média de 33,4 MPa, enquanto os valores em dentina cariada apresentaram média de 11 MPa, havendo diferença estatisticamente significativa. Através da avaliação em microscopia de varredura, observou-se a ausência da formação de uma camada híbrida típica em dentina cariada. Os resultados sugerem que a infiltração resinosa na dentina cariada não foi suficiente para permitir um perfeito selamento da restauração, levando à queda nos valores de adesão.

Em função da dúvida quanto à efetividade das diferentes concentrações de agentes condicionantes frente à dentina afetada por cárie, NAKAJIMA *et al.* (2000a) avaliaram o comportamento de três concentrações de ácido fosfórico (10, 32 e 35%) e dois sistemas adesivos (One Step e Single Bond), em testes de microtração. Os autores verificaram que, para o adesivo One Step, a utilização de ácido fosfórico a 10% decaiu significativamente os valores de adesão à dentina afetada por cárie, quando comparada à dentina normal. Com a utilização do ácido a 32%, não se detectou mais esta diferença. Já para o adesivo Single Bond, independentemente da concentração do ácido fosfórico (10 ou 35%), os valores de adesão à dentina normal (51,7 e 49,5 MPa) foram significativamente maiores que os valores à dentina afetada por cárie (41,2 e 40,2 MPa). A partir dos resultados obtidos, concluiu-se que a utilização de uma concentração de ácido fosfórico

adequada é de suma importância para a obtenção de valores de adesão mais altos, principalmente em dentina afetada por cárie.

Ainda no que concerne às alterações causadas pelos agentes condicionantes em dentina esclerosada, frente à qualidade do tratamento adesivo, MARSHALL Jr. *et al.* (2000) verificaram o comportamento de lesões cervicais frente a desmineralização por ácido cítrico (pH 2,5) por diferentes intervalos de tempo, através de microscopia de força atômica. Foram analisadas superfícies de dentina humana coronária e radicular hígidas, bem como lesões cervicais não-cariosas. Os autores puderam verificar que os depósitos minerais das lesões cervicais foram condicionados mais vagarosamente que outros componentes dentinários, já que estes compostos não foram dissolvidos, permanecendo com disposição irregular dentro do lúmen tubular. No entanto, apesar destes depósitos, as alterações microestruturais associadas a desmineralização foram qualitativamente similares tanto para a dentina esclerótica quanto para a dentina coronária e radicular normal. O *plateau* de recessão intertubular da dentina esclerótica e da dentina normal foi, respectivamente, de 558 nm e 744 nm.

YOSHIYAMA *et al.* (2000) avaliaram a morfologia da interface adesiva de dois sistemas, um autocondicionante (FluoroBond) e um frasco único (Single Bond), bem como a resistência à microtração da dentina cariada humana. Os adesivos foram aplicados de acordo com as recomendações dos fabricantes, sendo depois restaurados e preparados para os ensaios de microtração, com área adesiva de teste de 1 mm². A força de adesão à dentina normal, para os dois sistemas adesivos, mostrou-se significativamente maior, quando comparados à dentina cariada. Quando da utilização da técnica adesiva em dentina cariada, com a superfície úmida, os valores de adesão promovidos pelo adesivo Single Bond foram significativamente maiores. A avaliação em microscopia eletrônica de varredura revelou a ausência de camada híbrida tipicamente formada, bem como a falta de *tags* resinosos em dentina cariada. Os resultados sugerem que a penetração resinosa pode ser afetada pela oclusão dos túbulos dentinários por depósitos minerais. Estes depósitos também potencializam a resistência da matriz intertubular ao desafio ácido, reduzindo a profundidade e a qualidade de desmineralização, quando da formação da camada híbrida.

A microdureza da dentina afetada por cárie em dentes decíduos foi avaliada por HOSOYA *et al.* (2000), incluindo as áreas transparentes, justapostas a dentina hígida, além de áreas afastadas da lesão, ou não relacionadas à cárie. A microdureza Knoop foi correlacionada com imagens em microscopia eletrônica de varredura. Os autores observaram que os valores de dureza decresceram a partir da junção cimento-esmalte, em direção à polpa, exceto para regiões abaixo das lesões cariosas. Os valores de dureza Knoop foram significativamente menores para as regiões abaixo da lesão cariosa (dentina afetada por cárie), exceto quando comparada à parte interna da lesão, que apresentou os menores valores de dureza.

As propriedades nanomecânicas da dentina humana cariada foram investigadas por MARSHALL *et al.* (2001). A nanodureza foi determinada através de ensaios em microscopia de força atômica (AFM), em áreas cariadas ou hígidas. Endentações na dentina intertubular, em áreas de dentina afetada por cárie (subtransparente, transparente e zona descolorada) foram realizadas. Os valores de dureza da dentina intertubular aumentaram sensivelmente a partir da polpa, em direção à zona transparente, permaneceram constantes através da dentina transparente, e diminuíram consideravelmente em áreas de dentina descolorada. Os autores sugerem que o preenchimento mineral dos túbulos pelo processo carioso não aumenta as propriedades mecânicas tanto das zonas de dentina transparente, quanto das zonas descoloradas da dentina afetada por cárie.

KWONG *et al.*, em 2002, avaliaram a força de adesão do sistema adesivo Clearfil Liner Bond 2V, através de ensaios de microtração, além de estudar os efeitos da aplicação de um agente condicionante previamente ao adesivo autocondicionante, em dentina esclerosada. Lesões cervicais não-cariosas, provenientes de pré-molares humanos recém-extraídos, bem como lesões artificialmente criadas com pontas diamantadas foram divididas em dois grupos: pré-condicionamento com ácido fosfórico a 40% associado à aplicação do sistema adesivo, ou aplicação do adesivo de acordo com as normas do fabricante. Os dentes foram restaurados e preparados para teste de microtração, bem como avaliados em microscopia eletrônica de varredura e de transmissão. Independentemente do método de condicionamento, a adesão à dentina normal foi significativamente maior que à dentina esclerosada. Em dentina esclerótica, a aplicação do agente condicionante mostrou melhorias na adesão somente na parede gengival das lesões. A análise

microscópica comprovou a inefetividade destes sistemas adesivos em condicionar a camada superficial hipermineralizada da dentina esclerótica. Já com a aplicação do ácido fosfórico, uma fina camada híbrida pode ser observada, mas pequenos depósitos minerais remanescentes puderam ser observados em ambos os grupos.

A hipótese de que a dentina infectada, bem como a afetada por cárie produz menores valores de resistência de união, em comparação com a dentina normal, foi testada por YOSHIYAMA *et al.* em 2002. Foram avaliados dois sistemas adesivos, um autocondicionante (ABF) e um frasco único. As médias de resistência adesiva foram correlacionadas com avaliações ultraestruturais, através de microscopia eletrônica de varredura. Os valores promovidos por ambos os sistemas adesivos, em dentina normal, foram significativamente maiores que os obtidos em dentina afetada por cárie, que, por sua vez, foram significativamente maior que os valores encontrados em dentina afetada por cárie. Para os dois sistemas adesivos, a camada híbrida formada em dentina infectada por cárie foi mais espessa, contudo mais porosa, quando comparada à camada híbrida formada em dentina normal. Os baixos valores de adesão obtidos em dentina infectada por cárie sugerem uma possível relação com a baixa resistência à tração deste tipo de substrato dentinário.

SENGUN *et al.* (2002) avaliaram a eficácia da adesão de cinco sistemas adesivos (Solid Bond - SB-, Clearfil SE Bond - CSE-, Etch & Prime - EP-, Prime & Bond 2.1. -PB- e One Coat Bond - OCB-) a dentina afetada por cárie. Foram utilizados sessenta molares humanos extraídos, que contivessem lesões cariosas até no máximo metade da profundidade dentinária. Após a remoção do tecido cariado, as superfícies dentinárias foram planificadas para que fossem aplicados os sistemas adesivos, todos de acordo com as normas solicitadas pelos fabricantes. Os espécimes foram armazenados em água destilada a 37 °C, e o teste de cisalhamento realizado a uma velocidade de 1,0 mm/seg. Os resultados obtidos com os sistemas adesivos CSE, SB e EP foram similares em dentina normal e afetada por cárie. No entanto, os valores de união a dentina normal com os sistemas adesivos OCB e PB foram menores, comparados à dentina afetada por cárie. Os autores concluíram que o tipo de dentina, quanto a sua estrutura histológica, apresentam um papel

determinante no desempenho dos sistemas adesivos. Além disso, a própria composição e modo de atuação dos sistemas adesivos podem comprometer os valores de união ao substrato dentinário.

Uma comparação entre os valores de microtração à dentina afetada por cárie e normal, utilizando-se de sistemas adesivos convencionais ou autocondicionantes foi realizada por CEBALLOS *et al.* em 2003. Além disso, os valores de resistência de união foram correlacionados com análises de microdureza por fluorescência (dispositivo DIAGNODENT) e por teste Knoop (KH). Para tal, foram avaliados os sistemas adesivos Prime & Bond NT, Scotchbond 1, Clearfil SE Bond e Prompt L-Pop, todos aplicados de acordo com a norma preconizada pelos fabricantes. Após restauração e armazenamento em água destilada por 1 dia, os espécimes foram seccionados seriadamente, e em seguida a interface adesiva foi delimitada através de desgastes laterais, contendo assim áreas de dentina normal ou afetada por cárie. Os espécimes foram então tracionados, e a qualidade de dentina foi avaliada através de teste Knoop ou de fluorescência, a 50 µm da interface fraturada. Os sistemas adesivos convencionais forneceram melhores valores de adesão, quando comparados aos autocondicionantes. Os valores mais baixos foram obtidos para o sistema adesivo Prompt L-Pop. Todos os sistemas adesivos obtiveram melhor desempenho em dentina normal, no entanto, tais diferenças somente foram significativas para os sistemas adesivos Prime & Bond NT e Clearfil SE Bond. Os autores observaram menores valores de dureza Knoop em dentina afetada por cárie, mas relataram que tais dados não possuem correlação com os valores de microtração obtidos.

YOSHIYAMA *et al.* (2003) buscaram determinar os valores de resistência de união, através do teste de microtração, de um sistema adesivo autocondicionante aplicado à dentina normal, afetada ou infectada por cárie, além de observar a ultraestrutura da interface resina-dentina através de microscopia eletrônica de transmissão. Doze molares humanos cariados extraídos foram corados com um detector de cáries (Cáries Detector / Kuraray), a dentina fortemente corada com a solução foi classificada como infectada por cárie, e a dentina ao redor, já descolorada, como dentina afetada por cárie. As superfícies dentinárias foram tratadas com o sistema adesivo Clearfil Liner Bond 2V, restauradas com resina composta e preparadas para o teste de microtração através da delimitação da interface adesiva em áreas com os distintos tipos de dentina tratados. Fatias

adicionais foram também preparadas para as análises microscópicas. Os maiores valores de microtração foram obtidos em dentina normal (45 MPa), seguido por dentina afetada por cárie (30 MPa) e dentina infectada por cárie (10 MPa). As análises de microscopia revelaram que em dentina afetada por cárie foi possível obter camadas híbridas com até 8 µm de espessura, e em dentina infectada por cárie, os valores variaram de 30 a 60 µm de espessura. Os autores concluíram que, quando do preparo cavitário, a dentina infectada por cárie deve ser removida, já que apresentava uma grande quantidade de bactérias em seu interior, além de promover baixos valores de adesão.

As propriedades selantes de um sistema adesivo experimental autocondicionante e com propriedades antibacterianas foi estudada por LEE *et al.* (2003). Molares humanos extraídos, hígidos ou cariados, foram escavados, e tiveram sua espessura dentinária remanescente padronizada, tomando-se por base a menor espessura dentinária obtida em dentina infectada. Alguns dentes tiveram também uma exposição pulpar provocada, com auxílio de uma broca esférica ou uma seringa. Após medir o fluxo de fluidos inicial através da exposição, as superfícies foram seladas com o sistema adesivo ABF (Kuraray), e os sítios selados foram analisados semanalmente por 16 semanas. Inicialmente, o fluxo dentinário foi reduzido em 99%, após a aplicação do sistema adesivo. O selamento das áreas de dentina normal e afetada por cárie permaneceu estável durante as 16 semanas, enquanto em dentina infectada foi-se observando uma deterioração, estatisticamente significativa após 8 semanas. A espessura da camada híbrida em dentina normal foi de aproximadamente 0,5 µm, em dentina afetada por cárie de 3 a 4 µm, e em dentina infectada de aproximadamente 40 µm. Os autores concluíram que este sistema adesivo promove um bom selamento dentinário em áreas de dentina afetada por cárie e normal. Em dentina infectada por cárie, o selamento obtido não se mostrou tão eficaz, apesar de se observar um englobamento bacteriano na camada híbrida.

Em 2003, SAKOOLNAMARKA *et al.* buscaram investigar a morfologia da interface resina/dentina promovida por três sistemas adesivos (One Coat Bond, Clearfil SE Bond e One Up Bond F) em dentina afetada por cárie, após remoção do tecido cariado com instrumentos rotatórios, em conjunto com um detector de cáries (Cáries Detector) ou com um sistema de remoção de cárie químico-mecânico (Carisolv). Os molares humanos cariados extraídos foram tratados com uma das

técnicas descritas, e em seguida restaurados com um dos sistemas adesivos supracitados. A partir dos dentes restaurados, foram feitos cortes transversais seriados, obtendo-se assim discos dentais. Os discos foram então divididos em dois sub-grupos: uma metade foi fraturada e outra metade foi submetida a um desafio ácido-base, ambas para a observação em microscopia eletrônica de FE-SEM. Foi possível observar uma variação na espessura da camada híbrida, e tal variação foi dependente do tipo de sistema adesivo e também do tipo de remoção de tecido cariado. Em dentina afetada por cárie, pelo preparo dos espécimes com o desafio ácido-base, notou-se que o sistema adesivo convencional One Coat Bond apresentou as camadas híbridas mais espessas, e em dentina normal, que o sistema adesivo One Up Bond F apresentou as camadas híbridas mais finas. Os autores relataram que o condicionamento em dentina afetada por cárie deve ser realizado com precaução, uma vez que o fenômeno do sobre condicionamento (*over-etching*) pode ocorrer, fato o qual dificultaria a completa penetração do sistema adesivo por entre a dentina condicionada.

Uma caracterização bioquímica do colágeno presente na dentina cariada em dentes humanos decíduos foi realizada por NAKORNCHAI *et al.* (2004), através de análises de aminoácidos e de ligações cruzadas. As zonas de dentina normal, afetada e infectada por cárie foram identificadas por coloração de vermelho ácido 1%, sendo em seguida dissecadas para posterior pulverização e hidrólise. Outra parte das amostras foi desmineralizada, reduzida e hidrolisada para análise de ligações cruzadas. Os resultados demonstraram que na dentina infectada por cárie, a quantidade de aminoácidos colágenos era significativamente menor quando comparada aos outros tipos de substrato dentinário. Não foi possível observar diferenças quanto a estes parâmetros em dentina normal e afetada por cárie. Os resultados indicaram que enquanto o colágeno na dentina infectada por cárie apresenta-se consideravelmente alterado e degradado, em dentina afetada por cárie este se encontra relativamente inalterado.

A influência do sobre condicionamento com ácido fosfórico em dentina afetada por cárie foi avaliada por YAZICI *et al.* (2004), utilizando-se de um sistema adesivo autocondicionante (Clerafil SE Bond). Metade dos dentes recebeu a aplicação do sistema adesivo de acordo com as normas do fabricante. A outra metade foi condicionada com ácido fosfórico a 37% por 15 segundos, e em seguida foi aplicado o sistema adesivo como preconizava o fabricante. Os espécimes para o

teste de microtração foram obtidos a partir de seccionamentos seriados e delimitação da interface adesiva através de desgastes com pontas diamantadas cilíndricas. Os valores de resistência de união à dentina normal (32,9 MPa) foram significativamente maiores que à dentina afetada por cárie (15,9 MPa). Quando do condicionamento ácido dentinário, tais diferenças desapareceram (19,2 MPa em dentina normal e 16,6 MPa em dentina afetada por cárie). O uso do ácido fosfórico a 37% em conjunto com um sistema adesivo autocondicionante não apresentou vantagens quanto à resistência a microtração, tanto em dentina normal quanto em afetada por cárie.

ARRAIS *et al.* (2004) buscaram avaliar também os efeitos do condicionamento ácido adicional ou por um tempo prolongado na resistência a microtração dos sistemas adesivos Clearfil SE Bond e Single Bond. Os trinta e seis molares cariados foram divididos em quatro grupos experimentais: 1) aplicação do sistema adesivo Clearfil SE de acordo com as normas do fabricante; 2) condicionamento com ácido fosfórico por 15 segundos, seguido da aplicação do adesivo Clearfil SE Bond; 3) aplicação do sistema adesivo Single Bond de acordo com as normas do fabricante; 4) aplicação do adesivo Single Bond após condicionamento com ácido fosfórico por 45 segundos. Espécimes adicionais foram preparados para avaliação em microscopia eletrônica de varredura. Foi observado que em dentina afetada por cárie, o condicionamento adicional e por tempo prolongado elevou os valores de adesão, apesar dos valores sempre serem mais baixos, quando comparados à dentina normal. Relatou-se que apesar do condicionamento adicional ou por tempo prolongado terem elevado os valores de adesão em dentina afetada por cárie, tal efeito em dentina normal pode vir a causar uma maior quantidade de desmineralização, que pode vir a não estar completamente infiltrada pelo sistema adesivo, fato o qual poderia comprometer a durabilidade da interface adesiva.

A qualidade da união promovida por um sistema adesivo antibacteriano à dentina normal e cariada foi avaliada por DOI *et al.* (2004), em lesões cariosas localizadas na região radicular. Tais lesões foram planificadas com lixas de óxido de alumínio, buscando padronizar a *smear layer*. O sistema adesivo ABF foi aplicado sobre as superfícies de acordo com as normas do fabricante. Após imersão em água destilada por 24 horas, os espécimes foram seccionados em fatias, e as interfaces adesivas foram delimitadas em áreas de dentina normal, afetada e infectada por cárie. O teste de microtração foi realizado, além de se preparar espécimes para análise em

microscopia eletrônica de varredura e transmissão. Os autores obtiveram menores valores de união à dentina afetada e infectada por cárie, quando comparadas à dentina normal. As camadas híbridas observadas nos espécimes de dentina alterada se apresentaram muito mais porosas, no entanto, as imagens de microscopia de transmissão mostraram que as bactérias presentes nestes substratos haviam sido encapsuladas pelo adesivo. Concluiu-se que apesar de promover menores valores de adesão em dentina normal e afetada por cárie, este sistema adesivo poderia ser eficaz na prevenção da progressão da lesão de cárie, inibindo a formação de cáries secundárias.

Ainda em 2004, ANGKER *et al.* avaliaram a influência da hidratação dentinária nas propriedades mecânicas da dentina decídua cariada, utilizando-se de um sistema de microindentação. A dureza e o módulo elástico da dentina cariada apresentaram uma deterioração progressiva em direção à base da cavidade. Os autores expuseram que a total profundidade da dentina afetada estava em aproximadamente 1100 μm , paralelamente a direção dos túbulos. Tal profundidade foi significativamente maior do que observado visualmente (método subjetivo), implicando que o processo de desmineralização normalmente é um processo mais avançado do que se pode suspeitar em um simples exame clínico.

ITO *et al.* (2005) avaliaram a inter-relação entre a quantidade de água, contração e a resistência da dentina normal e afetada por cárie. Molares humanos cariados extraídos tiveram suas lesões cariosas coradas com um detector de cáries, e após a escavação do tecido corado e amolecido, foram planificados até que se obtivessem áreas de dentina afetada por cárie circundadas por dentina normal. A partir destas superfícies, discos dentinários foram obtidos e posicionados em um dispositivo de análise termomecânico. As variações no peso e resistência dos espécimes foram avaliadas antes e após secagem, tanto em dentina normal quanto em afetada por cárie. Observou-se que a dentina afetada por cárie apresentava menor resistência intrínseca, além de conter mais água, quando comparada à dentina normal. Além disso, foi possível estabelecer, através de análise de regressão, uma relação inversa entre resistência e conteúdo de água, bem como entre resistência e contração.

A distribuição mineral e a resistência a microtração em substratos dentinários normais e afetados por cárie foram estudadas por NAKAJIMA *et al.*, em 2005. O sistema adesivo Clearfil Protect Bond foi aplicado de acordo com as normas do fabricante, sobre superfícies dentinárias contendo áreas hígidas e afetadas por cárie. Após 24 h de armazenagem os espécimes foram preparados para o teste de microtração, e em seguida, espécimes adicionais foram metalizados com uma fina camada de ouro para que fossem submetidos a análise de distribuição elemental, que buscava determinar a quantidade de íons Ca, P, N e Mg na superfície dentinária. Os valores de união à dentina afetada por cárie mostraram-se significativamente menores, quando comparados à dentina normal. A profundidade de desmineralização promovida pelo *primer* autocondicionante foi maior em dentina afetada por cárie (8 μ m, comparado a 3 μ m em dentina normal). Além disso, o substrato alterado possuía uma distribuição de íons distinta da dentina hígida. Os autores detectaram uma redução no teor de íons Mg em dentina afetada por cárie, apesar de este substrato apresentar um pico de íons N, o qual foi considerado como sendo uma zona de fibras colágenas desmineralizadas, não completamente infiltradas pelo sistema adesivo. Tal zona se apresentou muito mais evidente em dentina afetada por cárie que em dentina normal.

2.3. Qualidade da interface resina/dentina: Ensaios mecânicos de adesão e avaliações microestruturais.

Testes de adesão nas avaliações de sistemas adesivos dentais desenvolveram-se de maneira considerável desde o trabalho pioneiro de BUONOCORE, em 1955. A partir desta publicação, que revolucionou o conceito de adesão em Odontologia, muitos avanços na realização de testes laboratoriais de adesão têm sido feitos. O conhecimento das propriedades dos materiais em Odontologia é imprescindível na seleção e indicação do mais adequado para determinada situação clínica.

Por serem os materiais restauradores muito solicitados mecanicamente e expostos a tensões complexas, grande parte das pesquisas está direcionada para o estudo de parâmetros

que avaliam esta resistência. No entanto, os resultados destes testes variam consideravelmente, fato atribuído a diferentes propriedades dos materiais restauradores e do substrato a ser estudado, bem como a diferenças na preparação dos espécimes e na dinâmica dos ensaios mecânicos.

MUENCH (1976) estudou a retenção da resina composta sobre o esmalte dental em função da orientação das forças de ensaio, utilizando-se da resina composta Adaptic e do agente de união ARM. Os dentes foram embutidos em resina acrílica com as faces vestibulares expostas, sobre as quais foi fixada a resina composta por meio de um molde de borracha. Os carregamentos para os ensaios de cisalhamento foram aplicados segundo três orientações em relação ao longo eixo do dente: 0, 45 e 90 graus. A maior resistência foi obtida com as forças agindo paralelamente à face de fixação (151 kgf/cm²) e, a menor, quando a força foi aplicada perpendicularmente à face dental (92,1 kgf/cm²). O autor destacou que ocorreu uma grande variabilidade nos resultados, pois os dentes apresentaram um comportamento bastante diferente entre si.

Muitos laboratórios de pesquisa utilizam-se de testes de cisalhamento ou de tração pura para comparar materiais ou avaliar a influência de variáveis experimentais na força de adesão da interface dente - material restaurador. No entanto, estes testes apresentam a desvantagem de resultar em altas taxas de fratura coesiva em dentina - em torno de 80% para valores de adesão próximos a 25 MPa (VAN NOORT *et al.*, 1989, 1991). Esses valores de adesão não fornecem confiabilidade de resultados, já que essas falhas coesivas não significam que os valores de força de adesão são uniformemente maiores que a força intrínseca da dentina.

Preocupados com carência de valores de adesão consistentes, VAN NOORT *et al.*, em 1989, relataram uma crítica aos testes de cisalhamento e tração, que podem levar a ambígua interpretação de dados. Justificaram a oportunidade do estudo ao constatarem a falta de coerência entre os resultados de resistência de união à dentina obtida por tração ou por cisalhamento: as diferenças são normalmente atribuídas aos diferentes desempenhos dos sistemas adesivos. Porém, segundo os autores, os detalhes de aplicação dos ensaios mecânicos não têm sido suficientemente considerados. Os resultados mostraram que os testes de cisalhamento e tração são altamente dependentes da geometria, bem como das características mecânicas dos materiais envolvidos.

Durante a aplicação do carregamento para o ensaio de cisalhamento, verificou-se uma distribuição não uniforme do estresse, dependente da geometria, forma e tamanho do aderente, bem como da relação entre os módulos de elasticidade dos materiais unidos. O carregamento médio calculado é, de fato, controlado pela obtenção de uma carga crítica localizada na região mais sensível da união aderida, sendo que não é possível estabelecer uma relação entre duas medidas de resistência obtidas por métodos diferentes. Os autores concluíram que há necessidade de se padronizar estes procedimentos, para que se possa comparar a diferentes resultados obtidos universalmente.

Ainda no que concerne à padronização dos ensaios adesivos, VAN NOORT *et al.*, em 1991, estudaram novamente o efeito da distribuição da tensão na interface dentina-compósito durante testes de tração. O sistema adesivo Scotchbond 2 (3M), em conjunto com a resina composta P-50, foi aplicado de duas maneiras: A) a dentina recebeu o *primer*, o foi adesivo aplicado por toda a superfície, removendo os excessos grosseiros, resultando em uma camada de aproximadamente 50 µm de espessura. Um molde foi preenchido com resina, deixando ao seu redor o excedente de adesivo; B) o molde foi colocado na dentina depois de receber o *primer*. O adesivo foi aplicado, posteriormente, apenas no interior do molde. Os autores observaram que os detalhes geométricos da interface adesiva, em duas diferentes formas de aplicação do adesivo, podem produzir diferenças significativas nos valores de resistência adesiva. A distribuição de tensões pela análise de elementos finitos detectou, para o grupo A, concentração de tensões na interface adesivo/resina, não refletindo a real resistência adesivo/dentina. Para o grupo B, pela análise, a concentração de tensões ocorreu na interface adesivo/dentina, sendo nesse caso, segundo os autores, uma medida mais representativa da real resistência de união.

Frente às grandes variações encontradas nos resultados obtidos por diferentes pesquisadores, ØILO, em 1993, fez uma revisão sobre vários e importantes fatores relacionados à resistência adesiva. Destacou, entre eles, o tipo de teste, a qualidade do substrato e as condições de armazenagem como os fatores que mais acentuadamente influem nos resultados encontrados. No que diz respeito aos testes observou que os testes de tração e cisalhamento eram os mais utilizados, costumando fornecer o mesmo escalonamento de valores. Dentro do teste de tração, considerou como principal problema o alinhamento das partes durante a colagem e também durante

o teste. Já o teste de ruptura por cisalhamento pode, com facilidade, transformar-se em teste de dobramento ou clivagem, fornecendo valores alterados, não confiáveis. O autor alerta que pequenas modificações nestes tipos de teste podem acarretar em resultados muito discrepantes de resistência de união do mesmo produto. Já para o fator substrato, o tipo e idade do dente, bem como o tamanho, o número e a localização dos túbulos dentinários são parâmetros que também conduzem a dificuldades de padronização dos testes. Dentro deste fator, o autor incluiu também os tratamentos superficiais, como tipo de lixa e aplicação de ácidos. Finalmente, para as condições de armazenagem, tais como tipos de solução, tempo de estocagem dos dentes e ciclagens também podem contribuir para a não uniformidade dos resultados. O autor acrescentou que além de todas as variáveis envolvidas que afetam a resistência de união, devem ser consideradas a qualidade e a manipulação dos materiais a serem avaliados.

Considerando que vários trabalhos relacionados com a resistência da união resina/dentina apresentavam falhas coesivas no tecido, mas poucos se reportavam a valores da própria resistência coesiva da dentina, GWINNETT, em 1994, realizou um estudo de resistência da dentina ao cisalhamento. Através da utilização de terceiros molares, colunas de dentina com diâmetro de 4,3 mm e contínuas ao corpo do dente, foram confeccionadas com uma ponta diamantada tubular aplicada verticalmente à superfície oclusal. A média de valores obtidos foi de $36,15 \pm 6,81$ MPa. Considerando como teoria estabelecida que a resistência da união deve ser, no máximo, igual à resistência coesiva do substrato, e sendo os valores obtidos por ele bem menores que os de outras pesquisas, o autor considera coerentes os resultados de fraturas coesivas na dentina quando da utilização dos sistemas adesivos modernos.

Na tentativa de sanar os problemas advindos dos diversos testes de resistência adesiva, e buscando testar a hipótese de que valores de força de adesão em testes de tração são inversamente proporcionais à área adesiva em questão, SANO *et al.*, em 1994 (1994a), introduziram um teste de tração que, pelas dimensões do corpo-de-prova, foi denominado “microtração”. Terceiros molares humanos tiveram suas superfícies de esmalte removidas, e os sistemas adesivos Clearfil Liner Bond 2, Scotchbond Multi Purpose e Vitremer receberam uma cobertura de resina composta ou ionômero de vidro com aproximadamente 5 mm de altura. Fatias de cortes paralelos ao

longo eixo dental, com espessuras variando de 0,5 a 3,0 mm foram desgastadas lateralmente, formando uma curva com a parte mais estreita coincidindo com a interface adesiva, com áreas que variavam de aproximadamente 0,25 mm² a 11 mm². Os espécimes, tendo a parte superior composta por resina, e a parte inferior composta por dentina, foram coladas com cola à base de cianocrilato em um dispositivo (Bencor-Multi-T) atrelado a uma máquina de ensaio universal. Os resultados apresentaram uma relação inversa entre a área adesiva e a resistência à tração para os três adesivos testados. Para o adesivo Clearfil Liner Bond 2, fraturas coesivas em dentina ocorreram em todas as amostras com área maior que 7,17 mm² e em áreas menores que 2,31 mm² ocorreram somente falhas adesivas. Os autores supracitados consideraram que a microtração é um método adequado para se testar espécimes de tamanho diminuto e que apresenta vantagens em relação aos testes convencionais, por permitir a observação de uma alta porcentagem de falhas adesivas, principalmente em áreas menores que 2 mm². Maiores valores de resistência à tração são encontrados em espécimes com áreas adesivas menores, provavelmente, de acordo com a teoria proposta por GRIFFITH (1920), em função da presença de uma menor quantidade de defeitos em áreas diminutas. Sendo assim, espécimes com área adesiva menor apresentariam menos defeitos e uma propagação de tensões mais uniforme, que resultariam em maiores valores de resistência à tração.

A partir destas observações, SANO e colaboradores difundiram e aplicaram o teste de microtração para os mais diversos materiais odontológicos, nas mais diferentes condições do substrato dental. Este método permite avaliar os valores de força de adesão entre materiais adesivos em diferentes localizações da estrutura dental, como em cavidades Classe I, II e V.

No ano seguinte, CARVALHO *et al.* (1995), tiveram como propósito verificar a formação ou não da camada híbrida entre um cimento de ionômero de vidro fotopolimerizável (Variglass) e a dentina condicionada por ácido, através de testes de microtração e microscopia eletrônica de varredura. A dentina preparada foi condicionada com ácido maleico a 10% e tratada com o *primer* ProBond. No outro grupo experimental, a dentina foi apenas tratada com o *primer*, e em ambos os grupos, receberam uma camada do cimento resinoso. As amostras foram fatiadas paralelamente ao longo eixo dental, e desgastadas na região mediana formando uma curvatura que

proporcionou uma interface adesiva com 0,9 mm² de área. Os espécimes foram afixados a um dispositivo de testes Bencor-Multi-T, e submetidos ao ensaio de tração em uma máquina Instron a uma velocidade de 1 mm/min. Os resultados de resistência à tração foram significativamente maiores no grupo tratado com ácido, sendo que a avaliação microscópica mostrou uma camada desmineralizada e impregnada por resina de aproximadamente 3 µm no grupo tratado com ácido, e de 0,5 a 1,5 µm no outro grupo. Os autores encontraram como resultados uma relação inversa entre a resistência à tração e a área de superfície adesiva, confirmando os achados do trabalho anterior de SANO e colaboradores.

YOSHIKAWA *et al.*, também em 1995, realizaram um estudo para avaliar a resistência adesiva, através de testes de microtração, de diferentes profundidades da parede pulpar, em cavidades Classe I restauradas com o sistema adesivo Super-Bond D-Liner, em conjunto com a resina composta Clearfil Photo Posterior. Como controle, foi aplicada resina na superfície plana de dentina; e nos grupos experimentais em cavidades preparadas em profundidades de 1 ou 2 mm. Foram obtidos espécimes com uma área adesiva de aproximadamente 1 mm². Os resultados de resistência adesiva na superfície plana foi de aproximadamente 40 MPa, enquanto as resistências adesivas na parede pulpar de ambas as cavidades de 1 ou 2 mm demonstraram uma notável diminuição dos valores de adesão, especialmente nas cavidades com profundidade de 2 mm. Conforme o aumento da profundidade das cavidades, ou seja, quanto menor o remanescente dentinário, menor os valores de resistência adesiva à tração.

SANO *et al.* (1995) definiram a difusão de pequenos íons ou moléculas por entre a zona de interdifusão resina/dentina, como nanoinfiltração. Uma análise comparativa da nanoinfiltração por entre a camada híbrida, através de microscopia eletrônica de varredura ou de transmissão, utilizando uma técnica de penetração por nitrato de prata, foi realizada para os sistemas adesivos Clearfil Liner Bond e All-Bond 2. Ambos sistemas adesivos demonstraram penetração de íons prata por entre a camada híbrida. A importância da determinação, localização e morfologia das porosidades nanométricas da camada híbrida podem permitir maior compreensão da hidrólise das fibrilas colágenas e degradação dos monômeros resinosos, pela infiltração de fluidos na interface adesiva.

WATANABE *et al.*, em 1996, em uma revisão sobre os métodos mais utilizados para mensuração da resistência de adesão à dentina, teceram considerações sobre os testes de tração e cisalhamento. Segundo aos autores, no teste de tração, o ponto mais fraco da junção se rompe primeiramente, tornando-se um teste útil no estudo do mecanismo de adesão. Já no teste de cisalhamento, a ruptura nem sempre ocorre no ponto mais fraco, pois começa no ponto onde a lâmina produz um esforço de cisalhamento perpendicular. Além dos tipos de teste utilizados, foram abordados outros fatores que podem afetar a resistência de união, tais como: substrato dentinário, condições de armazenagem e ciclagem térmica. A partir das considerações expostas, os autores comentaram também que é muito difícil explicar e discutir a adesão à dentina usando somente os valores de resistência, fazendo-se necessária uma análise por microscopia eletrônica.

O modo na qual a interface é tensionada nestes testes é muito descontínuo, concentrado em uma determinada localização do corpo-de-prova, podendo levar a trincas dentinárias, ou seja, falhas coesivas. Sendo assim, esses métodos de avaliação podem não ocasionar padrões de fratura reais, em função da natureza não uniforme de distribuição da tensão na interface adesiva. Conseqüentemente, a magnitude adesiva dessa interface não é corretamente mensurada (VAN NOORT *et al.*, 1989, 1991; WATANABE *et al.*, 1996).

Uma análise visando determinar o número de corpos-de-prova necessários para estabelecer uma metodologia padronizada para testes de microtração foi realizada por CHAPPELL *et al.*, em 1997. Seis molares inclusos foram tratados com o sistema adesivo Scotchbond Multi Purpose, e, em seguida, uma coroa de aproximadamente 4 mm foi construída pela técnica incremental, utilizando-se a resina composta Z100 (3M). Cada dente foi seccionado em cinco fatias com a espessura de 1 mm. Desgastes laterais resultaram em espécimes com uma área adesiva de 1,7 mm². Para o teste de microtração também foi utilizado o dispositivo Bencor-Multi-T, com velocidade de carregamento de 0,5 mm/min. As resistências médias obtidas foram: para a dentina mais externa 30,4 ± 7,2 MPa, intermediária 32,3 ± 6,4 MPa, e mais interna 25,5 ± 6,0 MPa. Em 30 amostras, 6 espécimes registraram falhas coesivas da dentina. A análise de variância não apresentou diferenças para dentes ou localização dentinária. O estudo de poder de análise mostrou que, para testes futuros, são necessárias 27 fatias ou 6 dentes por grupo para satisfazer a

obrigatoriedade de $\alpha = 0,01$, poder de 0,80 e uma diferença estatisticamente significativa de 20% entra as médias.

Os sistemas adesivos All-Bond 2 e OptiBond FL foram avaliados quanto à resistência adesiva e os tipos de falhas, através de teste de microtração, por ARMSTRONG *et al.* (1998). As superfícies dentinárias foram restauradas com a resina composta Prodigy, e os espécimes seccionados em fatias com 0,8 - 0,9 mm de espessura que foram alinhadas e aprisionadas com resina composta numa base de plástico. Cada fatia foi desgastada no nível da interface adesiva, com formato de ampulheta, até atingir uma área adesiva de 0,5 mm². A base plástica foi aprisionada pela garra superior da máquina de ensaio e a extremidade de resina foi introduzida lentamente dentro de um anel plástico vazio, permitindo a fixação com cianoacrilato. Os resultados não mostraram diferenças significantes: All Bond 2 (40,7 ± 9,0 MPa) e (OptiBond 34,0 ± 7,7 MPa). 55% das falhas foram coesivas em dentina ou na resina, fato atribuído pelos autores, ao aprisionamento das amostras por todos os lados, bem como às propriedades de todos os componentes em questão (dentina, adesivo e resina composta). As resistências encontradas são válidas para esse modo particular de ensaio, mas não são representativas dos adesivos individualmente considerados.

Determinar a eficácia de um teste de microtração projetado para identificar falhas em uniões sobre a dentina foi objeto de estudo de NAKABAYASHI *et al.* (1998). A superfície dentinária foi condicionada com solução 10:3 durante 10, 30 e 60 segundos, e, em seguida, aplicou-se o adesivo 4-META / MMA-TBB, sobre o qual foi unida uma barra de resina composta de 12 x 12 x 15 mm de altura. As peças foram seccionadas verticalmente à interface, em fatias de 2 mm de espessura. Cada fatia foi desgastada em curva suave na região central, até adquirirem o formato de halteres, com 7 mm de altura e 2 mm de espessura. As amostras foram coladas pelos dois lados, deixando livre uma abertura de 2,7 mm para a região da interface. Uma perfuração na resina e outra na região do dente permitiram a introdução de pinos para a apreensão no dispositivo de tração. As amostras condicionadas por 10 seg. apresentaram, em média, valores de 24 MPa. Este valor foi significativamente maior que os obtidos com os grupos condicionados por 30 seg. (14 MPa) e 60 seg. (12 MPa). Os autores ressaltaram a importância da geometria das amostras, pois esta

conformação orienta as tensões para a região mais estreita, ou seja, a interface, onde as fraturas se iniciam. Este método mostrou-se vantajoso por eliminar grande parte das fraturas coesivas na resina ou dentina observadas na maioria dos testes de tração convencionais.

PHRUKKANON *et al.* (1998a) buscaram determinar a influência da área adesiva sobre a resistência à microtração e ao microcisalhamento para os sistemas adesivos Scotchbond Multi Purpose, OptiBond FL, OptiBond Solo e One-Step. Blocos de resina composta (Silux Plus) de 5mm de altura foram aderidos à superfície dentinária de molares humanos. Os blocos dentais foram cortados verticalmente, obtendo-se barras com secção transversal quadrada, que, desgastadas, atingiram conformação cilíndrica, para os ensaios de cisalhamento, e de ampulheta para os de tração, com diâmetros de 1,2; 1,4 e 2 mm para ambos os testes. Os valores de resistência adesiva foram significativamente maiores para os espécimes com diâmetro de 1,2 mm, mas não diferindo estatisticamente dos espécimes de 1,4 mm. Com relação ao tipo de teste, o cisalhamento apresentou valores significativamente mais altos apenas entre 1,2 e 2,0 mm, e somente para o adesivo OptiBond Solo. A maioria das amostras de 1,2 e 1,4 mm apresentou falha adesiva entre substrato dentinário e adesivo.

O efeito do formato (cilíndrico ou retangular) e do tamanho da área adesiva (1,1 mm², 1,5 mm² e 3,1 mm²) sobre a resistência a microtração de quatro sistemas adesivos (Scotchbond Multi Purpose Plus, OptiBond FL, OptiBond Solo e One-Step) foi o alvo do estudo de PHRUKKANON *et al.*, também em 1998 (1998b). Molares humanos foram seccionados longitudinalmente, sendo que uma das metades foi usada para preparar as amostras retangulares, e a outra, para as cilíndricas. Coroas de 5 mm de altura foram incrementalmente confeccionadas com resina composta (Silux Plus). Os conjuntos foram novamente seccionados no sentido longitudinal, e usinados até atingirem o formato de ampulheta, com áreas cilíndricas ou retangulares. As amostras foram colocadas em garras especialmente confeccionadas para cada tamanho, e levadas à máquina de ensaio com velocidade de carregamento de 1 mm/min. Apesar de se esperar que espécimes com secção retangular fornecessem menores valores de adesão, estes não diferiram estatisticamente dos com secção circular, não tendo efeitos sobre os valores de resistência à microtração. Com

relação à área, os valores obtidos com os espécimes de 1,1 e 1,5 mm² não diferiram significativamente, sendo estatisticamente maiores que os com área de 3,1 mm².

A comparação entre valores obtidos em testes de cisalhamento ou de microtração foram novamente alvo do estudo realizado por SCHREINER *et al.*, em 1998. Após a aplicação do adesivo e da resina composta os dentes foram cortados no sentido longitudinal, em fatias de 1,0 mm de espessura. As laterais das fatias, na região da interface adesiva, foram desgastadas até ficarem paralelas entre si, chegando a espécimes com área adesiva de 1,7 mm². Já para o teste de cisalhamento, foram confeccionados corpos-de-prova com 3,4 mm de diâmetro. Estatisticamente, os valores de resistência obtidos pelo teste de microtração foram significativamente maiores que os obtidos no teste de cisalhamento, confirmando os resultados prévios obtidos por outros autores, onde menores áreas adesivas promovem maiores valores de união, em função da reduzida quantidade de defeitos na interface adesiva.

Considerando a escassa literatura comparativa de diferentes métodos de avaliação da resistência adesiva, o objetivo do estudo de CARDOSO *et al.* (1998) foi avaliar o comportamento de três sistemas adesivos – Scotchbond Multi Purpose, Single Bond e Etch & Prime – em superfícies dentinárias submetidas aos testes de microtração, cisalhamento e tração. Terceiros molares humanos foram incluídos em resina de poliestireno, tendo as superfícies dentinárias exposta em três faces dentais. Cada face foi preparada para ser submetida a um dos diferentes testes propostos. Para os testes de tração e cisalhamento, cones de 3 mm de diâmetro e 3 mm de altura foram confeccionados com a resina composta Z100. Para o teste de microtração, uma coroa de 5mm de altura foi confeccionada sobre a superfície dental, e após secções longitudinais nos sentidos vestibulo-lingual e mésio-distal, foram obtidos espécimes em forma de palitos com área adesiva de 0,25 mm². Para os sistemas adesivos testados, quando do teste de microtração, não foram detectadas diferenças estatisticamente significantes. Já nos testes de cisalhamento e microtração, o adesivo Single Bond apresentou os melhores resultados. Comparando todos os testes, o teste de microtração forneceu as maiores médias e o menor coeficiente de variação. Frente aos resultados obtidos, pode-se concluir que diferenças entre materiais restauradores podem não ser detectadas, dependendo do teste mecânico aplicado.

Durante o desenvolvimento da metodologia empregada para testes de microtração, muitas variações na resistência adesiva são observadas entre vários corpos-de-prova provenientes do mesmo dente. No entanto, a razão para tal discrepância ainda não é conhecida. Sendo assim, o objetivo do trabalho de SHONO *et al.* (1999) foi avaliar a resistência à microtração ao longo de toda a superfície dentinária oclusal, através da confecção de espécimes com o formato de palitos. Coroas de resina composta foram confeccionadas sobre a superfície tratada com os sistemas adesivos One-Step ou Mac Bond. Secções seriadas vestibulo-linguais e mésio-distais foram realizadas em cortadeira metalográfica, resultando em múltiplos corpos-de-prova com o formato de “palitos”, com área adesiva de 1 mm². Apesar do perigo de tensionar a interface adesiva em função do duplo seccionamento para a obtenção dos espécimes, os valores obtidos neste estudo foram similares aos encontrados por outros autores que utilizaram espécimes com o formato de ampulheta. Os autores ressaltaram que diferenças regionais ao longo da superfície dentinária puderam ser detectadas, mas estas diferenças podem surgir também em função da técnica adesiva.

PAUL *et al.* (1999) procuraram correlacionar a nanoinfiltração na interface adesiva com a resistência a microtração, para o sistema adesivo Single Bond, aplicado na superfície dentinária após diferentes tempos de condicionamento ácido (15, 30 ou 60 s). Terceiros molares humanos tiveram suas superfícies dentinárias expostas e planificadas, recebendo a aplicação do sistema adesivo de acordo com as normas do fabricante. Após 24 h de imersão em água, os dentes foram seccionados e torneados com formato de ampulheta, com área adesiva de 1 mm². Metade dos espécimes foi avaliada quanto à penetração de íons prata, sendo observados em microscopia eletrônica de varredura. Tempos crescentes de condicionamento ácido não resultaram em queda nos valores de adesão, que apresentaram uma média de 38 MPa. No entanto, a deposição de íons prata aumentou consideravelmente conforme o aumento do tempo de condicionamento, podendo ter efeitos na estabilidade e na integridade longitudinal da interface adesiva.

PASHLEY *et al.* (1999) publicaram uma revisão de literatura procurando focar as mais diversas modificações propostas para testes de microtração, opinando sobre as vantagens e desvantagens de cada etapa técnica. A essência do teste de microtração está no seccionamento do conjunto dente-resina em várias fatias com espessura variável entre 0,5 e 1 mm, sendo que, em

seguida, estas fatias são torneadas de modo que a concentração das forças de tensão seja concentrada na interface adesiva durante o teste. Dentre as muitas vantagens desta metodologia, os autores citam a possibilidade de se obter vários espécimes provenientes do mesmo dente, bem como a não necessidade de matrizes que delimitem a área adesiva, já que esta é determinada pelo *trimming* da interface. Relataram que várias modificações do teste de microtração são utilizadas para avaliar diferenças regionais ao longo da interface adesiva, em diferentes pontos da estrutura dental, na superfície interna dos canais radiculares; além de comparar substratos dentinários normal e afetado por cárie, ou cervical hígido e esclerótico. Observaram ainda que esta técnica é ideal para a realização de estudos longitudinais, que avaliam a durabilidade da interface adesiva. Os autores concluíram que este método oferece uma versatilidade que normalmente não pode ser oferecido por outros testes mecânicos. Apesar de se constituir em um método extremamente trabalhoso, a microtração apresenta grande potencial para poder avaliar a adesão dos mais diversos materiais restauradores em sítios em substratos dentais clinicamente relevantes.

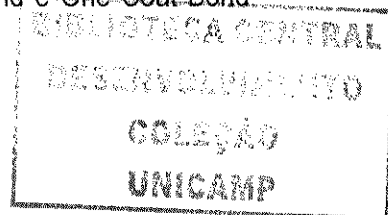
Partindo da premissa de que a durabilidade da interface adesiva em restaurações de compósito é de suma importância na longevidade do tratamento odontológico, SANO *et al.* (1999) avaliaram, através de um estudo *in vivo*, a integridade adesiva promovida por um sistema autocondicionante. Cavidades com formato arredondado foram preparadas em 12 dentes de um macaco (*Macaca fuscata*), sob anestesia geral. As cavidades foram restauradas com o sistema adesivo Clearfil Liner Bond 2 e com a resina composta Clearfil Photo Posterior. Os dentes foram extraídos em diferentes intervalos de tempo (imediatamente, 180 dias e 360 dias após os procedimentos restauradores), sendo preparados e submetidos ao teste de microtração um dia após o sacrifício. Microscopicamente, ao longo do tempo, pode-se observar um aumento das porosidades no topo da camada híbrida. A força de união manteve-se relativamente constante, não diferindo estatisticamente para os três intervalos de tempo avaliados (média de 19 MPa).

Já PHRUKKANON *et al.*, em 1999, avaliaram a influência da localização dentinária e da orientação dos túbulos na resistência a microtração dos sistemas adesivos Single Bond e MF-102 (autocondicionante experimental). Foram utilizados 22 pré-molares humanos, que foram seccionados verticalmente em duas metades. Uma metade foi utilizada para adesão paralela aos

túbulos dentinários, e a outra perpendicular. Para cada secção, seis localizações dentais foram selecionadas para adesão. Cada material foi utilizado de acordo com as normas do fabricante, e espécimes com formato de ampulheta, com interface adesiva cilíndrica de 1,2 mm de diâmetro, foram preparadas para o teste de microtração. Para o sistema adesivo autocondicionante, não houve diferença nos valores de adesão, independentemente da localização dental. Para ambos os sistemas adesivos, a orientação dos túbulos dentinários não influenciou nos valores de adesão. Os resultados indicaram que o adesivo Single Bond pode ter dificuldade de penetrar por entre a dentina desmineralizada, dependendo da localização dental, fato que pode vir a comprometer a qualidade adesiva em restaurações extensas que venham a envolver áreas cervicais.

A interface adesiva promovida por um sistema adesivo de nanopartículas (Prime & Bond NT, Dentsply) foi avaliada ultraestruturalmente por TAY *et al.* (1999), na busca de determinar a distribuição destas partículas por entre as fibrilas colâgenas da camada híbrida. Vinte e quatro discos dentinários foram divididos em dois grupos experimentais (aplicação do ácido fosfórico a 36% ou aplicação do NRC – Non Rinse Conditioner, tornando-o um adesivo autocondicionante), e após a aplicação de uma camada do sistema adesivo, os discos foram unidos, formando “sanduíches”, para serem avaliados em microscopia eletrônica de transmissão. Em ambos os grupos experimentais, partículas nanométricas permaneceram congestionadas ao redor do lúmen dos túbulos dentinários, não sendo encontradas por entre os espaços interfibrilares da camada híbrida. Os autores especularam que a agregação das nanopartículas, bem como a presença de componentes orgânicos e inorgânicos da camada híbrida pode ter inibido a penetração das partículas até a base da dentina desmineralizada.

O padrão de nanoinfiltração promovido por quatro sistemas adesivos (Single Bond, One Coat Bond, Prime & Bond NT/Non Rinse Conditioner (NRC), e PermaQuik) foi avaliado por LI *et al.* (2000). Espécimes em dentina foram restaurados com os sistemas adesivos supracitados e imersos em solução de nitrato de prata a 50% por 24 horas, e em seguida, em solução foto-reveladora por mais 8 horas. Distintos padrões de nanoinfiltração foram observados, dependendo do sistema adesivo avaliado. No entanto, a constante foi que tal depósito de prata localizava-se principalmente na base da camada híbrida. Os sistemas adesivos Single Bond e One Coat Bond



demonstraram maior incorporação de prata na base da camada híbrida, enquanto o sistema Prime & Bond NT/NRC apresentou tal distribuição por toda a camada híbrida. Os autores concluíram que os sistemas adesivos avaliados não apresentam um selamento perfeito da interface resina/dentina, o qual pode influenciar a durabilidade de tais uniões.

NAKAJIMA *et al.*, em 2000b, compararam a adesão dos sistemas adesivos One-Step, Single Bond e Clearfil Photo Bond sobre substratos dentinários secos ou úmidos. Terceiros molares humanos tiveram suas superfícies dentinárias expostas e restauradas de acordo com as normas dos fabricantes, sobre uma superfície dentinária úmida ou sobre a superfície seca por 5 s com jatos de ar comprimido. Os dentes foram avaliados quanto a resistência a microtração, bem como sob microscopia eletrônica de varredura. Os valores de adesão foram significativamente menores, para todos os sistemas adesivos, quando da união à dentina seca. Além disso, não foi possível verificar a presença de uma camada híbrida definida. Os maiores valores de adesão foram obtidos pelo sistema adesivo Single Bond, quando da aplicação em dentina úmida (49,9 MPa), não diferindo estatisticamente do adesivo One-Step. Os resultados suportam a hipótese de que a adesão formada somente através de *tags* resinosos (dentina seca) é catastróficamente menor do que a adesão promovida por um substrato dental devidamente hibridizado (dentina úmida).

A profundidade de desmineralização promovida por sistemas adesivos autocondicionantes com diferentes pHs, bem como a influência de diferentes espessuras de *smear layer* foram avaliados por TAY *et al.* em 2000. Discos de dentina advindos de molares humanos foram preparados, tendo a aplicação dos sistemas adesivos Clearfil Liner Bond 2, Clearfil Liner Bond 2V e SE Bond em discos distintos, para a verificação da profundidade de penetração através da *smear layer* em dentina normal. O sistema adesivo All-Bond 2 foi utilizado como controle, sem a aplicação prévia do ácido fosfórico. As *smear layers* de diferentes espessuras foram criadas através de polimento dentinário com lixas de carvão de silício com granulação 60, 180 e 600. O sistema All-Bond 2 não penetrou por entre a *smear layer*, sendo que os três sistemas autocondicionantes avaliados formaram camadas híbridas verdadeiras. O sistema adesivo Liner Bond 2 promoveu a camada híbrida mais espessa (1,4 μm), e os sistemas Liner Bond 2V e SE Bond produziram camadas híbridas mais finas (0,5 μm). A aplicação do adesivo SE Bond em diferentes espessuras

de *smear layer* produziu hibridização de diferentes espessuras, permanecendo em um padrão consistente para todos os grupos (0,5 μm). Através das observações microscópicas, pode-se concluir que os sistemas adesivos autocondicionantes produzem camadas híbridas finas, que incorporam a *smear layer*, independentemente da sua espessura.

TANUMIHARJA *et al.* (2000) avaliaram a resistência a microtração de sete sistemas adesivos (Solid Bond - SB, EBS-Multi - EBS, PermaQuik - PQ, One Coat Bond - OCB, Gluma One Bond - GOB, Prime & Bond NT/NRC - PB e Clearfil Liner Bond 2V - CLB), bem como seus respectivos padrões de fratura. Vinte e oito terceiros molares humanos tiveram suas superfícies dentinárias expostas e planificadas, tendo os sistemas adesivos aplicados de acordo com as recomendações do fabricante. Os espécimes foram preparados para o teste de microtração, apresentando os seguintes resultados (MPa): SB (17,8), EBS (18,7), PQ (30,8), OCB (21,9), GOB (23,4), PB (29,9) e CLB (36,0). Os sistemas adesivos CLB e PQ apresentaram os maiores valores de adesão, sendo estatisticamente diferentes dos demais.

A estabilidade *in vivo* da interface resina/dentina foi avaliada por HASHIMOTO *et al.* (2001a), através de análises morfológicas em microscopia eletrônica de varredura. Molares humanos foram preparados intra-oralmente, e restaurados com o sistema adesivo Scotchbond Multi Purpose, de acordo com as normas do fabricante. O grupo controle constituiu-se na restauração de molares extraídos, seguindo as mesmas etapas supracitadas. Após a extração dos dentes, estes foram seccionados em fatias de 1 mm de espessura e preparados para observação em microscopia eletrônica de varredura. Foi possível observar a digestão de fibrilas colágenas, bem como deterioração da resina adesiva presente na camada híbrida, fato o qual não foi observado nos espécimes do grupo controle. Os autores afirmaram que a eliminação ou a redução da zona de dentina desmineralizada na interface adesiva é necessária para a obtenção de uniões resina/dentina mais estáveis.

PEREIRA *et al.* (2001) buscaram avaliar possíveis correlações entre nanoinfiltração e resistência de união em sistemas adesivos convencionais e autocondicionantes. Molares humanos extraídos foram tratados com os sistemas adesivos Clearfil Liner Bond 2V ou Single Bond, de acordo

com as recomendações dos fabricantes. Os dentes foram seccionados em fatias de 0,7 mm de espessura, e tiveram sua área adesiva delimitada através de desgastes laterais. Metade dos espécimes foi armazenada em solução de nitrato de prata a 50% por 1 hora, e em solução foto-reveladora por 12 horas, e a outra metade imersa em água (servindo como controle) por 13 horas. Todos os espécimes foram avaliados quanto a microtração e a interface adesiva avaliada em um microscópio eletrônico de varredura de laser confocal. Os valores de microtração obtidos pelos dois sistemas adesivos foram estatisticamente similares, mas foi observado um aumento nos valores de resistência de união para os espécimes armazenados em solução de nitrato de prata. Foi detectada nanoinfiltração para ambos os sistemas adesivos, mas não foi possível estabelecer uma correlação entre resistência de união e nanoinfiltração.

Novamente avaliando a importância da composição dos sistemas adesivos, no que concerne ao tipo de solvente e à presença de carga, NUNES *et al.* (2001) avaliaram a resistência a microtração dos sistemas adesivos One Coat Bond (água - com carga), Single Bond (etanol - com e sem carga) e Prime & Bond NT (acetona - com e sem carga). Neste estudo, o gel de ácido fosfórico utilizado (Kerr Gel Etchant – 37,5%) foi o mesmo para os três sistemas adesivos, para evitar potenciais vantagens não causadas somente pelo agente adesivo. Cada sistema adesivo foi aplicado em três dentes, sendo estes preparados para a realização de testes de microtração. A área adesiva delimitada foi de aproximadamente 0,45 mm². Os sistemas adesivos, quando da adição de partículas de carga, não apresentaram maiores valores de adesão. No entanto, o adesivo à base de etanol Single Bond mostrou-se mais insensível ao grau de umidade da superfície dentinária.

Na tentativa de caracterizar a interface adesiva através de análises fractográficas, HASHIMOTO *et al.* (2001b) avaliaram os sistemas adesivos Mac Bond II, One-Step e Single Bond. Pré-molares humanos receberam a aplicação dos sistemas adesivos de acordo com as normas dos fabricantes, sendo restaurados com a resina composta Z100. Para o teste de microtração, espécimes com formato de palito foram preparados, com área adesiva de teste de 0,9 mm². Não houve diferença estatisticamente significativa entre os adesivos *total-etch* Single Bond e One-Step (62,1 e 53,8 MPa, respectivamente). No entanto, o adesivo autocondicionante Mac Bond apresentou valores estatisticamente inferiores aos demais adesivos (36,5 MPa). Os resultados mostraram que a

integridade da camada híbrida depende do sistema adesivo utilizado, sendo que nos adesivos que utilizam condicionamento ácido, uma zona de dentina desmineralizada com fibrilas colágenas não encapsuladas pela resina é visível. Em contrapartida, tal zona não foi observada para o sistema adesivo autocondicionante Mac Bond II.

TAY *et al.* (2002) questionou a ocorrência de nanoinfiltração em sistemas adesivos autocondicionantes, uma vez que estes, a princípio, não devem apresentar um déficit de penetração e condicionamento. Superfícies dentinárias foram tratadas com os seguintes sistemas adesivos: Imperva Fluoro Bond, UniFil Bond e ABF (sistemas de duas etapas), e o sistema AQ Bond (sistema ultrasimplificado). Como grupo controle, foram utilizados 4 resinas experimentais a base de poli-HEMA (100% HEMA, 90% HEMA – 10% água, 75% HEMA – 10% água polimerizados quimicamente e 100% HEMA polimerizado termo-mecanicamente). Fatias dentais obtidas após a restauração dos espécimes foram imersas em solução de nitrato de prata por 24 horas e preparadas para inspeção em microscopia eletrônica de transmissão. Nanoinfiltração foi observada para todos os espécimes. Depósitos granulares e reticulares foram encontrados por entre a fina camada híbrida criada pelos sistemas adesivos autocondicionantes de dois passos. Já para o sistema adesivo simplificado, excessivos depósitos de nitrato de prata foram encontrados por todo o complexo hibridizado. Crescente nanoinfiltração foi encontrada para espécimes de poli-HEMA que continham maior quantidade de água e que não estavam bem polimerizados. Baseado nos resultados obtidos, os autores concluíram que a incorporação de prata por estes adesivos pode não ser causada por déficits entre penetração e condicionamento, mas sim por áreas de alta permeabilidade, com domínios de água (escassa evaporação), que levam a formação de áreas de incompleta polimerização e de formação de hidrogéis.

A degradação da interface adesiva promovida pelo sistema adesivo convencional One Step após um ano de armazenamento foi avaliada por HASHIMOTO *et al.* (2002a). Os autores buscaram avaliar o padrão de degradação deste sistema adesivo para espécimes armazenados em forma de palitos ou em dentes inteiros (*i.e.*, com margens em esmalte). Os dentes foram avaliados quanto a microtração e ao tipo de fratura. Diferenças significativas foram obtidas para o controle (55,9 MPa), espécimes armazenados por uma no inteiros (68,9 MPa) ou em palitos (28,1 MPa). A

análise fractográfica revelou que a fase resinosa da camada híbrida foi gradualmente extraída da periferia, em direção à parte central dos palitos, fato o qual está diretamente relacionado com a queda nos valores de resistência de união após um ano de armazenagem.

Em 2002, ARRAIS & GIANNINI avaliaram comparativamente quatro sistemas adesivos quanto à penetração na dentina e suas respectivas camadas híbridas e profundidades de descalcificação. Os sistemas adesivos estudados foram: Scotchbond Multi-Purpose (SBMP), Single Bond (SB), Etch & Prime (EP) e Clearfil SE Bond (CSE). Oito espécimes foram preparados para cada sistema e posteriormente observados em MEV. Os sistemas adesivos que envolvem prévio condicionamento ácido da superfície dentinária, SBMP ($7,41 \pm 1,24$ mm) e SB ($5,55 \pm 0,82$ mm), exibiram os maiores valores de espessura de camada híbrida. A menor espessura de camada híbrida foi formada pelo adesivo CSE ($1,22 \pm 0,45$ mm). Os autores concluíram que os sistemas adesivos autocondicionantes não apresentaram a mesma capacidade de desmineralização da dentina apresentada pela aplicação de ácido fosfórico 32-35% por 15 segundos na superfície dentinária.

A hipótese de que a durabilidade da interface adesiva está diretamente relacionada a nanoinfiltração, quando da utilização de sistemas adesivos autocondicionantes, foi avaliada por OKUDA *et al.* (2002). Foram avaliados os sistemas adesivos Clearfil Liner Bond 2V e Fluoro Bond, aplicados de acordo com as recomendações do fabricante. Os dentes foram preparados para o teste de microtração, com área adesiva de 1 mm^2 , sendo estocados para posterior avaliação por 1 dia; 3, 6 e 9 meses. Metade dos espécimes foi avaliada quanto a microtração, sendo a outra metade avaliada quanto a nanoinfiltração. Para ambos os sistemas adesivos, a força de união gradualmente decresceu em função do tempo, apesar de não haver diferenças significantes para o adesivo Fluoro Bond entre os quatro intervalos de tempo avaliados. Já a nanoinfiltração aumentou gradativamente conforme o tempo, mostrando uma alta correlação com os valores de microtração, para o adesivo Clearfil Liner Bond 2V, quando da avaliação de 9 meses. A degradação hidrolítica da camada híbrida aumentou gradativamente por entre os canais nanométricos, resultando em menores valores de união em um espaço de tempo relativamente curto (9 meses)

TAY & PASHLEY, em 2003, discutiram o desenvolvimento dos sistemas adesivos, questionando principalmente o grau de hidrofilia destes materiais. Os fabricantes os reformularam para tornar-los mais compatíveis com a dentina, intrinsecamente úmida, adicionando HEMA e outros monômeros hidrófilos. Quando da simplificação destes sistemas adesivos, se tornaram ainda mais permeáveis e com maior capacidade de absorção de água. Assim se comportam também os sistemas adesivos autocondicionantes. Os autores alertam que tais propriedades podem contribuir significativamente para a degradação da união resina/dentina ao longo do tempo. Além disso, especularam que deve haver um maior equilíbrio entre hidrofilidade dos adesivos e estabilidade hidrolítica, já que estas propriedades são altamente antagônicas.

HASHIMOTO *et al.* (2003a) procuraram avaliar o comportamento micromorfológico das fibrilas colágenas expostas pelo condicionamento ácido, após até 500 dias de armazenamento em água. Para tanto, superfícies dentinárias de molares humanos foram condicionadas por 15 segundos com ácido fosfórico a 10 ou a 32%. Os espécimes foram então armazenados em água destilada a 37°C por 24 horas ou 500 dias. Após armazenagem, os espécimes foram observados em microscopia eletrônica de varredura e transmissão. Foi possível observar, após 500 dias de armazenamento, alterações micromorfológicas significativas, como desarranjo das fibrilas colágenas, aumento dos espaços interfibrilares e redução no diâmetro das fibrilas colágenas. Concluiu-se que quando da aplicação de um sistema adesivo, se há a formação de uma zona de colágeno desmineralizada e não encapsulada pelos monômeros, tal fase se comporta como uma via de degradação que conseqüentemente comprometerá, em longo prazo, a qualidade da união resina/dentina.

Ainda em 2003, HASHIMOTO *et al.* (2003b) avaliaram o padrão de degradação de um sistema adesivo convencional (One Bond) e um autocondicionante (One Up Bond F). Os espécimes do sistema adesivo convencional foram restaurados variando-se o grau de umidade dentinária (seca ou úmida). Após a restauração, os dentes foram seccionados em palitos e armazenados em água destilada por 24 horas, 6 e 12 meses. Foi realizado teste de microtração, e as fraturas foram avaliadas em microscopia eletrônica de varredura. Uma redução da resistência de união entre 22 e 48% foi observada para os espécimes armazenados por 12 meses. Observou-se

uma dissolução da fase resinosa da camada híbrida tanto para os sistemas adesivos autocondicionantes quanto para o convencional (utilizando a técnica úmida). Alterações micromorfológicas foram encontradas para os sistemas adesivos convencionais (utilizando-se a técnica seca) em função também da hidrólise das fibrilas colágenas. Tais alterações mostraram-se diretamente relacionadas com o decréscimo com os valores de resistência de união.

Embasando-se no fato de que a sorção de água pela interface dentinária pode vir a levar à degradação hidrolítica, TAY *et al.* (2003) avaliaram a nanoinfiltração de um sistema adesivo experimental, buscando traçar, assim, os canais de água gerados pela deterioração da interface. Fatias dentais restauradas foram armazenadas por 24 horas, 1, 3, 6 e 12 meses; imersas em saliva artificial ou em óleo mineral. Após cada tempo de armazenagem, as fatias foram imersas em solução de nitrato de prata amoniacal a 50% e examinadas em microscopia eletrônica de transmissão. Depósitos reticulares foram identificados na base da camada híbrida e adesiva. Tais depósitos foram reduzindo-se ao longo do tempo, dando lugar a depósitos presentes em toda a camada híbrida. A incorporação de partículas de prata aumentou conforme o tempo, resultando em um padrão de *water-trees*, que podem ser áreas com potencialidade para a degradação hidrolítica da interface resina-dentina.

ARMSTRONG *et al.* (2003) avaliaram a durabilidade da interface resina/dentina após 15 meses de armazenamento. Molares humanos foram polidos com lixas de SiC de granulação 600 e restaurados com os seguintes sistemas adesivos: Scotchbond Multi Purpose, Single Bond, Clerafil SE Bond e Prompt L-Pop. Os dentes foram seccionados em palitos e armazenados em água contendo 0,5% de cloramina T, sendo testados após 1, 6 e 15 meses de armazenamento. O padrão de fratura foi determinado em microscopia eletrônica de varredura. Após 1 e 6 meses de armazenamento, menores valores de união foram observados para o sistema adesivo Single Bond, comparado aos outros avaliados. No entanto, após 15 meses de imersão, todos os sistemas adesivos apresentaram desempenho similar. O sistema adesivo Prompt L-Pop não foi avaliado, devido a perdas no preparo dos espécimes. O padrão de fratura foi dependente do sistema adesivo utilizado, e ao longo do tempo, somente o sistema adesivo Single Bond apresentou alto envolvimento da sua interface adesiva pela degradação. Os autores concluíram que após longos

períodos de armazenamento, todos os sistemas adesivos possuem um mecanismo similar de degradação.

A influência da efetividade da hibridização e do meio de difusão nos componentes da interface adesiva foi avaliada por DE MUNCK *et al.* (2004). Para tanto, foram utilizados sistemas adesivos convencionais, sendo dois de frasco único, e dois de múltiplos frascos. Os espécimes foram restaurados, e em seguida armazenados inteiros ou sob a forma de palitos, em água destilada, por 4 anos. Baseado nos resultados obtidos foi possível observar que a exposição indireta à água (*i.e.*, espécimes inteiros) não reduziu os valores de união para nenhum sistema adesivo. No entanto, para os espécimes armazenados em palitos, uma significativa redução da resistência de união foi observada para os sistemas adesivos de frasco único. Os autores concluíram que as interfaces formadas por estes sistemas adesivos são muito mais susceptíveis à degradação hidrolítica, provavelmente porque apresentam propriedades muito mais hidrófilas que os sistemas adesivos de três etapas.

O efeito da aplicação de capas adesiva consecutivas na resistência de união e nanoinfiltração foram estudados por HASHIMOTO *et al.* (2004). Foram preparados espécimes em dentina humana, aplicando-se o sistema adesivo convencional One Step, desde 1 até 4 camadas consecutivas, e os sistemas adesivos autocondicionantes iBond e Fluoro Bond. Corpos-de-prova em forma de palitos foram preparados, e imersos em água ou solução de nitrato de prata por 24 horas, para logo serem analisados quanto a microtração. As superfícies fraturadas foram analisadas em microscopia eletrônica de varredura e transmissão. Não foi possível observar diferenças na resistência de união entre os espécimes armazenados em água ou nitrato de prata. Distintos tipos de nanoinfiltração (reticular, puntual e em *water-trees*) foram detectados, e para o adesivo convencional, maiores forças de união foram obtidas quando da aplicação de um maior número de capas. No entanto, quanto maior a espessura da camada adesiva (*i.e.*, número de capas), maior a nanoinfiltração. Baseado nos resultados obtidos, concluiu-se que não é possível estabelecer uma correlação entre microtração e nanoinfiltração.

TAY *et al.* (2004) compararam o padrão o padrão de nanoinfiltração de um sistema adesivo com diferentes porcentagens de carga em sua composição. Secções dentais de 1 mm de espessura foram imersos em solução amoniacal de nitrato de prata com um pH de 9,5 por 24 horas e em solução foto-reveladora por 8 horas. Em seguida, os corpos-de-prova foram preparados para observação em microscopia eletrônica de transmissão. Espécimes adicionais foram avaliados quanto à resistência de união através do teste de microtração. Observaram-se dois padrões de nanoinfiltração; um reticular, com característica de ilhas descontínuas presentes na camada híbrida, e um padrão puntual consistindo em grânulos evidentes por toda a camada híbrida e adesiva. Tal nanoinfiltração mostrou-se evidente mesmo quando os túbulos dentinários estavam selados pelos monômeros resinosos, sendo que poderia ser causado pela incompleta infiltração resinosa, ou também pela permeabilidade da camada híbrida criada por estes sistemas adesivos altamente hidrófilos. Os autores observaram que a neutralização destes monômeros pelas partículas de carga podem vir a reduzir a hidrofiliidade do adesivo, e que tal efeito deveria ser estudado em longo prazo.

O efeito da armazenagem em água por 6 anos na adaptação marginal e a força de união foi avaliada por FRANKENBERGER *et al.*, em 2004. Trezentos e sessenta cavidades foram preparadas na porção central de discos dentinários, e restaurados com os seguintes sistemas adesivos: autocondicionantes (Syntac Classic, A.R.T. Bond; avaliados com e sem o condicionamento ácido da superfície), convencional de três passos (Scotchbond Multi Purpose Plus, EBS) e convencionais de dois passos (Prime & Bond 2.0 e Syntac Single-Component). Após 1, 90 e 2190 dias de armazenamento e 24 horas de termociclagem (1150 ciclos), foi realizado o teste de *push-out*. Foram feitas também réplicas das margens da cavidade, que foram analisadas em microscopia eletrônica de varredura em aumento de 200x. Observou-se que para todos os sistemas adesivos avaliados, a força de união permaneceu estável quando da análise de 90 dias, no entanto, após 6 meses de armazenamento, os valores caíram significativamente. A análise das margens das restaurações revelou uma perda do selamento marginal, o qual se estabilizou após 2 anos, para os sistemas adesivos de três passos. Baseado nos achados, os sistemas adesivos mais antigos, de três passos, oferecerem melhores resultados quanto à força de adesão e adaptação marginal, quando comparados com os sistemas adesivos convencionais simplificados.

WANG & SPENCER, em 2005, avaliaram a camada híbrida promovida por 6 sistemas adesivos de frasco único através da técnica histológica do tricrômico de Goldner. Molares humanos tiveram a superfície dentinária exposta e planificada, sendo tratada com os sistemas adesivos (Dentastic UNO.DUO, PermaQuick PQ1, One-Step, Prime & Bond NT, Optibond Solo e Single Bond), aplicados de acordo com as normas dos fabricantes. Os espécimes, após 24 h de armazenagem, foram seccionados em fatias ultrafinas de 3 a 5 μm e corados de acordo com a técnica de Goldner, para serem analisados em aumento de 250 vezes. Os autores detectaram diferenças de cor e espessura para os distintos sistemas adesivos, e tal diferença estaria relacionada com o grau de envelopamento das fibrilas colágenas. Tal capacidade foi relacionada com o grau de hidrofilidade dos sistemas adesivos. A partir dos resultados obtidos, os autores concluíram que este método apresenta uma boa capacidade de avaliação das interfaces adesivas.

Os efeitos do armazenamento nas propriedades mecânicas de cada componente da interface resina-dentina foram avaliados por CARRILHO *et al.* (2005). Para tanto, espécimes de resina composta (Z-250) e de sistemas adesivos (Single Bond, One-Step e Clearfil Liner Bond 2V) foram preparadas a partir de moldas. Discos dentinários foram obtidos através de molares humanos extraídos, sendo que uma parte foi desmineralizada por 6 dias em solução de EDTA (0,5 mol/L, pH 7). Os espécimes em dentina e em resina foram transformados em espécimes com formato de ampulheta (*hourglass*) ou palitos, utilizados para a determinação da tensão e do módulo de elasticidade, respectivamente. O grupo controle foi avaliado em teste de microtração após 24 horas de imersão em água destilada. Já os outros grupos foram armazenados em água destilada ou óleo mineral após 12 meses de imersão. Tanto a tensão quanto o módulo de elasticidade dos espécimes a base de resina apresentaram redução significativa após 12 meses de imersão em água, menos para o sistema adesivo Single Bond. Já para dentina mineralizada, não houve diferenças, independentemente do meio de armazenagem. Em dentina desmineralizada, alterações significativas foram determinadas após armazenagem em óleo por 1 ano. Tomando-se por base os resultados obtidos, os autores concluíram que o tempo e o meio de armazenagem influenciam as propriedades mecânicas dos componentes da interface adesiva, fato o qual, em longo prazo, pode comprometer a durabilidade de tais uniões.

CARVALHO *et al.* (2005) buscaram prover evidências morfológicas de que sistemas adesivos autocondicionantes também apresentam discrepâncias entre a profundidade de desmineralização e de infiltração resinosa. Para tanto, foram avaliados os sistemas adesivos autocondicionantes Xeno III, Adper Prompt L-Pop, iBond, Brush & Bond, Clearfil SE Bond, Clearfil Protect Bond, AdheSE, Tyrian Self Etch Primer + One Step Plus, Optibond Solo Plus Self-Etch e um adesivo experimental. Fatias de 1 mm de espessura restauradas com os sistemas adesivos autocondicionantes supracitados foram imersos em solução de nitrato de prata amoniacal a 50% e processadas para análise em microscopia eletrônica de transmissão. Foi identificada uma zona de dentina parcialmente condicionada, mas não infiltrada para as versões de sistemas adesivos que possuem um pH mais alto (ou seja, mais brando). Tal zona caracterizou-se por depósitos de prata ao longo dos espaços intrafibrilares, mesmo entre as fibrilas colágenas mineralizadas. Tais zonas foram especialmente detectadas para os sistemas adesivos de frasco único. A penetração incompleta observada para alguns sistemas adesivos pode ser causada por uma perda da capacidade de condicionamento dos monômeros ácidos, principalmente na base da camada híbrida, bem como a presença de monômeros hidrófilos não polimerizados, que vêm a criar áreas com potencialidade de degradação pária a interface destes sistemas adesivos.

PROPOSIÇÃO

O presente estudo teve como objetivos avaliar o comportamento ao longo do tempo da interface resina/dentina promovida por dois sistemas adesivos autocondicionantes e um sistema adesivo convencional de frasco único, aplicados à dentina humana normal ou afetada por cárie, quanto à:

- Resistência à tração e microdureza dentinária, através de ensaios de microtração e de microdureza Knoop, respectivamente;
- Micromorfologia da interface adesiva, avaliadas descritivamente através de microscopia eletrônica de varredura (Nanoinfiltração) e microscopia óptica (método de tricrômico de Masson).

A hipótese nula deste trabalho foi de que não há diferenças na resistência de união, bem como nas características da interface adesiva promovida por sistemas adesivos autocondicionantes ou convencionais, quando aplicados em dentina normal ou afetada por cárie, após 24 horas ou 6 meses de armazenamento em água.

MATERIAIS E MÉTODOS

PARTE 1. TESTE DE MICROTRAÇÃO E AVALIAÇÃO DA MICRODUREZA DENTINÁRIA.

1.1. Delineamento experimental

Os fatores em estudo deste trabalho *in vitro* foram superfície dentinária em dois níveis (afetada por cárie e normal), sistema adesivo em três níveis (Single Bond, Clearfil Protect Bond e Adhe SE) e tempo de armazenamento, em dois níveis (24 horas e 6 meses). Considerando os distintos tipos de dentina, sistema adesivo e tempo de armazenagem, as unidades experimentais foram constituídas por 90 molares humanos cariados, que após preparo e seccionamento, totalizaram doze grupos experimentais com média de 25 repetições (espécimes em forma de ampulheta) por grupo, fornecendo 298 análises. Este estudo caracterizou-se como um experimento de blocos ao acaso para o fator tempo de armazenamento (VIEIRA & HOFFMANN, 1989). A variável de resposta, resistência de união, em MPa (Mega Pascal) foi avaliada quantitativamente, através de ensaios de microtração. A análise estatística foi realizada através do teste ANOVA três fatores em esquema fatorial 3 x 2 x 2 (sistema adesivo x substrato dentinário x tempo), Student Newman Keuls e teste t de Student. A co-variável dureza foi obtida através da utilização de um microdurômetro e penetrador Knoop. A variável de resposta do estudo foi convertida em valores Knoop, sendo a análise estatística do tipo quantitativa contínua realizada por teste t de Student num esquema fatorial único (dentina), em dois níveis (dentina afetada por cárie e dentina normal). O fluxograma que esquematiza o delineamento experimental proposto para este estudo está exposto na FIG. 1.

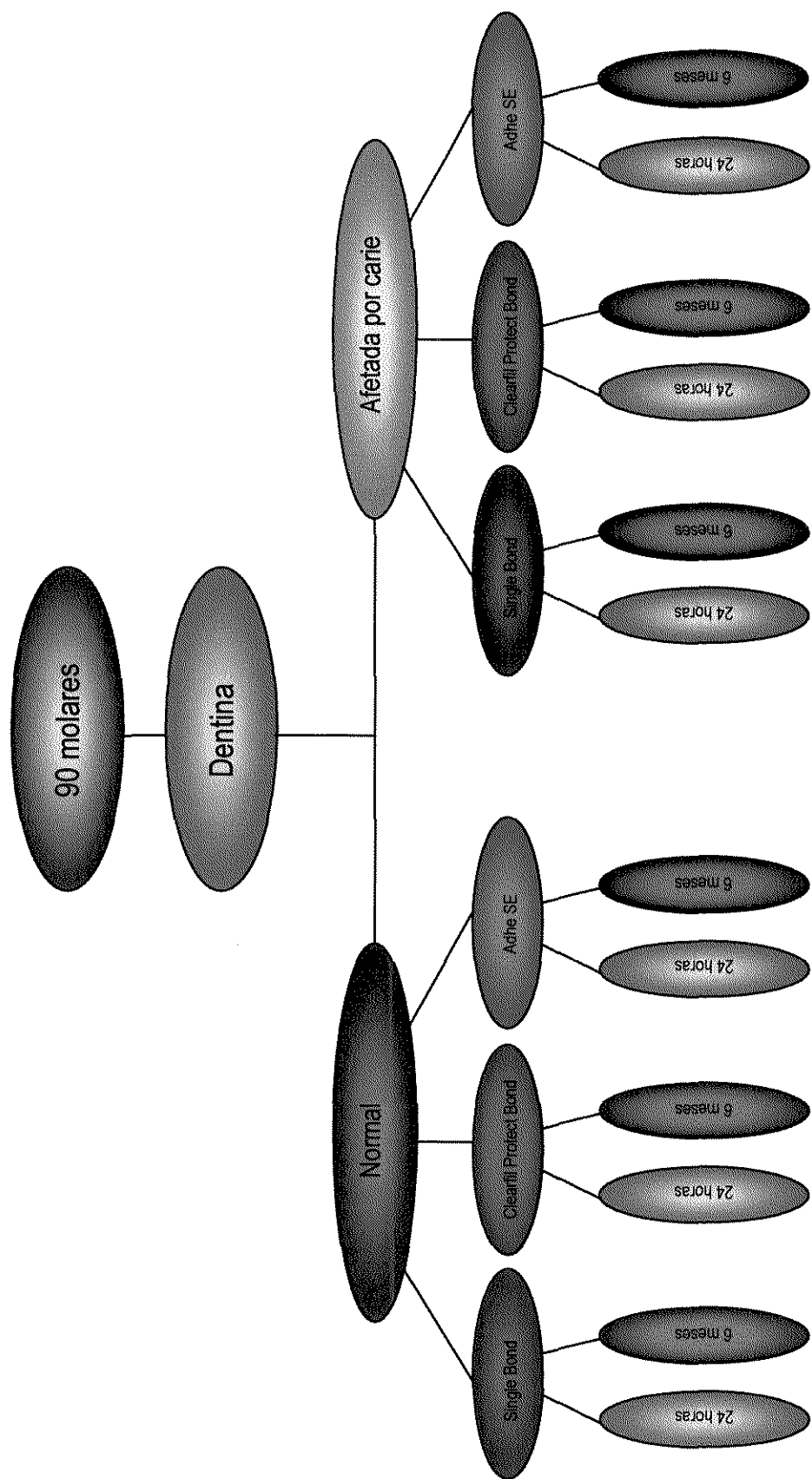


Figura 1. Esquema do delineamento experimental utilizado.

1.2. Coleta, armazenamento, seleção e preparo inicial dos dentes.

A amostra foi constituída por noventa molares humanos recém-extraídos não restaurados e contendo lesão de cárie (FIG. 2), obtidos em consultórios odontológicos privados, de acordo com a Resolução 196/96, do Conselho Nacional de Saúde/MS, de 10/10/96, aprovada pelo Comitê de Ética em Pesquisa da FOP-UNICAMP (ANEXO 1). Os dentes foram armazenados por um período não superior a um mês, em suspensão de timol a 0,1% (em peso) para desinfecção, a uma temperatura de 4 °C, até o momento de sua utilização.

Os dentes foram limpos manualmente com curetas periodontais (FIG. 3) a fim de se remover debris orgânicos e inorgânicos, sendo em seguida polidos em baixa rotação¹ com escova Robson (FIG. 4), embebida em mistura de pedra pomes² e água.

1.3. Preparo da superfície dentinária e remoção de tecido cariado

O esmalte oclusal foi removido, através de corte perpendicular ao longo eixo dental, com um disco diamantado dupla face, na altura da junção amelo-dentinária (FIG. 5). Após a exposição da superfície dentinária, a face oclusal de cada dente foi polida através da utilização de lixas de carbetto de silício³ acopladas em politriz mecânica⁴, sob constante irrigação à água (FIG. 6). Foram utilizadas lixas de granulação decrescente, partindo da granulação 150, passando pelas granulações 320, 400 e 600.

Após este procedimento, todas as superfícies dentinárias foram inspecionadas em microscópio óptico⁵ com 20 vezes de aumento, a fim de se encontrar possíveis áreas de esmalte remanescente. Os dentes que possuíam superfícies em esmalte voltaram a ser desgastados em politriz mecânica, com a lixa de granulação 600.

¹ Kavo do Brasil S.A. Ind. e Com., Joinville, SC, Brasil.

² SS White, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.

³ Carborundum, Saint-Gobain Abrasivos LTDA, Guarulhos, SP, Brasil.

⁴ EXAKT – Apparatebau D-2000 Norderstedt, Alemanha.

Cada dente teve seu tecido cariado (fase de dentina infectada por cárie) totalmente removido com o auxílio de colheres de dentina, próprias para remoção de tecido cariado⁵. Para se obter dentina afetada e normal (FIG. 7), utilizou-se o critério tátil de curetagem associado com a aplicação de um detector de tecido cariado⁷ (OGUSHI & FUSAYAMA, 1975; SATO & FUSAYAMA, 1976; FUSAYAMA, 1979) (FIG. 8). Depois da total remoção do tecido amolecido da superfície, uma gota do detector de cáries era aplicado (FIG. 9), deixando-se agir sobre a superfície por 10 segundos, a qual foi em seguida lavada abundantemente com jato de ar/água (FIG. 10).

Este processo foi repetido sucessivas vezes (FIG. 11), até que se obtivesse áreas de dentina afetada por cárie que apresentassem uma coloração rosa claro, além de se mostrar resistente à ação de corte das curetas. Tal procedimento foi anteriormente descrito por NAKAJIMA *et al.* (1995). As superfícies foram então abrasionadas com lixas de carbeto de silício de granulação 600, sob refrigeração com água para a replanificação das mesmas e padronização da *smear layer* (FIG. 12).

⁵ Olympus SZ-PT, U-PMTVC, Olympus, Japão.

⁶ Dentsply-Maillefer, Ballaigues, Suíça.

⁷ Caries Detector, Kuraray Co., Osaka, Japão.



Figura 2. Molares humanos selecionados.

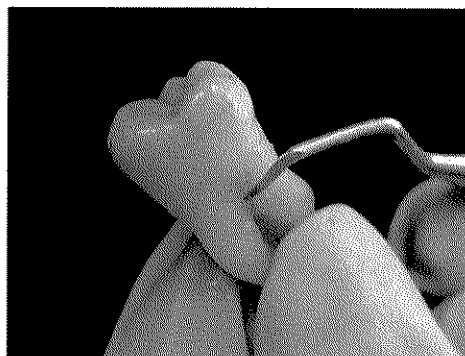


Figura 3. Remoção de debris com curetas periodontais.

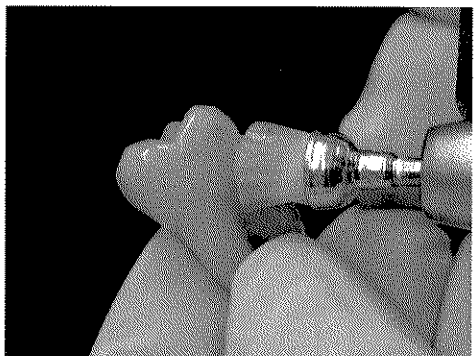


Figura 4. Polimento com pasta de pedra pomes.



Figura 5. Remoção do esmalte oclusal.



Figura 6. Planificação da superfície dentinária.

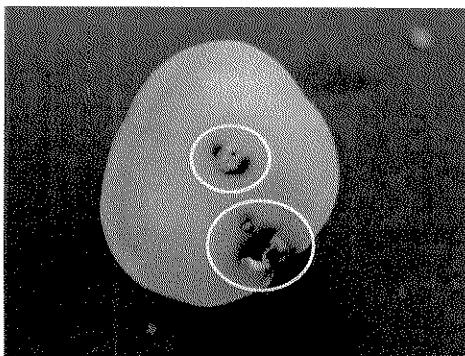


Figura 7. Superfície dentinária contendo áreas híidas e alteradas.

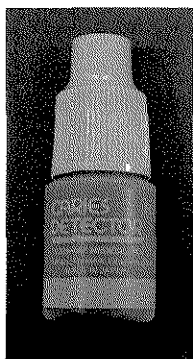


Figura 8. Detector de cáries.

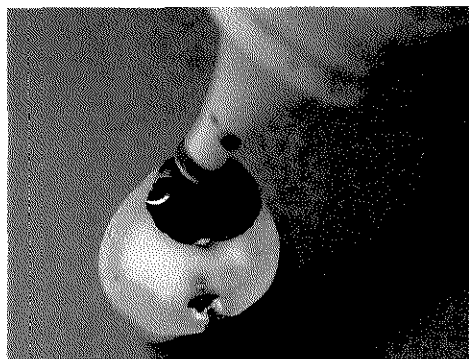


Figura 9. Aplicação do detector de cáries.

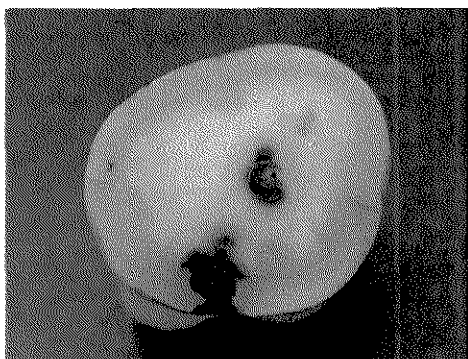


Figura 10. Superfície após lavagem do detector.

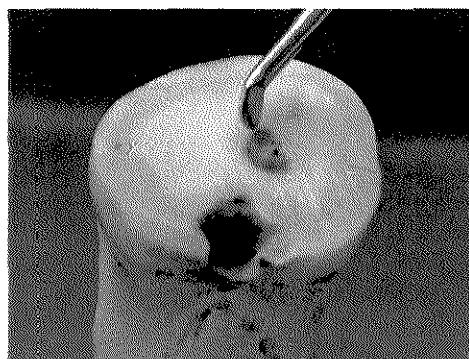


Figura 11. Remoção do tecido cariado com curetas dentinárias.



Figura 12. Padronização da superfície dentinária.

1.4. Procedimentos adesivos

Os blocos dentais foram então aleatoriamente formados, baseando-se nos três sistemas adesivos a serem aplicados. A aleatorização por sorteio para os procedimentos adesivos encontra-se exposto no ANEXO 2.

Foram utilizados os seguintes sistemas adesivos: 1) Adper Scotchbond 1⁸ (denominado Single Bond no Continente Americano) – sistema adesivo de frasco único baseado em condicionamento ácido (FIG. 13); 2) Clearfil Protect Bond⁹ – sistema adesivo autocondicionante de dois frascos (FIG. 14); 3) Adhe SE¹⁰ – sistema adesivo autocondicionante de dois frascos (FIG. 15). A composição dos materiais restauradores empregados neste estudo está descrita no ANEXO 3. Todos os adesivos foram aplicados de acordo com as normas preconizadas pelos respectivos fabricantes. O protocolo de aplicação de cada sistema adesivo está descrito na TABELA 1.

Após a execução dos procedimentos adesivos, de acordo com cada grupo experimental, um bloco de resina composta (FIG. 16) fotopolimerizável Tetric Ceram¹¹ (FIG. 17) com 4 mm de altura, foi incrementalmente confeccionado sobre as superfícies dentinárias tratadas (FIG. 18). A resina composta foi inserida em dois incrementos, cada um de 2,0 mm de altura, sendo cada incremento fotoativado com unidade de luz halógena¹² por 40 segundos. A intensidade de luz foi periodicamente monitorada através de um radiômetro¹³, encontrando-se entre 450 e 500 mW/cm².

⁸ 3M ESPE Dental Products Division, St. Paul, MN, Estados Unidos.

⁹ Kuraray Co., Osaka, Japão.

¹⁰ Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein.

¹¹ Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein.

¹² Optilux 401, Demetron Research Corporation, Danbury, CT, Estados Unidos.

¹³ Radiometer, Demetron Research Corporation, Danbury, CT, Estados Unidos.

TABELA 1. Protocolo de aplicação dos sistemas adesivos empregados neste estudo.

Sistema Adesivo	Protocolo de Aplicação
Adper Scotchbond 1	A superfície dental foi condicionada por 15 segundos com gel de ácido fosfórico ¹⁴ 35%, lavada com água corrente por 15 segundos e levemente secada com jato de ar por 2 segundos. Duas camadas consecutivas do adesivo foram aplicadas, levemente espalhadas com jato de ar por dois segundos, e em seguida, o adesivo foi fotoativado por 10 segundos.
Clearfil Protect Bond	O <i>Primer</i> foi aplicado sobre a superfície dentinária, previamente seca com jato de ar, por 20 segundos. O excesso de solvente foi removido com um jato de ar. O adesivo (<i>Bond</i>) foi aplicado, levemente secado e fotoativado por 20 segundos.
Adhe SE	O <i>Primer</i> foi "friccionado" sobre a superfície dentinária, previamente seca com jato de ar, por 20 segundos. Em seguida, um jato de ar foi aplicado, a fim de remover os possíveis excessos e permitir a evaporação do solvente. O adesivo (<i>Bond</i>) foi aplicado, levemente secado e fotoativado por 20 segundos.

¹⁴ 3M Dental Products Division, St. Paul, MN, Estados Unidos.

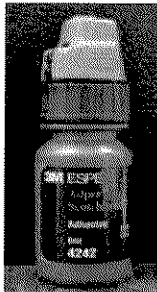


Figura 13. Adper Scotchbond 1.



Figura 14. Clearfil Protect Bond.



Figura 15. Adhe SE.

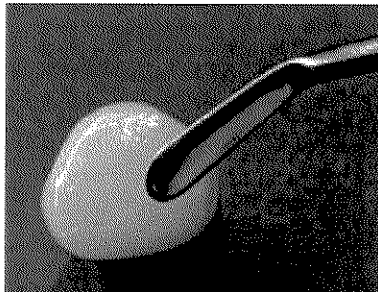


Figura 16. Construção da coroa de resina composta.

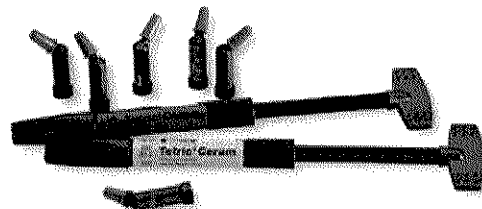


Figura 17. Resina composta Tetric Ceram.

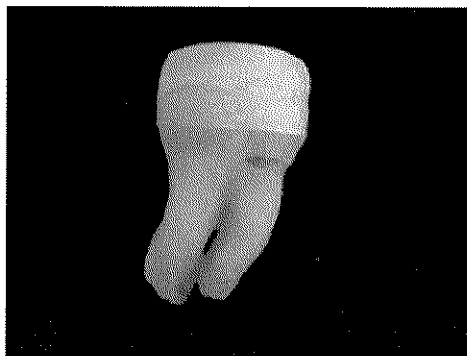


Figura 18. Espécime dental restaurado.

Terminada a etapa restauradora, os espécimes foram então armazenados em água destilada/deionizada em estufa a 37 °C, por 24 horas, para serem preparados para o teste de microtração.

1.5. Preparo e obtenção dos espécimes para o teste de microtração

Após o armazenamento, os dentes tiveram suas porções radiculares removidas com o auxílio de discos diamantados dupla face em baixa rotação, para possibilitar acesso à região da câmara pulpar. A câmara pulpar foi curetada e “esvaziada”, tendo todo o tecido mole removido através de desgastes com pontas diamantadas¹⁵ montadas em alta rotação¹⁶. A cavidade foi então condicionada por 15 segundos com gel de ácido fosfórico¹⁷ 37%, lavada com água corrente por 15 segundos e levemente secada com jato de ar por 2 segundos. Duas camadas consecutivas do sistema adesivo Adper Scotchbond 1 foram aplicadas, levemente espalhadas com jato de ar por dois segundos, e em seguida, o adesivo foi fotopolimerizado por 10 segundos. Em seguida, a cavidade foi preenchida com um compósito “flow”¹⁸ de maneira incremental, sendo que cada incremento foi fotoativado por 40 segundos (FIG. 19).

Os espécimes foram individualmente fixados em uma base acrílica com cera pegajosa¹⁹ para serem adaptadas à cortadeira metalográfica de precisão²⁰. Secções seriadas com espessuras de 1,0 mm paralelas ao longo eixo do conjunto dente-restauração foram realizadas através de um disco diamantado de alta concentração²¹, girando em baixa velocidade sob irrigação constante com água destilada (FIG. 20). Estes cortes foram realizados tomando o cuidado para não separar totalmente as fatias da base acrílica fixada com cera. Ao final deste procedimento, a base dos

¹⁵ KG Sorensen Ind. e Com. LTDA, Barueri, SP, Brasil.

¹⁶ Kavo do Brasil S.A. Ind. e Com., Joinville, SC, Brasil.

¹⁷ 3M Dental Products Division, St. Paul, MN, Estados Unidos.

¹⁸ Tetric Flow, Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein.

¹⁹ KOTA Ind. E Com. LTDA, São Paulo, SP, Brasil.

¹⁸ Isomet 4000, Buehler, Lake Bluff, IL, Estados Unidos.

¹⁹ Extec Corp., Enfield, CT, Estados Unidos.

espécimes foi seccionada perpendicularmente ao seu longo eixo com disco diamantado dupla face, para posterior obtenção de vários espécimes em forma de fatias (FIG. 21). Nesta etapa, os espécimes que apresentavam altura dentinária menor que 1,5 mm foram excluídos do experimento.

Para obtenção dos espécimes com o formato de ampulheta, cada fatia foi apreendida pela porção dentinária com uma pinça hemostática, e com o auxílio de uma ponta diamantada cilíndrica extrafina²² #1093 FF montada em alta rotação²³ sob refrigeração constante, foram realizados desgastes proporcionais na altura da interface adesiva (FIG. 22), ora selecionando áreas de dentina normal e ora selecionando áreas de dentina afetada por cárie, procurando-se sempre obter corpos-de-prova com uma área adesiva de aproximadamente 1,0 mm².

A área da secção transversal da interface dente-restauração foi constantemente monitorada com o auxílio de um paquímetro digital²⁴. Os espécimes que foram avaliados quanto à resistência de união imediata (24 horas) ou 6 meses após os procedimentos restauradores, permaneceram imersos em *eppendorfs* contendo água destilada, em estufa à 37 °C, sendo que para os dentes que permaneceram armazenados por 6 meses, esta solução foi trocada semanalmente.

²² KG Sorensen Ind. e Com. LTDA, Barueri, SP, Brasil.

²³ Kavo do Brasil S.A. Ind. e Com., Joinville, SC, Brasil.

²⁴ Sylvae Ultra-Call, LI, Estados Unidos.

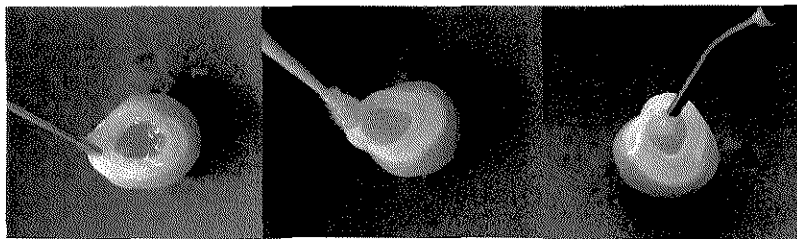


Figura 19. Preenchimento da câmara pulpar com resina composta “flow”.

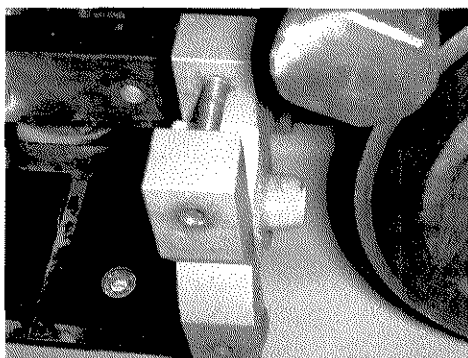


Figura 20. Seccionamentos seriados para a obtenção de fatias.

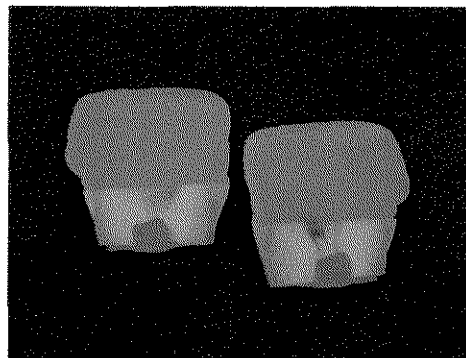


Figura 21. Espécimes em forma de fatias (notar áreas de dentina normal e afetada por cárie).

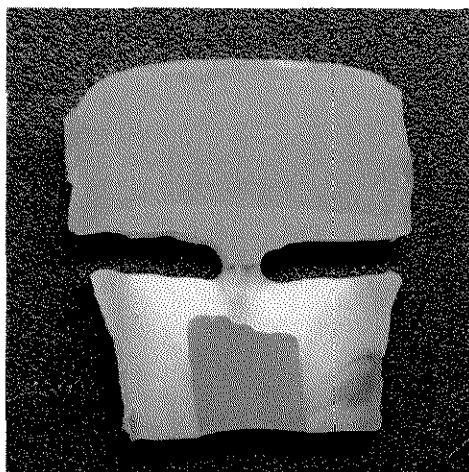


Figura 22. Espécime em formato de amulheta com área adesiva delimitada em dentina afetada por cárie.

1.6. Ensaios de microtração: detalhes de execução

Após o tempo de armazenamento estabelecido, os espécimes selecionados (20-25 repetições por grupo) foram individualmente afixados ao dispositivo de microtração Bencor Multi T-Test²⁵ (FIG. 23), em máquina de ensaio universal²⁶, com um adesivo à base de cianocrilato²⁷ pelas suas extremidades, de modo a posicionar a área de adesão perpendicularmente ao longo eixo da força de tração. Para acelerar o endurecimento do adesivo ao aparato com o corpo-de-prova, foi aplicado um leve spray de acelerador²⁸. Os testes foram realizados com velocidade constante de 0,5 mm/min. Durante todo o teste, o evento foi monitorado por um programa de computador que apresenta em sua tela um gráfico representativo do carregamento em função do deslocamento. Os valores máximos da resistência de união, em quilograma-força (kgf), foram registrados no momento da fratura, logo após a interrupção dos movimentos da máquina de ensaio.

Após o teste, as duas porções fraturadas foram removidas do aparato, e a área dentinária da fratura foi medida com o auxílio de um paquímetro digital²⁹. Os dados foram então coletados para posteriores cálculos da resistência de união, sendo que o valor da área foi transformado de mm² em cm², para que os valores finais de resistência adesiva fossem expressos em MPa. As superfícies transversais dentinárias dos espécimes testados em microtração foram analisadas quanto ao padrão de fratura da interface adesiva, sob um microscópio ótico³⁰, a um aumento de 40 X. As fraturas foram classificadas em quatro tipos: falha adesiva entre o adesivo e a dentina; falha coesiva do adesivo; falha coesiva parcial na dentina e falha coesiva parcial no compósito.

Além disso, espécimes que possuíam um padrão de fratura característico ao grupo experimental ao qual faziam parte foram selecionados para visualização em microscopia eletrônica de varredura. Cada espécime foi individualmente armazenado em eppendorfs contendo solução de

²⁵ Danville Engineering Co., Danville, CA, Estados Unidos.

²⁶ Instron 4411, Instron Corporation, Canton, MA, Estados Unidos.

²⁷ Zapit, Dental Ventures of America Inc., Corona, CA, Estados Unidos.

²⁸ Loctite 7455 Ativador (cat no. 21990), Loctite Espana S.L., Navacarnero, Madri, Espanha.

²⁹ Sylvae Ultra-Call, LI, Estados Unidos.

³⁰ Olympus SZ-CTV, Olympus, Tóquio, Japão.

10% de formol tamponado por no mínimo 8 horas, e em seguida desidratados em estufa a 37 °C por mais 8 horas. Subsequentemente, os espécimes foram posicionados verticalmente, com a face fraturada voltada para a parte superior, para que recebessem o recobrimento com ouro em um metalizador³¹. Os espécimes foram avaliados em microscópio eletrônico de varredura³² e as fotomicrografias foram feitas de todas as superfícies fraturadas em magnitudes variando entre 200 X e 300 X, e logo também com maior magnitude (entre 1000 X e 2000 X) em áreas de interesse, que apresentassem características expressivas.

1.7. Teste de microdureza Knoop

Após o ensaio de microtração, realizaram-se os testes de microdureza das porções dentinárias dos espécimes fraturados. Para tanto, os fragmentos dentinários foram dispostos horizontalmente sobre a parte interna de recipientes plásticos com diâmetro de 5 centímetros, para que fossem então preenchidos com resina de poliéster autopolimerizável³³. Após aguardar a completa polimerização da resina, os corpos-de-prova foram desencluídos (FIG. 24), e receberam acabamento em politriz mecânica, sob refrigeração a água, com lixas de SiC de granulação 800, 1200, 2400 e 4000, para que as superfícies dentais estivessem planas e padronizadas. O teste de dureza foi realizado em um microdurômetro³⁴ com uma ponta Knoop (FIG. 25). Três mensurações foram realizadas em cada espécime, aproximadamente 50 micrômetros abaixo da interface de união adesiva, utilizando-se uma carga de 10 gramas durante 10 segundos. O valor individual de cada espécime foi dado pela média das 3 mensurações, a qual foi utilizada para o cálculo do valor de dureza Knoop, através da seguinte fórmula:

$$KNH = \frac{14,23 \times 10^3 \times F^2}{D^2}$$

F= carga utilizada (gramas)

D= comprimento da diagonal maior (µm)

³¹ SEM Coating Unit E5000, Polaron Equipment Limited, Watford Hertfordshire, Inglaterra.

³² LEO 1430 VP, Zeiss, Alemanha.

³³ Resina Implex, Siena, Itália.

³⁴ V – testor 4021, Instron Wolpert GmbH, Ludwigshafen, Alemanha.

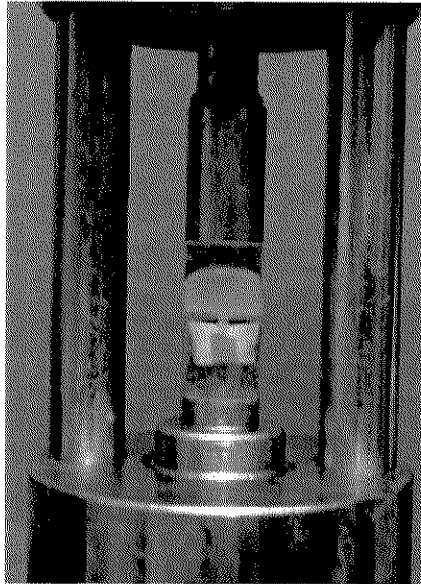


Figura 23. Posicionamento do espécime no dispositivo de microtração.

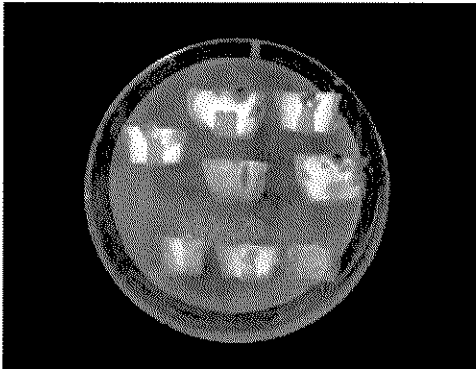


Figura 24. Fragmentos dentinários incluídos para avaliação da microdureza.

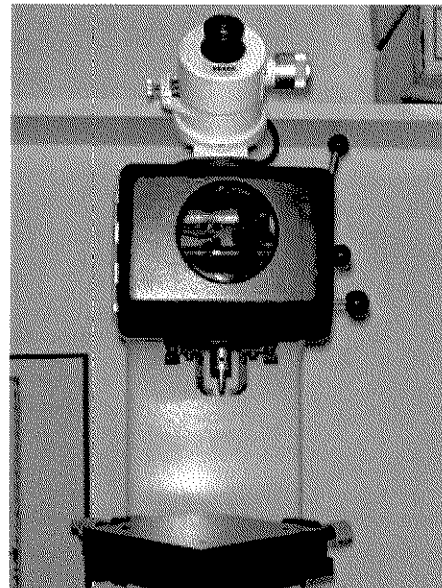


Figura 25. Microdurômetro Knoop.

1.8. Análise estatística

Os valores obtidos no teste de resistência adesiva foram tabulados e submetidos à análise de variância em 3 fatores (ANOVA), adotando-se o nível de significância de 5%. Para as variações individuais de inter-relação entre os fatores, foram empregados os testes paramétricos Student Newman Keuls e t de Student.

Já os valores de microdureza dos espécimes foram submetidos ao teste t de Student ($p < 0,05$), a fim de se averiguar as diferenças observadas nos resultados.

PARTE 2. AVALIAÇÕES MICROMORFOLÓGICAS DA CAMADA HÍBRIDA.

2.1. Delineamento experimental

Os fatores em estudo deste trabalho *in vitro* foram superfície dentinária em dois níveis (afetada por cárie e normal), sistema adesivo em três níveis (Single Bond, Clearfil Protect Bond e Adhe SE) e tempo de armazenamento, em dois níveis (24 horas e 6 meses). Considerando os distintos tipos de dentina, sistema adesivo e tempo de armazenagem, as unidades experimentais foram constituídas por 54 molares humanos cariados, que após preparo e seccionamento, totalizaram doze grupos experimentais com espécimes em forma de fatias. As interfaces adesivas foram avaliadas qualitativamente através de microscopia eletrônica de varredura (interface adesiva e nanoinfiltração) e microscopia óptica (técnica de tricrômico de Masson).

2.2. Preparo dos dentes e das superfícies dentinárias

Os dentes foram preparados da mesma maneira descrita nos itens 1.2. e 1.3. deste capítulo.

2.3. Procedimentos adesivos e restauradores

Os 54 dentes foram submetidos aos procedimentos adesivos da mesma maneira descritos para o teste de microtração, exposto no item 1.4. deste capítulo. No entanto, de maneira distinta procedeu-se à restauração dental, já que se aplicou somente um incremento da resina composta Tetric Ceram³⁵. Esta foi inserida em um único incremento de 2,0 mm de altura, que foi

³⁵ Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein.

fotoativado com uma unidade de luz halógena³⁶ por 40 segundos. A intensidade de luz foi periodicamente monitorada através de um radiômetro³⁷, encontrando-se entre 450 e 500 mW/cm².

Terminada a etapa restauradora, os espécimes foram então armazenados em água destilada/deionizada em estufa a 37 °C, por 24 horas, para serem preparados para as avaliações microscópicas.

2.4. Preparo e obtenção dos espécimes para as avaliações microscópicas

Após o armazenamento, os dentes tiveram suas porções radiculares removidas com o auxílio de discos diamantados dupla face em baixa rotação, para possibilitar acesso à região da câmara pulpar. A câmara pulpar foi então “esvaziada”, preparada e restaurada da mesma maneira descrita no item 1.5. deste capítulo.

Os espécimes foram individualmente fixados em uma base acrílica com cera pegajosa³⁸, para serem adaptadas à cortadeira metalográfica de precisão³⁹. Em seguida, secções seriadas com espessuras de 1,0 mm paralelas ao longo eixo do conjunto dente-restauração foram realizadas através de um disco diamantado de alta concentração⁴⁰, girando em baixa velocidade sob irrigação constante com água destilada. No final, a base dos espécimes foi seccionada perpendicularmente ao seu longo eixo com disco diamantado dupla face, para posterior obtenção de vários espécimes em forma de fatias (FIG. 26).

Os espécimes que foram avaliados quanto à micromorfologia imediatamente (24 horas) ou 6 meses após os procedimentos restauradores permaneceram imersos em *ependorfs* contendo

³⁶ Optilux 401, Demetron Research Corporation, Danbury, CT, Estados Unidos.

³⁷ Radiometer, Demetron Research Corporation, Danbury, CT, Estados Unidos.

³⁸ KOTA Ind. E Com. LTDA, São Paulo, SP, Brasil.

³⁹ Isomet 4000, Buehler, Lake Bluff, IL, Estados Unidos.

³⁸ Extec Corp., Enfield, CT, Estados Unidos.

água destilada, em estufa à 37 °C, sendo que para os dentes que permaneceram armazenados por 6 meses, esta solução foi trocada semanalmente.

2.5. Avaliações microestruturais

2.5.1. Microscopia óptica - Tricrômico de Masson

Ao término de cada período de tempo de armazenamento (24 horas ou 6 meses), cada fatia foi individualmente fixada em uma placa acrílica transparente de 1,5 mm de espessura, com uma cola especial⁴¹ para confecção de espécimes de microscopia óptica. A face mais representativa da fatia recebeu uma gota da cola, sendo posicionada na placa horizontalmente (FIG. 27). O excesso da cola foi escoado após ligeira pressão digital, e imediatamente o conjunto dente/placa foi posicionado em um equipamento de luz ultravioleta⁴² contra um peso de 500 gramas e uma placa acrílica transparente (FIG. 28). Para a completa polimerização da cola, cada placa permaneceu sob a luz ultravioleta por 30 minutos.

Após a polimerização, a placa foi apreendida em sua porção lisa (oposta à que continha a fatia dental colada) com uma ventosa plástica, para que permitisse o correto empunhamento do conjunto dente/placa. Assim, cada fatia dental foi acabada e polida com lixas de carbetto de silício⁴³ em granulação decrescente (200, 500, 800, 1200, 2400 e 4000), sob irrigação constante (FIG. 29). Para que os espécimes não apresentassem riscos, ou que fossem desgastados desigualmente, foram realizados movimentos em “oito” ou “infinito”. Os espécimes foram constantemente monitorados quanto a sua espessura em um espessímetro digital⁴⁴ (FIG. 30) e em um microscópio óptico⁴⁵, até que apresentem uma espessura média de 4 µm (FIG. 31).

Os espécimes foram então submetidos ao método de tricrômico de Masson para análise em microscopia de luz. Inicialmente, o material recebeu um banho com uma solução

⁴¹ Technovit 7210 VLC, Heraeus Kulzer GmbH & Co. KG, Wehrheim, Alemanha.

⁴² EXAKT, Norderstedt, Alemanha.

⁴³ Carborundum, Saint-Gobain Abrasivos LTDA, Guarulhos, SP, Brasil.

⁴⁴ EXAKT, Norderstedt, Alemanha.

“mordente” de Solução de Bouin. Esta solução atua como uma agente condicionante da superfície, para que esta se torne mais receptiva a aplicação da Solução de Bouin, que foi aplicada por uma hora, a 56 °C. Depois do resfriamento, as placas foram lavadas com água destilada, até que a coloração, caracteristicamente amarela, desaparecesse.

Em seguida, as placas receberam corante de Hematoxilina de Weigert por 10 minutos, sendo lavadas em água corrente por mais 10 minutos (FIG. 32). A solução de Escarlata de Bierbrich (ou fucsina ácida) foi aplicada sobre os espécimes por 2 minutos, que em seguida foram lavados com água destilada por 10 minutos. A seguinte solução a ser aplicada foi a Solução de Ácido Fosfomolibdico – Ácido Fosfotúngstico, por aproximadamente 15 minutos, sendo em seguida lavada com água destilada por 10 minutos.

Finalmente, as placas foram coradas com Solução de Verde “Light” por 10 minutos (FIG. 33), lavadas com água destilada, e imersas em uma solução de ácido acético glacial por aproximadamente 4 minutos. Após secagem das placas, estas foram recobertas com uma laminula de vidro (FIG. 34).

As placas foram então montadas em um microscópio óptico, para que fossem observadas quanto às regiões mais expressivas da interface adesiva. Através de imersão em óleo mineral, as fotografias foram realizadas em um aumento de 250 X.

2.5.2. Microscopia eletrônica de varredura (MEV) – Nanoinfiltração

Ao término de cada período de tempo de armazenamento (24 horas ou 6 meses), os espécimes dos respectivos grupos foram recobertos com duas camadas de esmalte de unha, deixando uma área exposta de 0,5 mm além e aquém da interface adesiva (FIG. 35). Os espécimes foram então imersos em solução de nitrato de prata com 50% de amoníaco por 24 horas. A composição da solução de nitrato de prata está detalhada no ANEXO 4. Após a imersão, as fatias

⁴⁵ Olympus BH-Z, Olympus, Tóquio, Japão.

foram devidamente lavados com água destilada, sendo em seguida imersos em uma solução foto-reveladora por 8 horas, sob luz fluorescente.

Após a remoção dos espécimes da solução foto-reveladora, cada fatia foi polida com de lixas de carbetto de silício⁴⁶ em granulação decrescente (800, 1200, 2400 e 4000), sob irrigação constante. Em seguida, as amostras foram submetidas a um desafio ácido-base, sendo imersas por 5 segundos em solução de ácido fosfórico a 37%, e após lavagem, por 5 minutos em solução de hipoclorito de sódio a 10%. Ao término da imersão, as fatias foram novamente lavadas abundantemente com água, e secadas com um jato de ar, para que fossem desidratadas por 24 horas, em estufa a 37 °C. Terminado o processo de desidratação, todos os espécimes foram cobertos com uma fina camada de carbono⁴⁶ (FIG. 36) para então serem analisados em microscopia eletrônica de varredura⁴⁷ (FIG. 37), com padrão de imagem mesclado em 20% de modo retroespalhado (backscattered) e 80% de modo secundário.

Fotomicrografias com variações nas magnitudes desde 3500 X a 5000 X foram obtidas das regiões mais expressivas das interfaces adesivas.

⁴⁶ Mod. HUS-4GB, Hitachi Ltd., Tóquio, Japão.

⁴⁷ LEO 1430 VP, Zeiss, Alemanha.

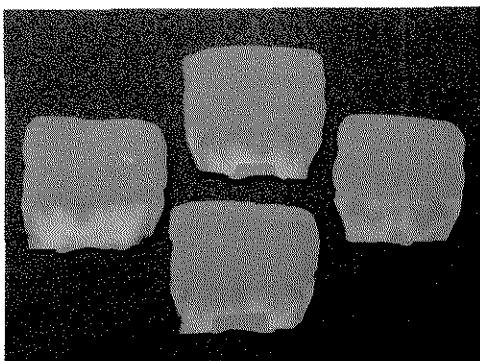


Figura 26. Fatias dente/composito.

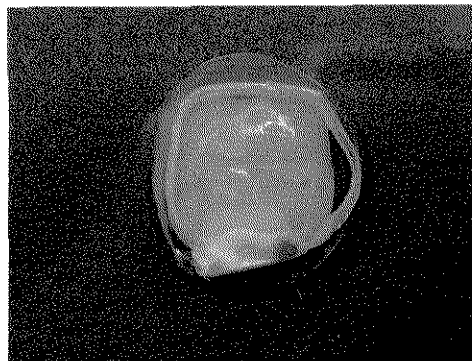


Figura 27. Posicionamento do espécime na placa acrílica.



Figura 28. Dispositivo de luz ultravioleta para polimerização da cola.

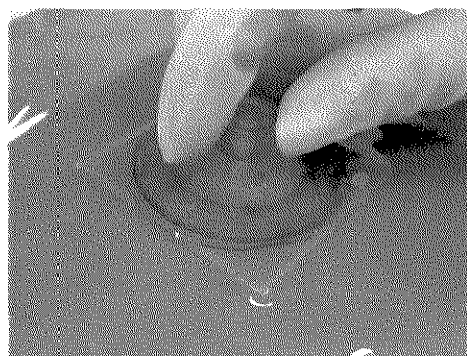


Figura 29. Polimento das fatias dentais sob irrigação constante.

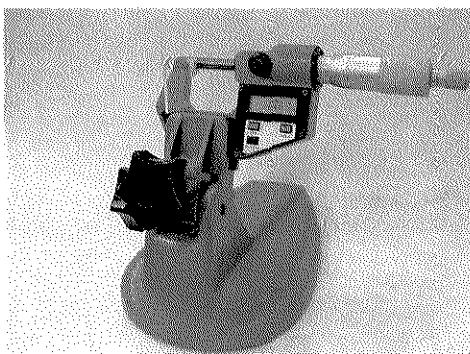


Figura 30. Avaliação da espessura dos espécimes.

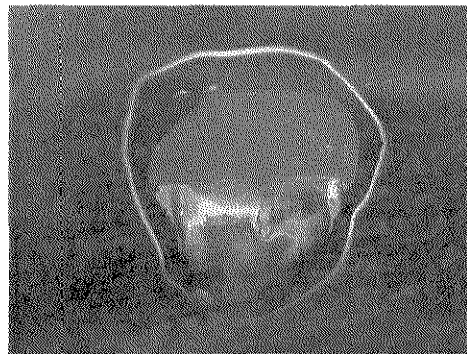


Figura 31. Padrão de desgaste e polimento dos espécimes.

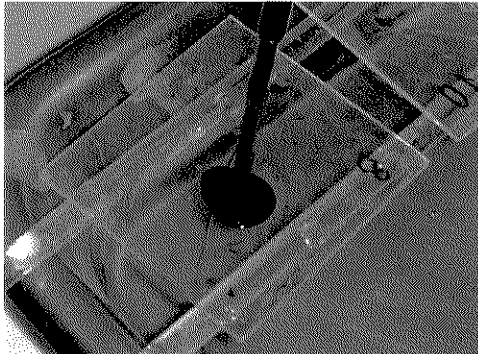


Figura 32. Aplicação da solução de Hematoxilina de Weigert.

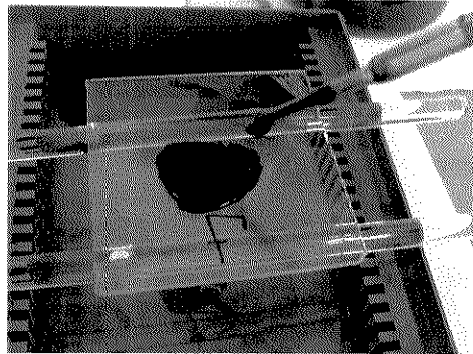


Figura 33. Aplicação da solução de Verde "Light".

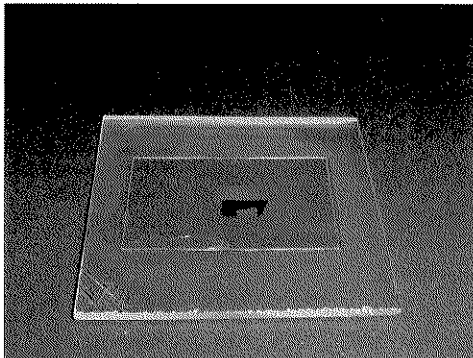


Figura 34. Placa com fatia dental já corada, pronta para observação.

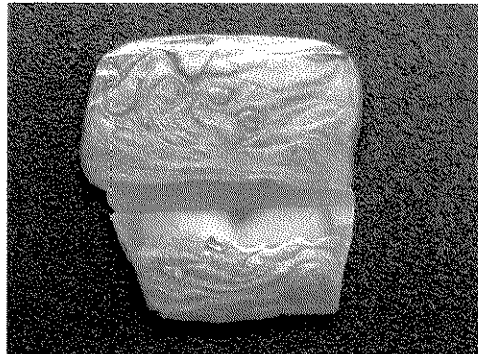


Figura 35. Delimitação da interface adesiva com esmalte de unha.



Figura 36. Metalizador de carbono.

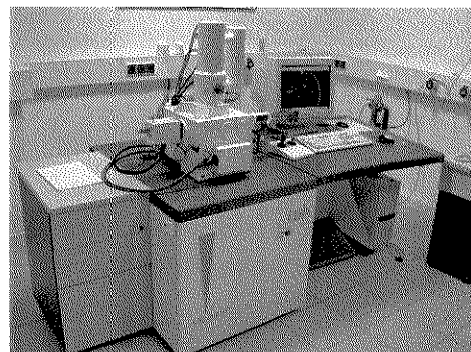


Figura 37. Microscópio eletrônico de varredura.

1. Avaliação da microtração.

Todos os detalhes da análise estatística dos dados de microtração encontram-se no ANEXO 5. Já os valores de resistência adesiva de todos os grupos experimentais encontram-se descritos no ANEXO 6 .

O método estatístico empregado neste estudo constituiu-se em uma análise estatística descritiva, que analisou os valores médios e os desvios padrão obtidos a partir do teste de microtração; bem como em uma análise estatística analítica, que se dividiu em duas partes: análise multivariante, caracterizada pelo teste ANOVA (Análise de Variância), e uma análise bivariante, que se caracterizou pelo teste t de Student (quando da análise de um fator de estudo com dois níveis, neste caso, os fatores substrato dentinário e tipo de armazenamento) e pelo teste ANOVA em conjunção com o teste de Student Newman Keuls (quando da análise de um fator com três níveis, neste caso o fator adesivo).

Em função da normalidade dos dados e da homogeneidade das variâncias, não houve a necessidade de transformação de dados. O poder do teste ANOVA foi de 73% (multiple R= 0,738).

A análise de variância (QUADRO 1) dos valores de resistência à tração demonstrou diferenças estatísticas significantes para o fator substrato dentinário ($p= 0,000$), para o fator sistema adesivo ($p= 0,000$), e para o fator tempo de armazenamento ($p= 0,000$) . Por conseguinte, foram verificadas interações significativas entre os fatores em estudo; para dentina x adesivo ($p= 0,012$) e para dentina x armazenamento ($p= 0,002$). Já para a interação adesivo x armazenamento não foi

verificada interação estatisticamente significativa ($p = 0,168$). Não foi possível detectar interação tripla entre os fatores em estudo.

Os testes de múltiplas comparações de t de Student (para fatores com dois níveis) e One-way ANOVA em conjunto com Student Newman Keuls (para fatores com três níveis) foram então empregados para evidenciar as diferenças estatísticas significativas entre cada fator em estudo, além da interação entre os mesmos.

Quadro 1. Análise de variância (ANOVA três critérios) para os fatores em estudo.

Fatores	DF	Soma dos Quadrados	Quadrado Médio	Valor de F	Probabilidade de F
Dentina (Dent)	1	7088,891	7088,891	170,513	0,000*
Adesivo (Ades)	2	7128,736	3564,368	85,736	0,000*
Aging (Armaz)	1	966,666	966,666	23,252	0,000*
Dent x Ades	2	373,052	186,526	4,487	0,012*
Dent x Armaz	1	388,950	388,950	9,356	0,002*
Ades x Armaz	2	149,088	74,544	1,793	0,168
Resíduo	286	11890,106	41,574		
TOTAL	295	28103,043	95,265		

Média geral: 31,056

Coefficiente de variação: 39,966% (*Diferença estatisticamente significativa)

1.1. Fator Armazenamento

Para o adesivo Adper Scotchbond 1, em dentina normal, houve diferença estatística significativa entre os tempos de armazenamento de 24 horas e 6 meses, sendo que após 6 meses de armazenamento, os valores foram significativamente menores (TAB. 2).

Tabela 2. Médias de resistência a microtração de dentina normal, dentro do fator armazenamento, para o sistema adesivo Adper Scotchbond 1.

Tempo de armazenamento	N	Médias (MPa)	Desvio padrão	5%
24 horas	24	42,63	6,16	A
6 meses	23	38,43	6,88	B

Médias seguidas por letras distintas diferem entre si ao nível de significância de 5%, pelo teste t de Student.

(t= 2,2 / Grau de Liberdade= 43,96 / p= 0,033)

Já o adesivo Clearfil Protect Bond, diferentemente do adesivo Adper Scotchbond 1, em dentina normal se comportou de maneira semelhante quando do armazenamento por 24 horas e 6 meses, sem diferenças estatisticamente significantes entre si (TAB. 3).

Tabela 3. Médias de resistência a microtração de dentina normal, dentro do fator armazenamento, para o sistema adesivo Clearfil Protect Bond.

Tempo de armazenamento	N	Médias (MPa)	Desvio padrão	5%
24 horas	27	39,18	5,16	A
6 meses	25	39,49	7,56	A

Médias seguidas por letras distintas diferem entre si ao nível de significância de 5%, pelo teste t de Student.

(t= - 0,17 / Grau de Liberdade= 42,01 / p= 0,865)

Da mesma maneira que o sistema adesivo Clearfil Protect Bond em dentina normal, o adesivo AdheSE se comportou semelhante no que diz respeito ao tempo de armazenamento, não havendo diferenças estatisticamente significante entre os grupos (TAB. 4).

Tabela 4. Médias de resistência a microtração de dentina normal, dentro do fator armazenamento, para o sistema adesivo AdheSE.

Tempo de armazenamento	N	Médias (MPa)	Desvio padrão	5%
24 horas	26	28,19	6,29	A
6 meses	24	27,90	7,73	A

Médias seguidas por letras distintas diferem entre si ao nível de significância de 5%, pelo teste t de Student.

(t= 0,15 / Grau de Liberdade= 44,44 / p= 0,885)

Em dentina afetada por cárie, o sistema adesivo Adper Scotchbond 1 se comportou de maneira estatisticamente diferente no que concerne ao tempo de armazenamento, apresentando queda nos valores de resistência de união após 6 meses de armazenamento (TAB. 5).

Tabela 5. Médias de resistência a microtração de dentina afetada por cárie, dentro do fator armazenamento, para o sistema adesivo Adper Scotchbond 1.

Tempo de armazenamento	N	Médias (MPa)	Desvio padrão	5%
24 horas	25	34,49	6,83	A
6 meses	25	27,76	7,43	B

Médias seguidas por letras distintas diferem entre si ao nível de significância de 5%, pelo teste t de Student.
(t= 3,33 / Grau de Liberdade= 47,66 / p= 0,002)

O sistema adesivo Clearfil Protect Bond também se comportou de maneira estatisticamente diferente no que concerne ao tempo de armazenamento, apresentando queda nos valores de resistência de união após 6 meses de armazenamento (TAB. 6).

Tabela 6. Médias de resistência a microtração de dentina afetada por cárie, dentro do fator armazenamento, para o sistema adesivo Clearfil Protect Bond.

Tempo de armazenamento	N	Médias (MPa)	Desvio padrão	5%
24 horas	24	28,68	4,98	A
6 meses	23	24,48	5,61	B

Médias seguidas por letras distintas diferem entre si ao nível de significância de 5%, pelo teste t de Student.
(t= 2,70 / Grau de Liberdade= 43,86 / p= 0,010)

Finalmente, quando o sistema adesivo AdheSE foi aplicado em dentina afetada por cárie, uma redução significativa nos valores de resistência de união após 6 meses de armazenamento foi observada (TAB. 7).

Tabela 7. Médias de resistência a microtração de dentina afetada por cárie, dentro do fator armazenamento, para o sistema adesivo AdheSE.

Tempo de armazenamento	N	Médias (MPa)	Desvio padrão	5%
24 horas	24	22,20	6,97	A
6 meses	26	17,24	5,11	B

Médias seguidas por letras distintas diferem entre si ao nível de significância de 5%, pelo teste t de Student.

(t= 4,00 / Grau de Liberdade= 41,96 / p= 0,000)

1.2. Fator Substrato Dentinário

Quando da avaliação do sistema adesivo Adper Scotchbond 1 após armazenamento por 24 horas, os mais altos valores de resistência adesiva foram observados em dentina normal, diferindo estatisticamente do substrato afetado por cárie (TAB. 8).

Tabela 8. Médias de resistência a microtração do sistema adesivo Adper Scotchbond 1, dentro do fator substrato dentinário, após 24 horas de armazenamento.

Substrato dentinário	N	Médias (MPa)	Desvio padrão	5%
Normal	24	42,63	6,16	A
Afetado por cárie	25	34,49	6,83	B

Médias seguidas por letras distintas diferem entre si ao nível de significância de 5%, pelo teste t de Student.

(t= 4,38 / Grau de Liberdade= 46,82 / p= 0,000)

O sistema adesivo Clearfil Protect Bond também apresentou valores estatisticamente diferentes para dentina normal e afetada por cárie, após armazenamento dos espécimes por 24 horas (TAB. 9).

Tabela 9. Médias de resistência a microtração do sistema adesivo Clearfil Protect Bond, dentro do fator substrato dentinário, após 24 horas de armazenamento.

Substrato dentinário	N	Médias (MPa)	Desvio padrão	5%
Normal	27	39,18	5,16	A
Afetado por cárie	24	28,68	4,98	B

Médias seguidas por letras distintas diferem entre si ao nível de significância de 5%, pelo teste t de Student.

(t= 7,38 / Grau de Liberdade= 48,65 / p= 0,000)

Após 24 horas de armazenamento, os valores de dentina normal foram estatisticamente superiores aos de dentina afetada por cárie, quando da aplicação do sistema adesivo AdheSE (TAB. 10).

Tabela 10. Médias de resistência a microtração do sistema adesivo AdheSE, dentro do fator substrato dentinário, após 24 horas de armazenamento.

Substrato dentinário	N	Médias (MPa)	Desvio padrão	5%
Normal	26	28,19	6,29	A
Afetado por cárie	24	24,20	6,97	B

Médias seguidas por letras distintas diferem entre si ao nível de significância de 5%, pelo teste t de Student.
(t= 2,12 / Grau de Liberdade= 46,44 / p= 0,040)

Por sua vez, após 6 meses de armazenamento, os valores de dentina normal também foram estatisticamente superiores aos de dentina afetada por cárie, quando da aplicação do sistema adesivo Adper Scotchbond 1 (TAB. 11).

Tabela 11. Médias de resistência a microtração do sistema adesivo Adper Scotchbond 1, dentro do fator substrato dentinário, após 6 meses de armazenamento.

Substrato dentinário	N	Médias (MPa)	Desvio padrão	5%
Normal	23	38,43	6,88	A
Afetado por cárie	25	27,76	7,43	B

Médias seguidas por letras distintas diferem entre si ao nível de significância de 5%, pelo teste t de Student.
(t= 5,16 / Grau de Liberdade= 46,00 / p= 0,000)

O sistema adesivo Clearfil Protect Bond também apresentou queda nos valores de resistência de união após 6 meses de armazenamento para o substrato dentinário afetado por cárie, quando comparado a dentina normal (TAB. 12).

Tabela 12. Médias de resistência a microtração do sistema adesivo Clearfil Protect Bond, dentro do fator substrato dentinário, após 6 meses de armazenamento.

Substrato dentinário	N	Médias (MPa)	Desvio padrão	5%
Normal	25	39,49	7,56	A
Afetado por cárie	23	24,48	5,61	B

Médias seguidas por letras distintas diferem entre si ao nível de significância de 5%, pelo teste t de Student.
(t= 7,85 / Grau de Liberdade= 44,12 / p= 0,000)

Finalmente, para o sistema adesivo AdheSE, foi possível observar um comportamento semelhante ao sistema adesivo Clearfil Protect Bond. Os valores de resistência de união a dentina normal foram estatisticamente superiores a dentina afetada por cárie, após o armazenamento por 6 meses (TAB. 13).

Tabela 13. Médias de resistência a microtração do sistema adesivo AdheSE, dentro do fator substrato dentinário, após 6 meses de armazenamento.

Substrato dentinário	N	Médias (MPa)	Desvio padrão	5%
Normal	24	27,90	7,73	A
Afetado por cárie	26	17,24	5,11	B

Médias seguidas por letras distintas diferem entre si ao nível de significância de 5%, pelo teste t de Student.
(t= 5,70 / Grau de Liberdade= 39,38 / p= 0,000)

1.3. Fator Sistema Adesivo

Em dentina normal, após 24 horas de armazenamento, os valores mais baixos de resistência de união foram obtidos com o sistema adesivo AdheSE. Por sua vez, o sistema adesivo Adper Scotchbond 1 apresentou os maiores valores de união, não diferindo estatisticamente do sistema adesivo Clearfil Protect Bond (TAB. 14).

Tabela 14. Médias de resistência a microtração em dentina normal, dentro do fator sistema adesivo, após 24 horas de armazenamento.

Sistema Adesivo	N	Médias (MPa)	Desvio padrão	5%
Adper Scotchbond 1	24	42,63	6,16	A
Clearfil Protect Bond	27	39,18	5,16	AB
AdheSE	26	28,19	6,29	B
TOTAL	77	36,54	8,46	

Médias seguidas por letras distintas diferem entre si ao nível de significância de 5%, pelo teste SNK.
(valor de F= 41,80 / p= 0,000)

Ainda em dentina normal, após 6 meses de armazenamento, da mesma maneira que em 24 horas de armazenamento, os valores mais baixos de resistência de união foram obtidos com o sistema adesivo AdheSE. No entanto, o sistema adesivo Clearfil Protect Bond apresentou os maiores valores de união, mas por sua vez, não houve diferença estatisticamente significativa para o sistema adesivo Adper Scotchbond 1 (TAB. 15).

Tabela 15. Médias de resistência a microtração em dentina normal, dentro do fator sistema adesivo, após 6 meses de armazenamento.

Sistema Adesivo	N	Médias (MPa)	Desvio padrão	5%
Adper Scotchbond 1	23	38,43	6,88	A
Clearfil Protect Bond	25	39,49	7,55	A
AdheSE	24	27,90	7,73	B
TOTAL	72	35,29	7,41	

Médias seguidas por letras distintas diferem entre si ao nível de significância de 5%, pelo teste SNK.
(valor de F= 18,01 / p= 0,000)

Já em dentina afetada por cárie, após 24 horas de armazenamento, os melhores valores de união foram observados para o sistema adesivo Adper Scotchbond 1, que não apresentou diferenças significativas para o adesivo Clearfil Protect Bond. O sistema adesivo AdheSE apresentou os menores valores de união, diferindo estatisticamente dos outros sistemas adesivos (TAB. 16).

Tabela 16. Médias de resistência a microtração em dentina afetada por cárie, dentro do fator sistema adesivo, após 24 horas de armazenamento.

Sistema Adesivo	N	Médias (MPa)	Desvio padrão	5%
Adper Scotchbond 1	25	34,49	6,83	A
Clearfil Protect Bond	24	28,68	4,98	AB
AdheSE	24	24,20	6,97	B
TOTAL	73	29,20	7,56	

Médias seguidas por letras distintas diferem entre si ao nível de significância de 5%, pelo teste SNK.
(valor de F= 16,24 / p= 0,000)

Após 6 meses de armazenamento, em dentina afetada por cárie, não foi possível detectar diferenças significativas entre os sistemas adesivos Adper Scotchbond 1 e Clearfil Protect Bond. O sistema adesivo AdheSE apresentou os menores valores de união, diferindo estatisticamente dos outros sistemas adesivos (TAB. 17).

Tabela 17. Médias de resistência a microtração em dentina afetada por cárie, dentro do fator sistema adesivo, após 6 meses de armazenamento.

Sistema Adesivo	N	Médias (MPa)	Desvio padrão	5%
Adper Scotchbond 1	25	27,76	7,43	A
Clearfil Protect Bond	23	24,48	5,61	A
AdheSE	26	17,24	5,10	B
TOTAL	74	23,04	7,54	

Médias seguidas por letras distintas diferem entre si ao nível de significância de 5%, pelo teste SNK.
(valor de F= 19,61 / p= 0,000)

Os resultados de resistência à tração dos sistemas adesivos em função dos substratos dentinários e dos tempos de armazenamento avaliados neste estudo estão sumarizados no GRÁFICO 1.

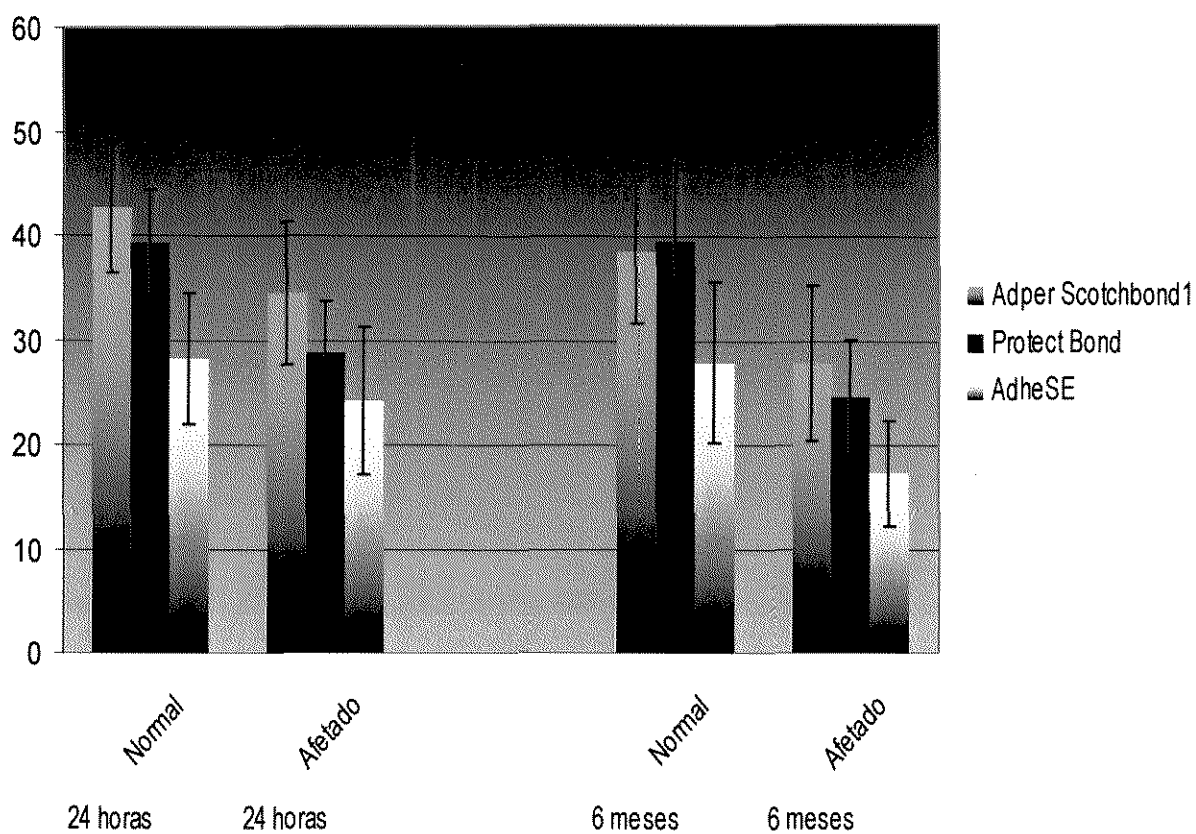


Gráfico 1. Gráfico de barras para os valores médios de resistência adesiva e desvios padrão em função dos substratos dentinários, sistemas adesivos e tempos de armazenamento.

2. Avaliação da microdureza.

Os resultados originais dos testes de microdureza Knoop estão detalhados no ANEXO 6. A íntegra da análise estatística dos dados de microdureza encontra-se no ANEXO 7.

Foi realizado o teste t de Student para os valores de microdureza obtidos na análise dos espécimes fraturados de todos os grupos estudados. Foi observada diferença significativa entre os espécimes de dentina afetada por cárie e dentina normal. A dentina afetada por cárie sempre apresentou valores médios de microdureza inferiores à dentina normal, como observado na TAB. 18.

Tabela 18. Valores de microdureza Knoop (KNH) para dentina normal e afetada por cárie.

Substrato dentinário	N	Médias (KNH)	Desvio padrão	5%
Normal	149	67,27	27,94	A
Afetado por cárie	147	26,94	10,91	B

Médias seguidas por letras distintas diferem entre si ao nível de significância de 5%, pelo teste t de Student.
(t= 16,39 / Grau de Liberdade= 192,67 / p= 0,000)

Nenhuma diferença significativa foi observada quando realizadas comparações entre os grupos experimentais (sistemas adesivos e tempo de armazenagem) envolvendo dentina normal. Da mesma maneira, os valores de dureza dos grupos envolvendo dentina afetada por cárie também não apresentaram diferenças significativas entre si. Tais resultados evidenciam que os adesivos avaliados, dentre os diferentes tempos de armazenagem, foram estudados sob as mesmas condições de substratos.

Tabela 19. Valores de microdureza Knoop (KNH) para todos os grupos experimentais.

	24 horas		6 meses	
	Normal	Afetada	Normal	Afetada
Adper Scotchbond 1	66,77 (26,71) A	32,43 (8,61) B	66,87 (27,56) A	24,95 (11,38) B
Protect Bond	75,18 (24,81) A	26,94 (10,46) B	56,99 (33,68) A	25,20 (11,31) B
AdheSE	69,86 (26,83) A	28,67 (12,44) B	67,14 (26,95) A	23,55 (9,65) B

Médias seguidas por letras distintas diferem entre si ao nível de significância de 5%, pelo teste t de Student.
(t= 16,39 / Grau de Liberdade= 192,67 / p= 0,000)

O teste de correlação entre os valores de microtração e microdureza detectou uma correlação significativa ($p= 0,000$), no entanto, baixa, já que o valor de r foi de 0,34. Isolando a análise de correlação para cada tipo de substrato dentinário, não foi possível detectar uma correlação significativa entre os valores de microtração e de microdureza (em dentina normal, $p= 0,549$; para dentina afetada por cárie, $p=0,273$).

3. Avaliações microscópicas

3.1. Padrão de fratura da interface adesiva

A avaliação dos modos de fratura das interfaces adesivas dos corpos-de-prova foi realizada em microscópio óptico, com 40 X de aumento, e os espécimes que apresentavam características significativas, de acordo com o grupo experimental que pertenciam, foram examinadas sob microscopia eletrônica de varredura, em aumento de 200 X, tendo as áreas de maior interesse analisadas em um aumento de até 2000 X.

O resultado da análise da incidência do padrão de fratura ocorrido em cada grupo está representado na TAB. 20. Para a classificação das falhas ocorridas, foram adotados quatro modos de fratura, seguindo os mesmos critérios adotados por TANUMIHARJA *et al.* (2000):

Tipo I = falha adesiva entre o adesivo e a dentina (A);

Tipo II = falha totalmente coesiva no adesivo (M);

Tipo III = falha coesiva parcial na dentina (CD);

Tipo IV = falha coesiva parcial no compósito (CR).

Tabela 20. Análise do padrão de fratura das interfaces submetidas ao teste de microtração.

Grupo experimental	Tipo I	Tipo II	Tipo III	Tipo IV
SB / DN / 24h	8 (32%)	13 (52%)	2 (8%)	2 (8%)
SB / DAC / 24h	13 (52%)	7 (28%)	5 (20%)	-
SB / DN / 6m	14 (53,84%)	10 (38,46%)	1 (3,85%)	1 (3,85%)
SB / DAC / 6m	11 (42,30%)	9 (34,63%)	6 (23,07)	-
PB / DN / 24h	18 (64,28%)	7 (25%)	-	3 (10,72%)
PB / DAC / 24h	14 (56%)	6 (24%)	5 (20%)	-
PB / DN / 6m	14 (56%)	9 (36%)	-	2 (8%)
PB / DAC / 6m	9 (36%)	9 (36%)	7 (28%)	-
AD / DN / 24h	17 (62,96%)	9 (33,34%)	-	1 (3,7%)
AD / DAC / 24h	17 (70,83%)	7 (29,17%)	-	-
AD / DN / 6m	17 (50%)	17 (50%)	-	-
AD / DAC / 6m	18 (66,66%)	6 (22,22%)	3 (11,12%)	-

SB (Adper Scotchbond 1); PB (Clearfil Protect Bond); AD (AdheSE); DN (dentina normal); DAC (dentina afetada por cárie); 24h (armazenamento por 24 horas); 6m (armazenamento por 6 meses)

Quando aplicado o adesivo Adper Scotchbond 1 em dentina normal, após 24 horas de armazenamento, as falhas caracterizaram-se como sendo do tipo II (FIG. 38), ocorrendo principalmente na camada adesiva (FIG. 39), logo acima da camada híbrida. Já em dentina afetada por cárie (para o mesmo adesivo e tempo de armazenamento), apesar de se observar uma predominância de falhas do tipo I, é de importância ressaltar a presença de espécimes com padrão de falha do tipo III (FIG. 40), além de áreas de dentina completamente sem camada híbrida (FIG. 41), apresentando somente a dentina mineralizada subjacente.

Ao aplicar-se o adesivo Clearfil Protect Bond em dentina normal, em 24 horas de armazenamento, o principal modo de fratura observado nos espécimes foi do tipo I (FIG. 42), com metade da superfície exibindo dentina, a outra metade contendo camada híbrida (FIG. 43). Em

dentina afetada por cárie, as fraturas localizaram-se principalmente na porção superior da camada híbrida (falha do tipo II), e da mesma maneira que para o adesivo que se utiliza do condicionamento ácido (Adper Scotchbond 1), alguns espécimes sofreram falhas do tipo III (coesiva parcial em dentina – FIG.44), com áreas recobertas pela camada híbrida (FIG. 45).

Ao se aplicar o adesivo AdheSE em dentina normal, após 24 horas de armazenamento, foi observada maior incidência de fratura do tipo I, tendo como característica de interesse extensas áreas de superfície exibindo a camada de adesivo disposta em lâminas (FIG. 46), com pequenas áreas exibindo a camada híbrida e a dentina (FIG. 47). Quando aplicado em dentina afetada por cárie, foram observadas incidências mais preponderantes de fraturas do tipo I (FIG. 48), deixando somente os túbulos dentinários mineralizados pelo processo carioso exposto, sem camada híbrida (FIG. 49).

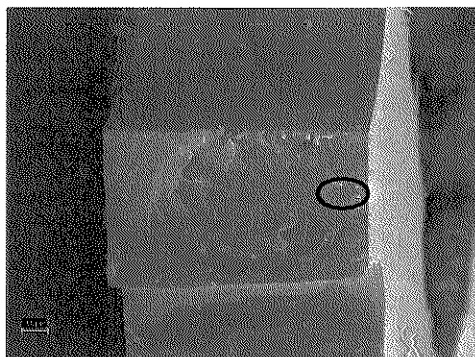


Figura 38. Interface adesiva do sistema Scotchbond 1, em dentina normal, após 24 h de armazenagem. Falha do tipo II.

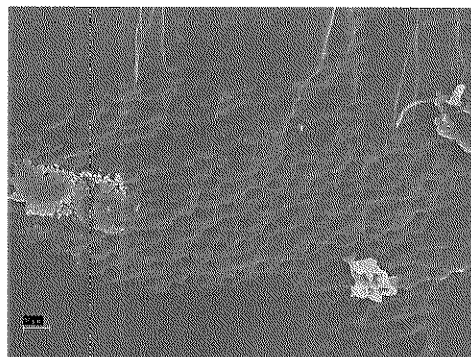


Figura 39. Detalhe da FIG 38. Notar completa obliteração da dentina pela camada híbrida.

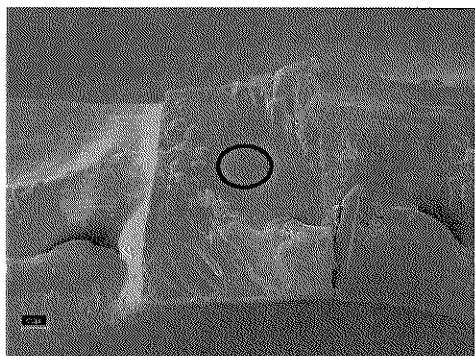


Figura 40. Interface adesiva do sistema Scotchbond 1, em dentina afetada, após 24 h de armazenagem. Falha do tipo III.

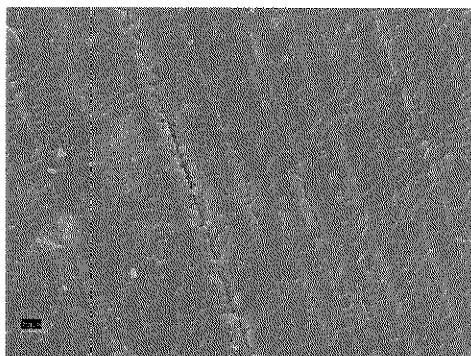


Figura 41. Detalhe da FIG 40. Ausência de camada híbrida, notar os "riscos" promovidos pelo polimento com lixas abrasivas.

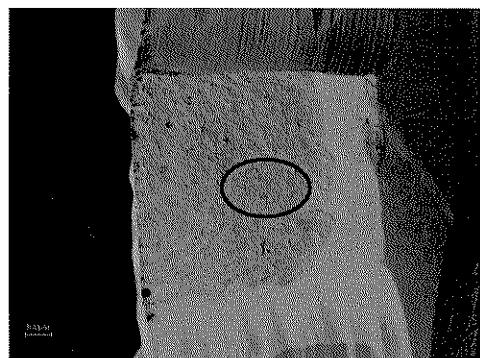


Figura 42. Interface adesiva do sistema Protect Bond, em dentina normal, após 24 h de armazenagem. Falha do tipo I.

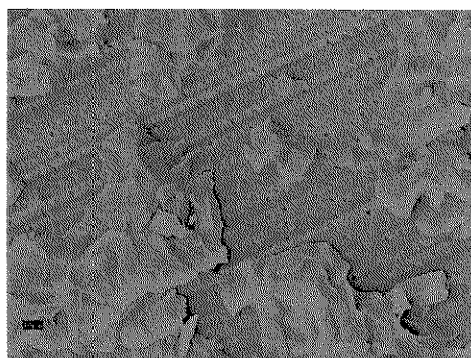


Figura 43. Detalhe da FIG 42. Presença de áreas desprovidas de camada híbrida.

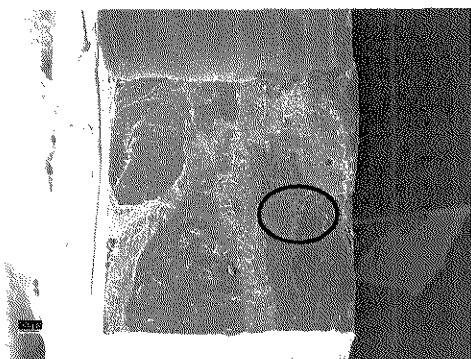


Figura 44. Interface adesiva do sistema Protect Bond, em dentina afetada, após 24 horas. Falha do tipo III.



Figura 45. Detalhe da FIG 44. Notar áreas de dentina exposta, e áreas de dentina recobertas pelo adesivo.

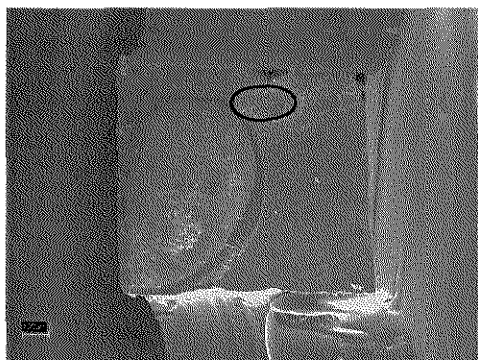


Figura 46. Interface adesiva do sistema AdheSE, em dentina normal, após 24 h de armazenagem. Falha do tipo I.

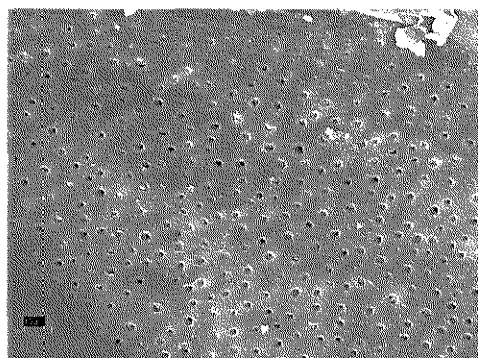


Figura 47. Detalhe da FIG 46. Pequena área desprovida de camada de adesivo. Notar túbulos dentinários expostos.

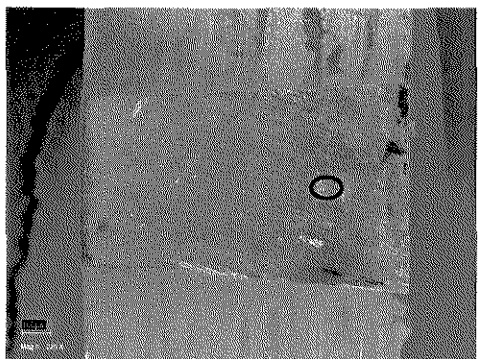


Figura 48. Interface adesiva do sistema AdheSE, em dentina afetada, após 24 h de armazenamento. Falha do tipo I.

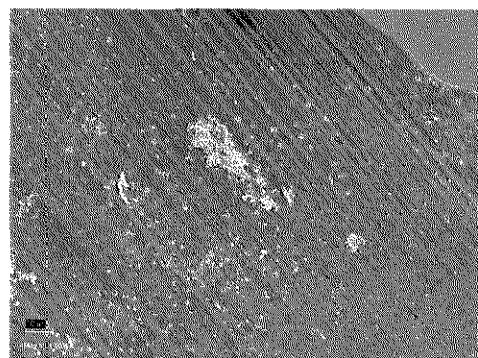


Figura 49. Detalhe da FIG 48. Presença de túbulos dentinários obliterados por tags resinosos, ausência de camada híbrida.

Após 6 meses de armazenamento, para o adesivo Adper Scotchbond 1 em dentina normal, as falhas caracterizaram-se como sendo do tipo I (FIG. 50), podendo-se notar túbulos expostos, mas também alguns remanescentes de *tags* de resina e de camada híbrida (FIG. 51). Em dentina afetada por cárie, também se observou uma predominância de falhas do tipo I (FIG. 52), e na maioria dos espécimes, identificou-se áreas de superfície exibindo a camada de adesivo, com pequenas áreas exibindo a camada híbrida e a dentina (FIG. 53).

Para o adesivo Clearfil Protect Bond em dentina normal, após 6 meses de armazenamento (assim como após 24 horas de armazenamento), o principal modo de fratura observado nos espécimes foi do tipo I, mas também foi possível observar um aumento do padrão de falha do tipo II (FIG. 54). Na FIG. 55 é possível observar uma fratura 100% coesiva do adesivo, que permaneceu recobrimdo completamente a superfície dentinária. Em dentina afetada por cárie, as fraturas localizaram-se principalmente na base do adesivo (falha do tipo I) ou coesivamente no adesivo (falha do tipo II). No entanto, 28% dos espécimes apresentaram fratura coesiva do substrato dentinário (falha do tipo III – FIG. 56), apresentando algumas áreas protegidas pela camada híbrida (FIG. 57).

Finalmente, para o sistema adesivo AdheSE, após 6 meses de armazenamento, em dentina normal, notou-se uma equivalência nos padrões de fratura do tipo I e tipo II, mas, assim como nos espécimes de armazenagem por 24 horas, foi possível notar áreas com a camada de adesivo disposta em lâminas (FIG. 58), ainda que em menor quantidade que no tempo inicial. As áreas que não continham mais a camada híbrida apresentaram-se exibindo alguns túbulos dentinários ocluídos pelos *tags* de resina (FIG. 59). Em dentina afetada por cárie, foi detectada uma maior porcentagem de falhas do tipo I, no entanto, alguns espécimes também apresentaram fraturas do tipo III (FIG. 60), apresentando áreas com túbulos dentinários expostos, fato o qual se pode notar pelos riscos presentes na dentina, em função do polimento com as lixas abrasivas (FIG. 61).

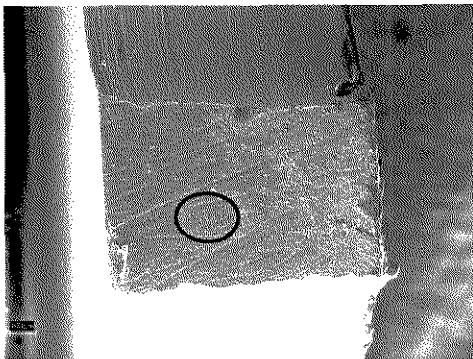


Figura 50. Interface adesiva do sistema Scotchbond 1, em dentina normal após 6 meses de armazenamento. Falha do tipo I.

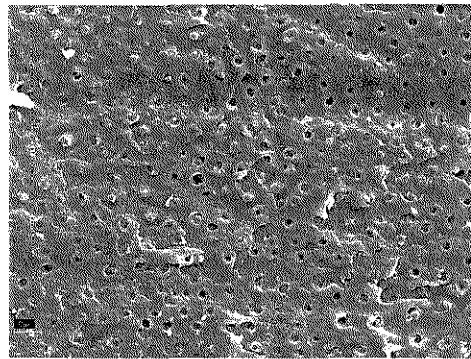


Figura 51. Detalhe da FIG 50. Presença de túbulos expostos, e de túbulos contendo ainda os *tags* resinosos.

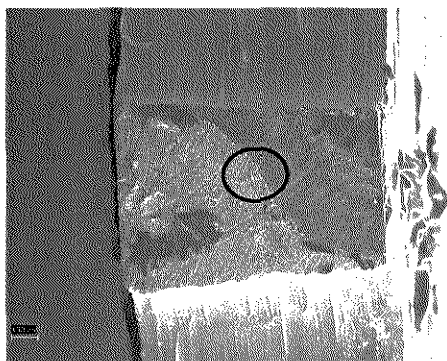


Figura 52. Interface adesiva do sistema Scotchbond 1, em dentina afetada, após 6 meses de armazenagem. Falha do tipo I.

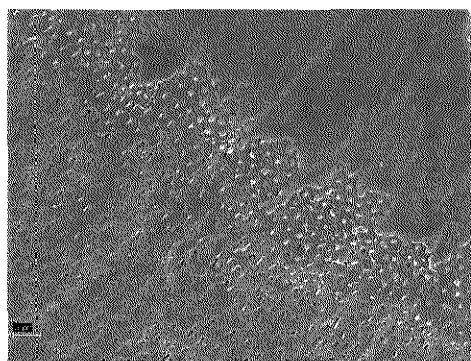


Figura 53. Detalhe da FIG 52. Fratura da camada híbrida deixando alguns túbulos dentinários obliterados pelos *tags* de resina.

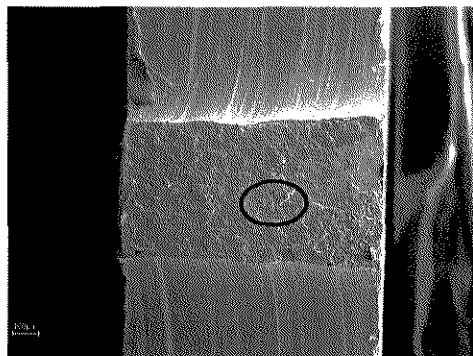


Figura 54. Interface adesiva do sistema Protect Bond, em dentina normal, após 6 meses de armazenagem. Falha do tipo II.

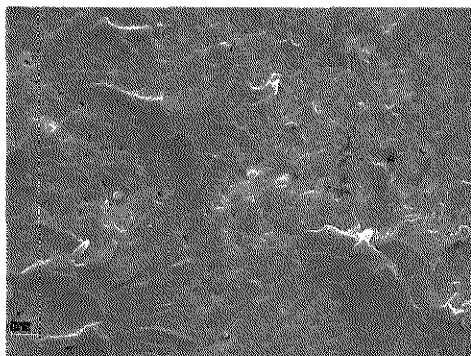


Figura 55. Detalhe da FIG 54. Completa obliteração da superfície dentinária pela camada híbrida.

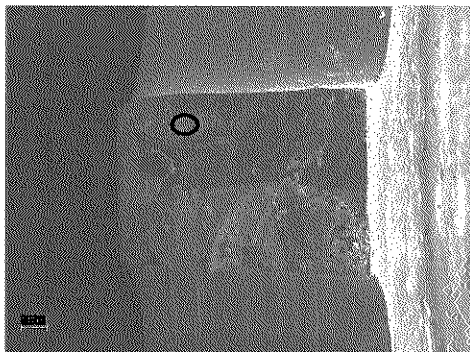


Figura 56. Interface adesiva do adesivo Protect Bond, em dentina afetada, após 6 meses de armazenagem. Falha do tipo III.

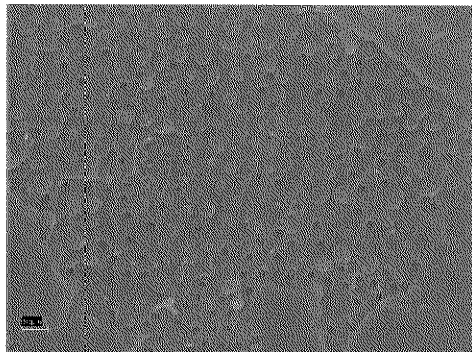


Figura 57. Detalhe da FIG 56. Fratura coesiva do substrato dentinário, circundado por área recoberta pelo adesivo.

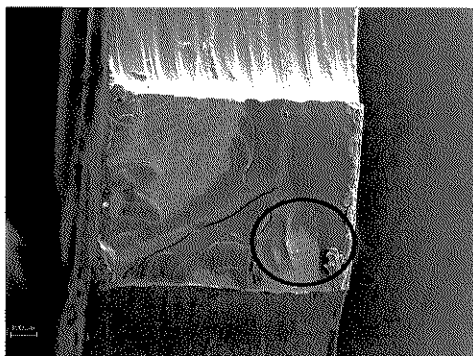


Figura 58. Interface adesiva do sistema AdheSE, em dentina normal, após 6 meses de armazenagem. Falha do tipo I.

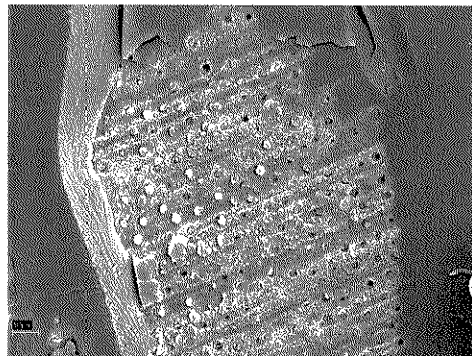


Figura 59. Detalhe da FIG 58. Presença de áreas de dentina exposta, mas com alguns túbulos fechados pelos tags resinosos.

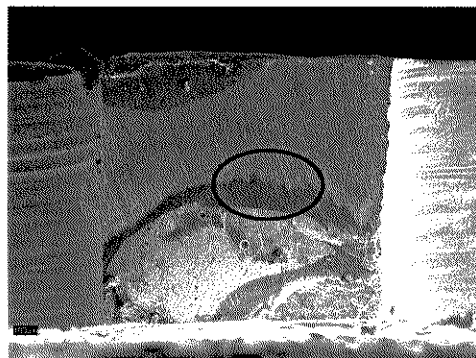


Figura 60. Interface adesiva do sistema AdheSE, em dentina afetada, após 6 meses de armazenagem. Falha do tipo III.

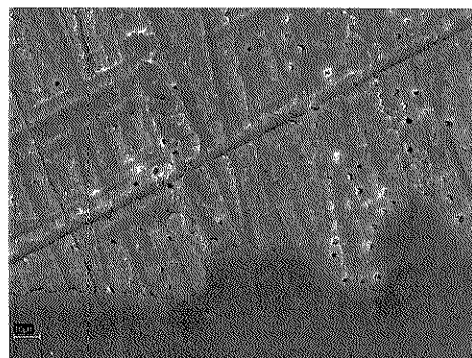


Figura 61. Detalhe da FIG 60. Área de dentina completamente desprovida de adesivo (notar riscos na superfície).

3.2. Microscopia óptica – Tricrômico de Masson

A FIG. 62 ilustra a interface adesiva em dentina normal, para o adesivo Adper Scotchbond 1, após 24 horas de armazenamento. Podem-se notar pequenas áreas rosadas na base da camada híbrida, indicativas da presença de colágeno não encapsulado pela resina. Em dentina afetada por cárie, vale a pena ressaltar a coloração rosácea que adquire este tipo de substrato, alterado, que provavelmente possui maior exposição das fibrilas colágenas (FIG. 63). Após 6 meses de armazenamento, em dentina normal, nota-se um aumento da coloração rosácea em torno da camada híbrida e dos *tags* de resina (FIG. 64), e em dentina afetada por cárie, uma exacerbação da coloração rosácea, tendendo para o vermelho, o que indica a presença de colágeno exposto logo abaixo da camada híbrida (FIG. 65).

Os espécimes tratados com o adesivo Protect Bond após 24 horas de armazenamento, tanto em dentina normal (FIG. 66) quanto afetada por cárie (FIG. 67), tiveram como marca uma linha vermelha contínua com a camada híbrida. Além disso, foi possível detectar que este sistema adesivo forma camada híbridas mais finas, quando comparadas com o sistema adesivo convencional Adper Scotchbond 1. Após 6 meses de armazenamento em água, em dentina normal (FIG. 68) se notou um aumento da coloração vermelha na interface adesiva, para os dois tipos de substrato dentinário. Por sua vez, em dentina afetada por cárie, tal fato se mostrou ainda mais exacerbado, não somente se limitando a base da camada híbrida, mas já se dirigindo em direção à dentina mineralizada (FIG. 69).

Finalmente, para o sistema adesivo AdheSE, em dentina normal, após 24 horas de armazenamento, não se detectou áreas de colágeno não encapsuladas (FIG. 70). Em dentina afetada por cárie, tal zona já se mostrava mais aparente (FIG. 71), e assim como para os outros sistemas adesivos, na base da camada híbrida. A interface adesiva do sistema AdheSE em dentina normal, após 6 meses de armazenamento, evidencia uma zona de colágeno desprotegida, além de *tags* resinosos finos e com as paredes paralelas (FIG. 72). Quando aplicado em dentina afetada por cárie, o padrão de coloração avermelhada se exacerba, apresentando-se fortemente corado ao longo de toda a camada híbrida (FIG. 73).

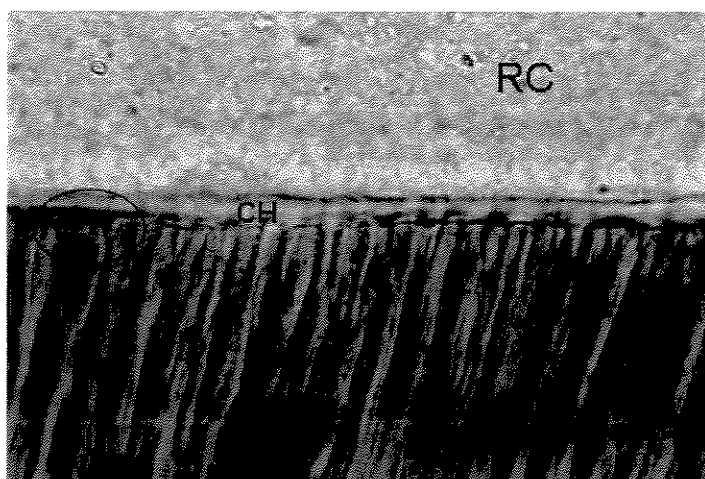


Figura 62. Micrografia de luz da interface adesiva do sistema Scotchbond 1, em dentina normal, após 24 horas de armazenagem. Áreas de colágeno desprotegido circundado. (D= dentina; CH= camada híbrida; RC= resina composta)

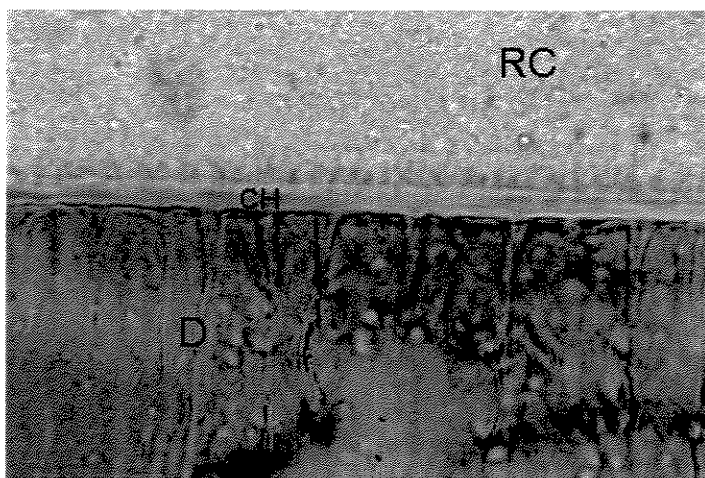


Figura 63. Micrografia de luz da interface adesiva do sistema Scotchbond 1, em dentina afetada por cárie, após 24 horas de armazenagem. Notar coloração mais rosácea da dentina. (D= dentina; CH= camada híbrida; RC= resina composta)

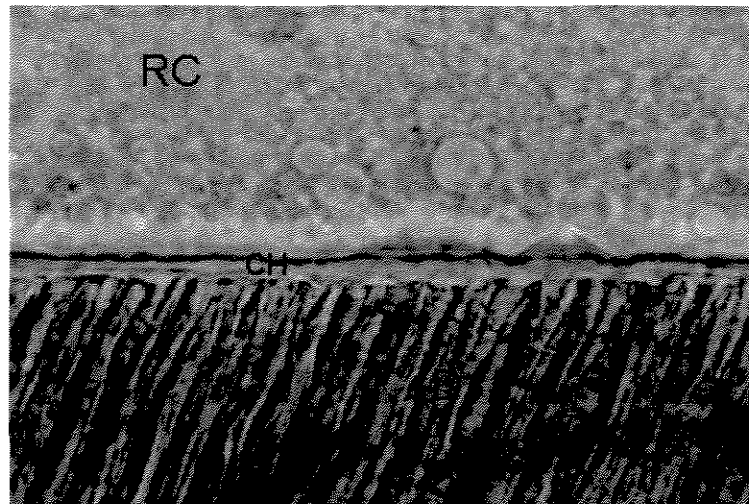


Figura 64. Micrografia de luz da interface adesiva do sistema Scotchbond 1, em dentina normal, após 6 meses de armazenagem. (D= dentina; CH= camada híbrida; RC= resina composta)

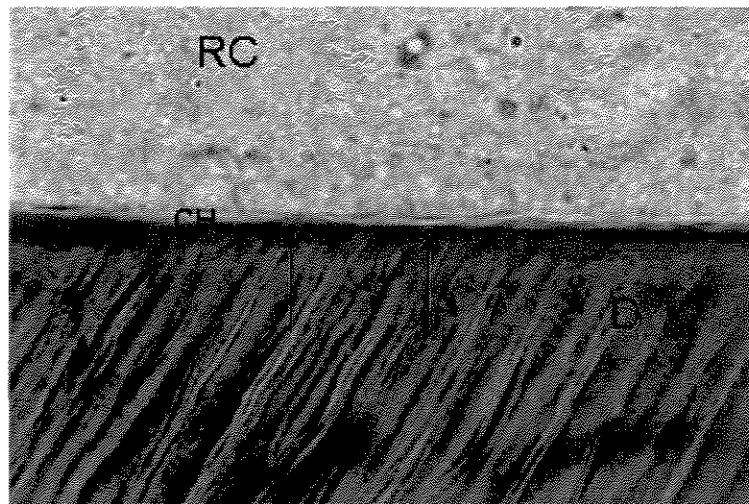


Figura 65. Micrografia de luz da interface adesiva do sistema Scotchbond 1, em dentina afetada por cárie, após 6 meses de armazenagem. Coloração rosácea da dentina, em conjunto com camada de colágeno desprotegido, corado em vermelho (ponta de seta). (D= dentina; CH= camada híbrida; RC= resina composta)

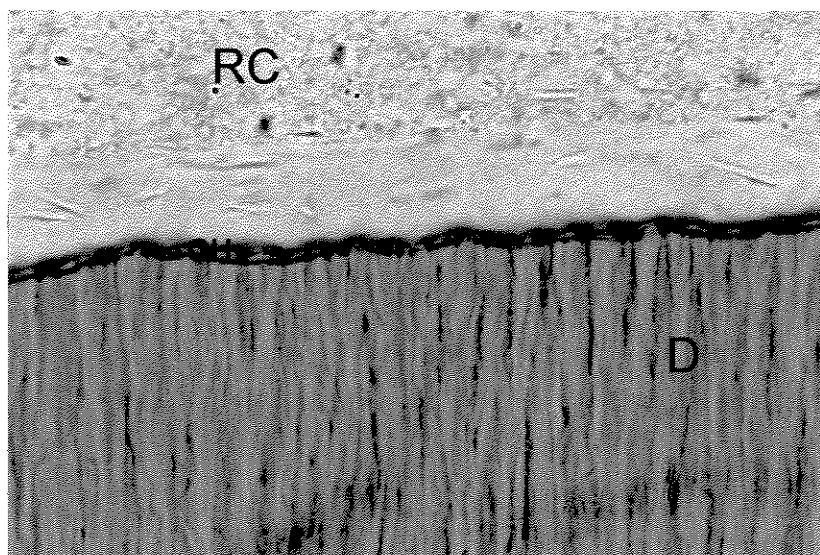


Figura 66. Micrografia de luz da interface adesiva do sistema Protect Bond, em dentina normal, após 24 horas de armazenagem. Zona de colágeno não encapsulada ao longo de toda a interface adesiva (D= dentina; CH= camada híbrida; RC= resina composta)

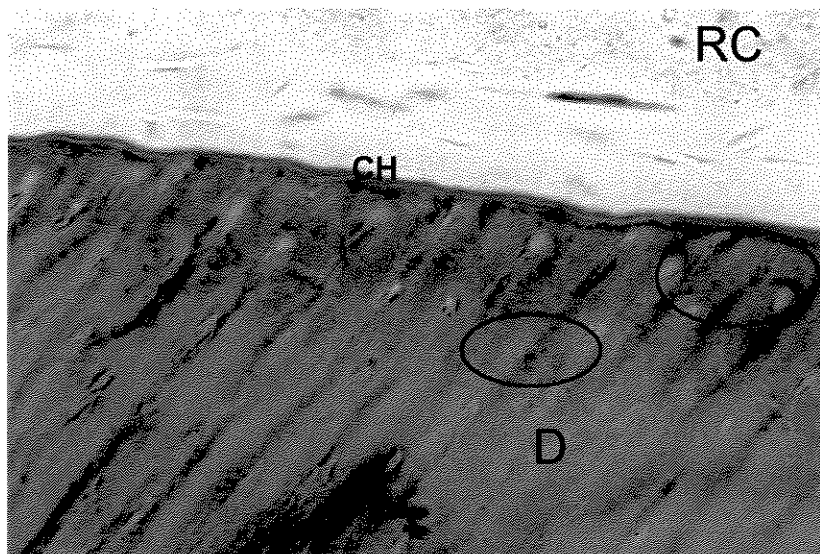


Figura 67. Micrografia de luz da interface adesiva do sistema Protect Bond, em dentina afetada por cárie, após 24 horas de armazenagem. Áreas de dentina afetada por cárie com colágeno exposto, evidenciado pela coloração rósea. (D= dentina; CH= camada híbrida; RC= resina composta)

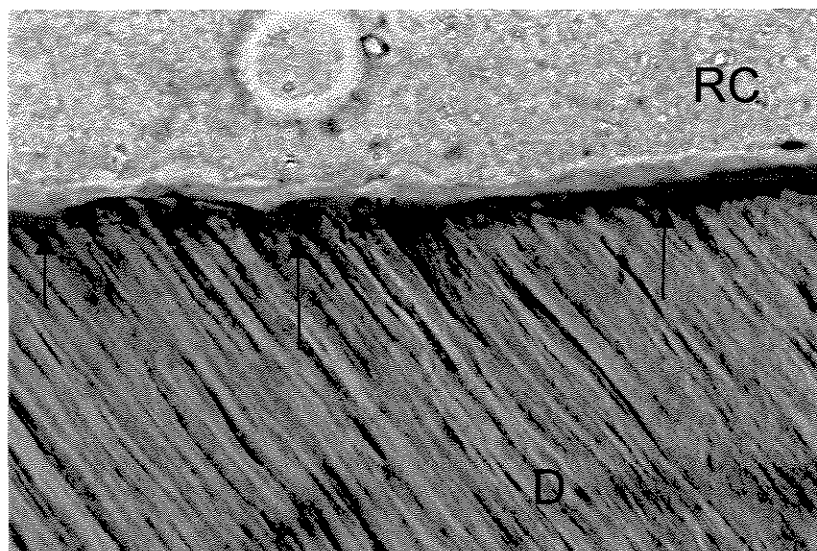


Figura 68. Micrografia de luz da interface adesiva do sistema Protect Bond, em dentina normal, após 6 meses de armazenagem. Espessamento da área com coloração avermelhada (pontas de setas), indicativa de colágeno exposto. (D= dentina; CH= camada híbrida; RC= resina composta)

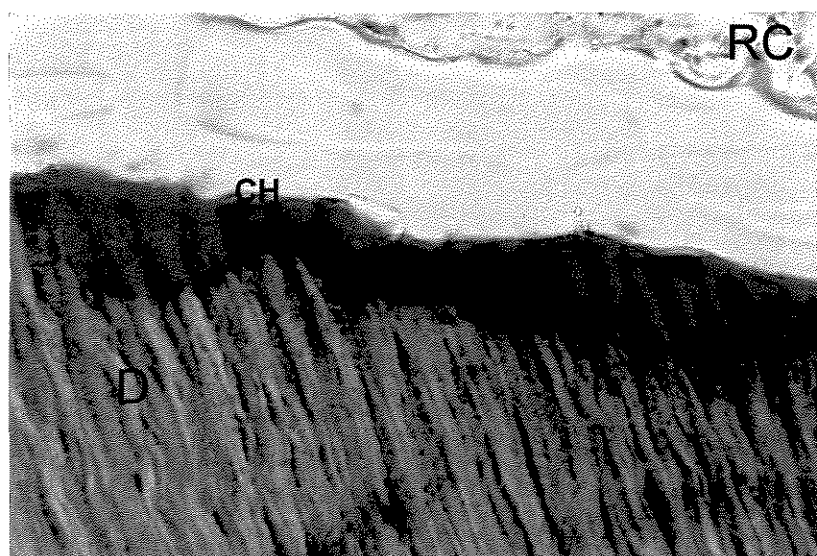


Figura 69. Micrografia de luz da interface adesiva do sistema Protect Bond, em dentina afetada por cárie, após 6 meses de armazenagem. (D= dentina; CH= camada híbrida; RC= resina composta)

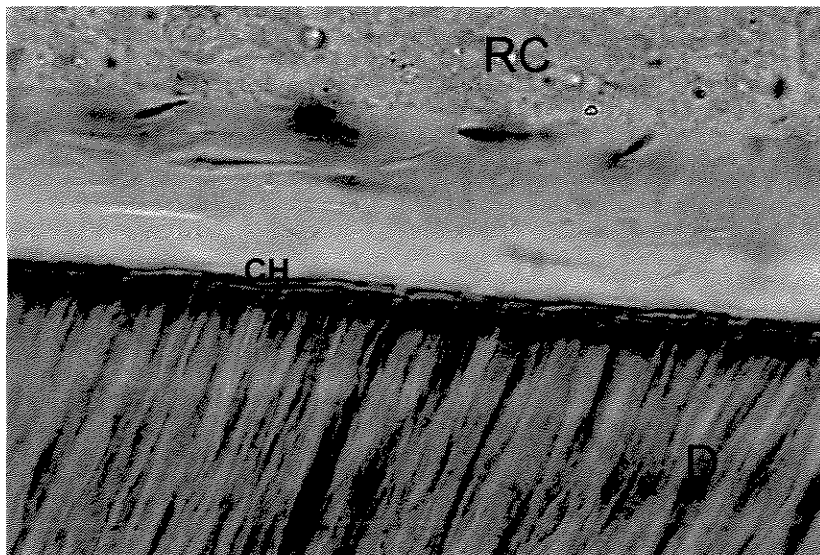


Figura 70. Micrografia de luz da interface adesiva do sistema AdheSE, em dentina normal, após 24 horas de armazenagem. Ausência de pigmentação avermelhada. (D= dentina; CH= camada híbrida; RC= resina composta)

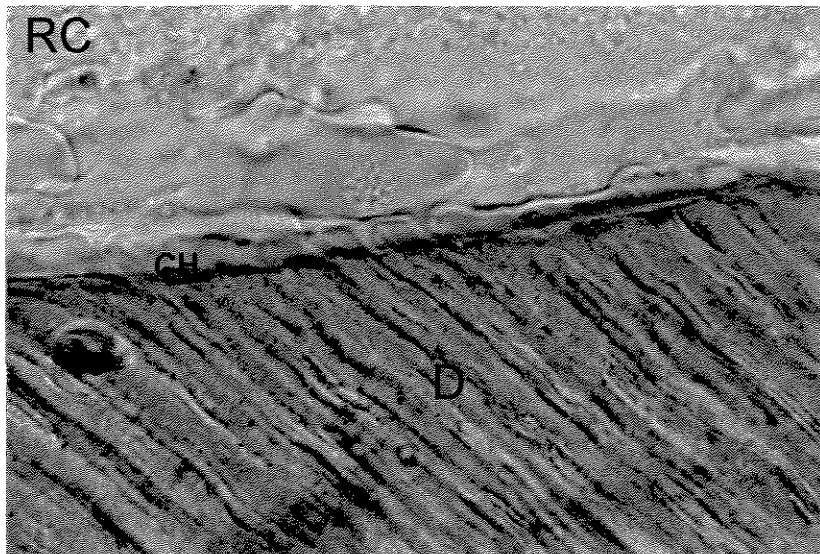


Figura 71. Micrografia de luz da interface adesiva do sistema AdheSE, em dentina afetada por cárie, após 24 horas de armazenagem. Fase de colágeno exposta na base da camada híbrida. (D= dentina; CH= camada híbrida; RC= resina composta)

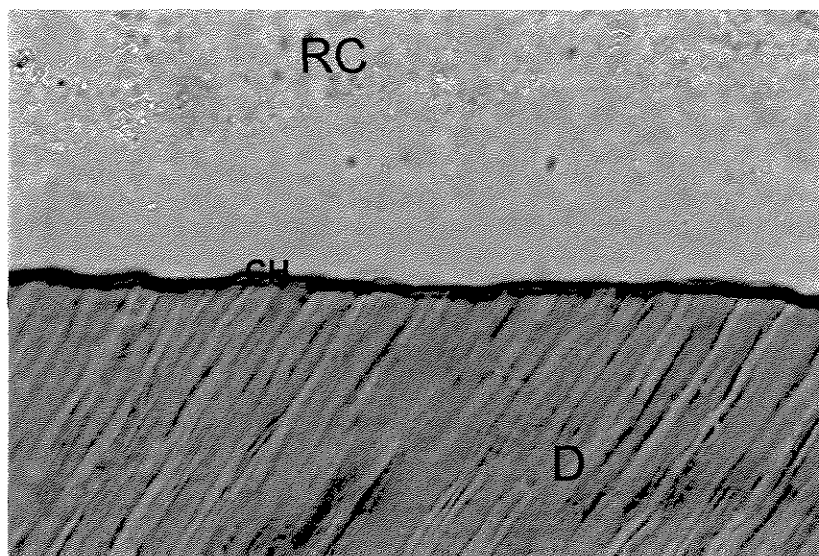


Figura 72. Micrografia de luz da interface adesiva do sistema AdheSE, em dentina normal, após 6 meses de armazenagem. (D= dentina; CH= camada híbrida; RC= resina composta)

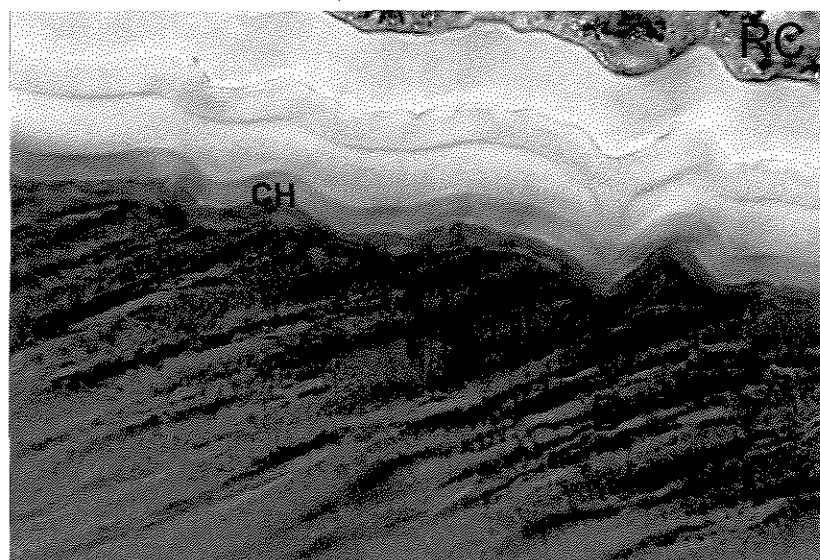


Figura 73. Interface adesiva do sistema AdheSE, em dentina afetada por cárie, após 6 meses de armazenagem. Notar áreas de exposição colágena ao longo da camada híbrida e em dentina afetada por cárie. (D= dentina; CH= camada híbrida; RC= resina composta)

3.3. Microscopia Eletrônica de Varredura – Análise da Nanoinfiltração

A avaliação da nanoinfiltração das interfaces adesivas dos corpos-de-prova foi realizada em microscópio eletrônico de varredura, em aumento médio de 3500 X, mas tendo as áreas de maior interesse analisadas em um aumento de até 5000 X.

As FIG. 74 e 75 ilustram as diferenças entre a dentina normal e a afetada por cárie, para o adesivo Adper Scotchbond 1, após 24 horas de armazenamento. Em dentina afetada por cárie, foi possível observar a formação de uma camada híbrida mais irregular, com *tags* resinosos mais curtos, em função da morfologia (com mais irregularidades) deste substrato, o que não ocorre em dentina normal. A deposição de nitrato de prata foi mais evidente na base da camada híbrida, para ambos os substratos dentinários.

Após 6 meses de armazenamento, em dentina normal, foi possível observar uma maior deposição de partículas de prata, principalmente ao longo dos *tags* de resina (FIG. 76), e em dentina afetada por cárie, além de maior nanoinfiltração, na FIG. 77 foi possível notar um descolamento da camada híbrida da camada de compósito superior.

Formação de *tags* de resina com paredes paralelas em sua embocadura e camada híbrida mais delgada constituíram a característica predominante dos espécimes tratados com o adesivo Clearfil Protect Bond (FIG. 78). Um aumento da nanoinfiltração pode ser observado em dentina afetada por cárie, com deposição reticular na base da camada híbrida (FIG. 79).

Já após 6 meses de armazenamento em água, provavelmente por um aumento da porosidade na superfície, também se notou uma maior deposição de nitrato de prata, inclusive na zona superior da camada híbrida (FIG. 80). Em dentina afetada por cárie, nota-se um padrão de infiltração mais glomerular (FIG. 81), que toma toda a parte inferior da camada híbrida e dos *tags* resinosos.

Por sua vez, para o sistema adesivo AdheSE, em dentina normal, após 24 horas de armazenamento, pode-se observar uma escassa hibridização do substrato dentinário, caracterizado pela ausência de *tags* resinosos (FIG. 82). Já em dentina afetada por cárie, o padrão de infiltração do sistema adesivo foi deficiente (FIG. 83), com pouca hibridização peritubular, e deposição de cristais de nitrato de prata na base da camada híbrida.

A FIG. 84 apresenta os efeitos do armazenamento por 6 meses na interface adesiva do sistema AdheSE em dentina normal. Para os escassos *tags* presentes, observaram-se nanoinfiltração em seu longo eixo, principalmente na porção mais inferior. Quando aplicado em dentina afetada por cárie, o padrão de nanoinfiltração encontrado foi basicamente reticular, com pouca hibridização peritubular e reduzida formação de *tags* resinosos (FIG. 85).

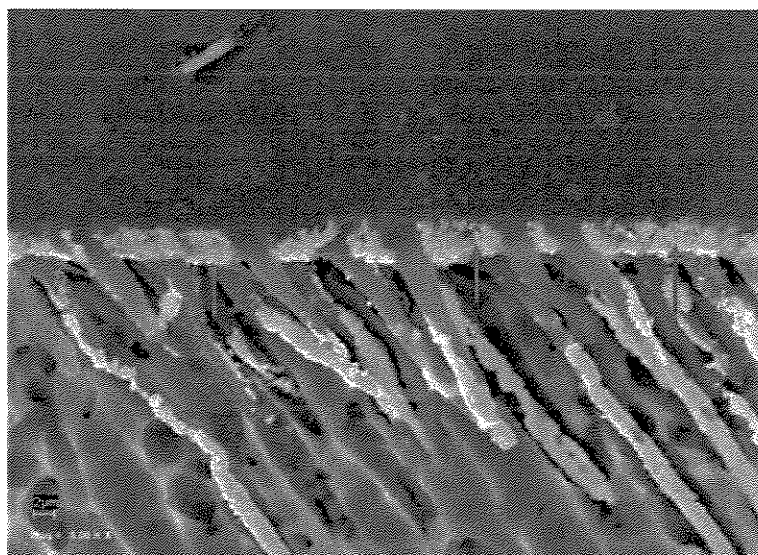


Figura 74. Interface adesiva formada pelo sistema Scotchbond 1, em dentina normal, após 24 horas de armazenagem. Presença de *tags* resinosos prolongados, com nanoinfiltração na base da camada híbrida.

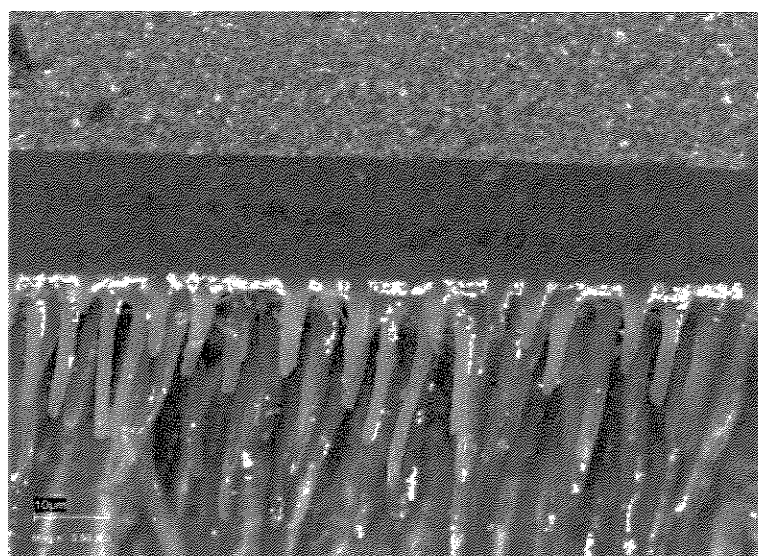


Figura 75. Interface adesiva formada pelo sistema Scotchbond 1, em dentina afetada por cárie, após 24 horas de armazenagem. Notar menor penetração do adesivo por entre os túbulos, pelo formato mais curto dos *tags*. Nanoinfiltração na base da camada híbrida.

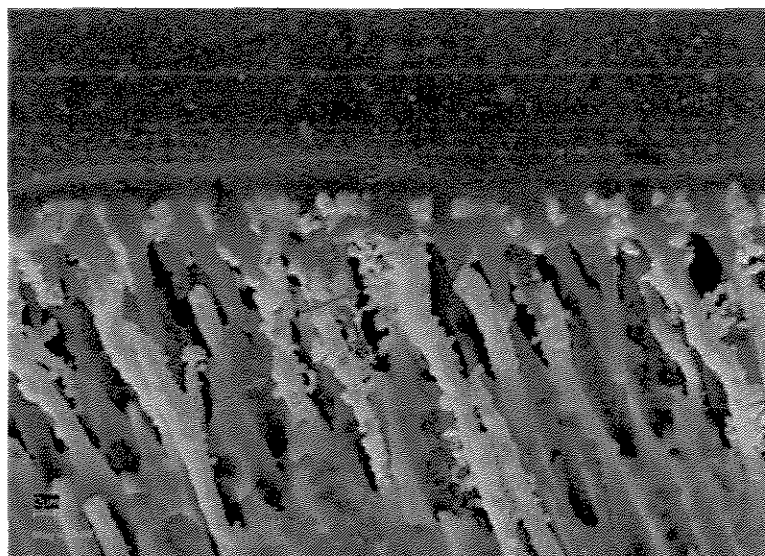


Figura 76. Interface adesiva formada pelo sistema Scotchbond 1, em dentina normal, após 6 meses de armazenagem. Nanoinfiltração glomerular na base da camada híbrida e na parte inferior dos *tags* resinosos.

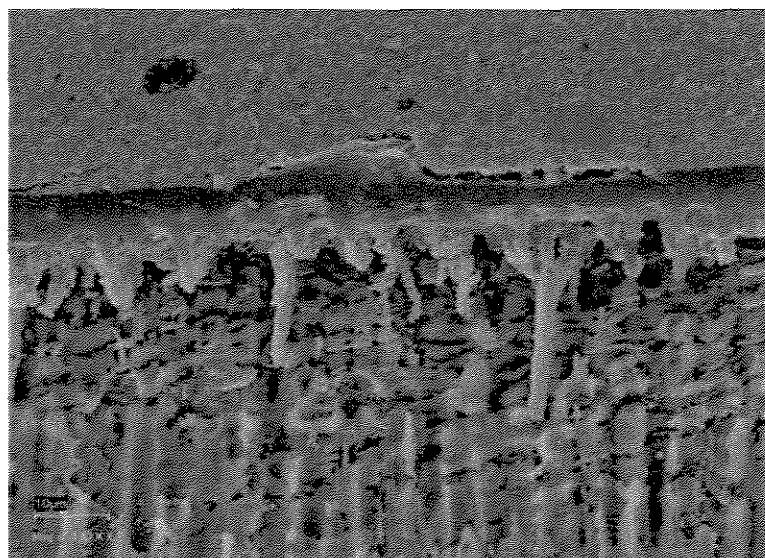


Figura 77. Interface adesiva formada pelo sistema Scotchbond 1, em dentina afetada por cárie, após 6 meses de armazenagem. Ausência de formação de *tags* de resina, infiltração de nitrato de prata na base da camada híbrida, destacamento da camada híbrida da base de compósito.

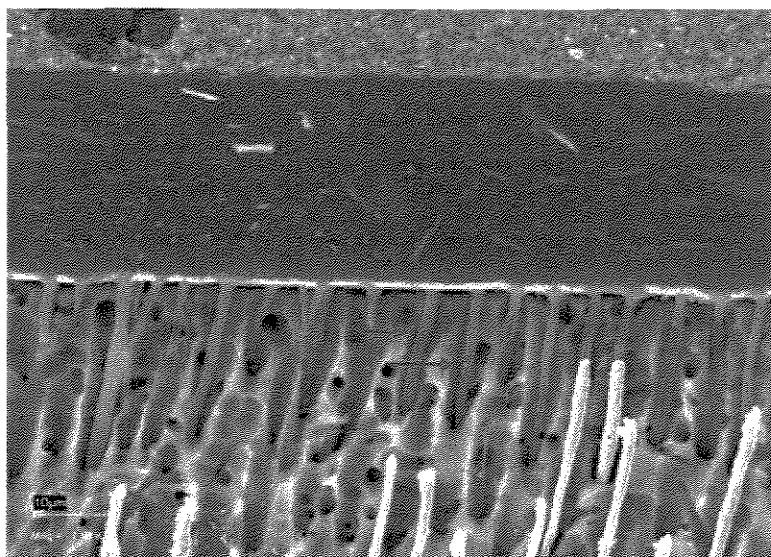


Figura 78. Interface adesiva formada pelo sistema Protect Bond, em dentina normal, após 24 horas de armazenagem. Formação de *tags* resinosos com paredes paralelas, e de nanoinfiltração uniforme na base da camada híbrida.

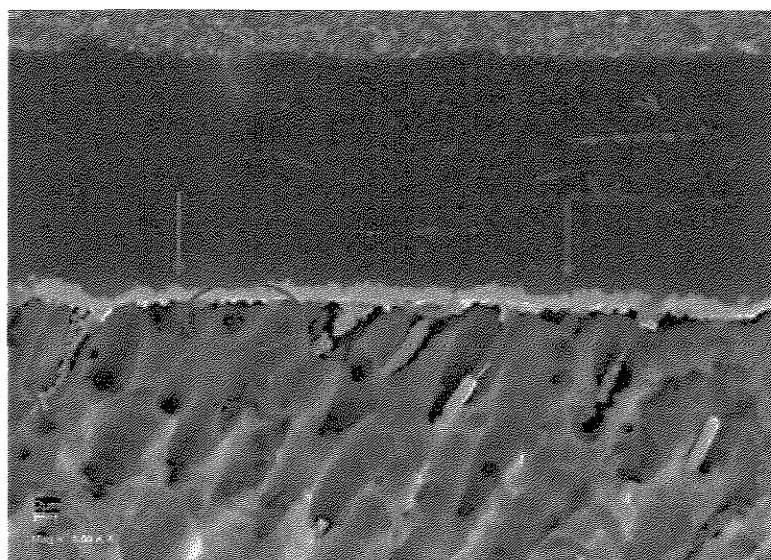


Figura 79. Interface adesiva formada pelo sistema Protect Bond, em dentina afetada por cárie, após 24 horas de armazenagem. Áreas com ausência de formação de *tags* de resina e densa deposição de nitrato de prata.

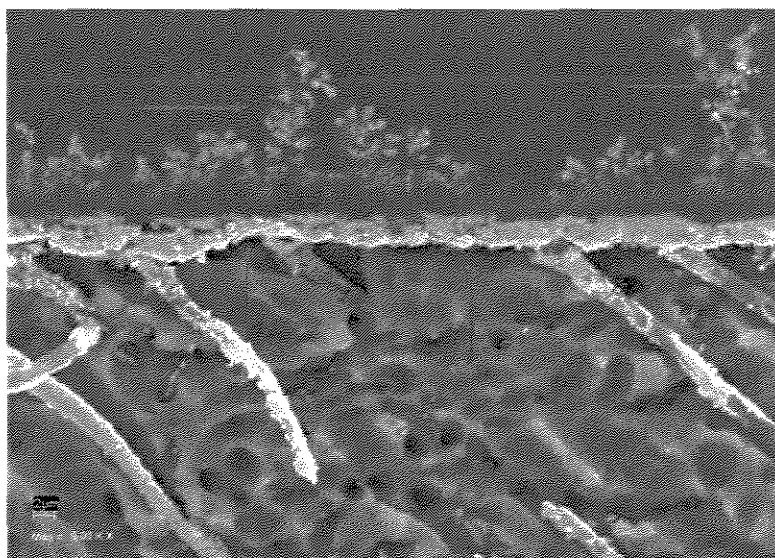


Figura 80. Interface adesiva formada pelo sistema Protect Bond, em dentina normal, após 6 meses de armazenagem. Camada híbrida e tags com alta taxa de nanoinfiltração. Notar na parte superior da camada híbrida (camada adesiva) formação de nanoinfiltração com padrão de “water-trees”.

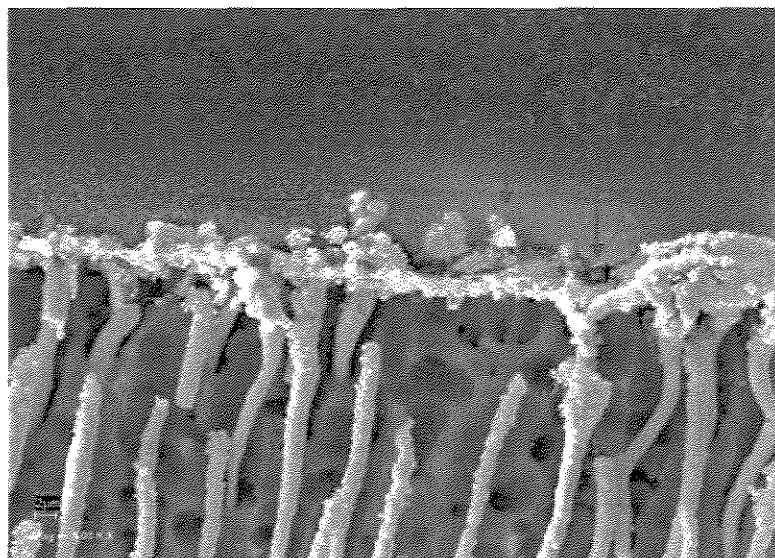


Figura 81. Interface adesiva formada pelo sistema Protect Bond, em dentina afetada por cárie, após 6 meses de armazenagem. Descolamento da parte inferior da camada híbrida (observar fenda), com nanoinfiltração glomerular.

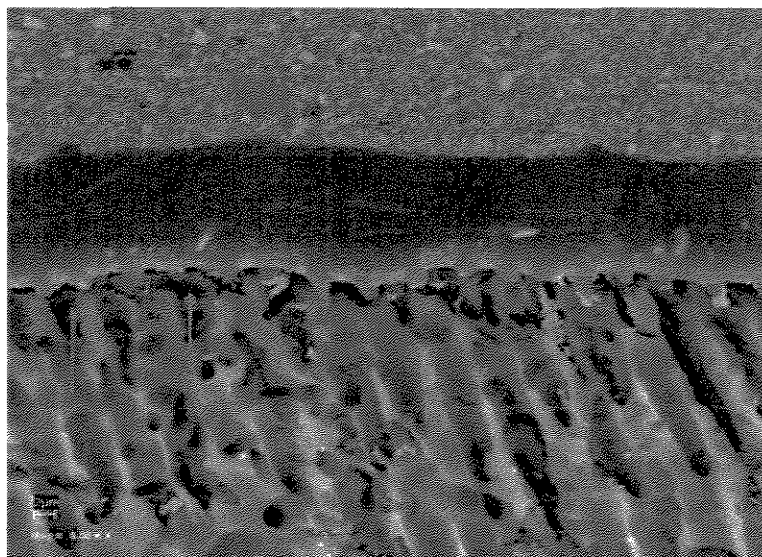


Figura 82. Interface adesiva formada pelo sistema AdheSE, em dentina normal, após 24 horas de armazenagem. Escassa formação de tags resinosos, caracterizando uma hibridização inconsistente.

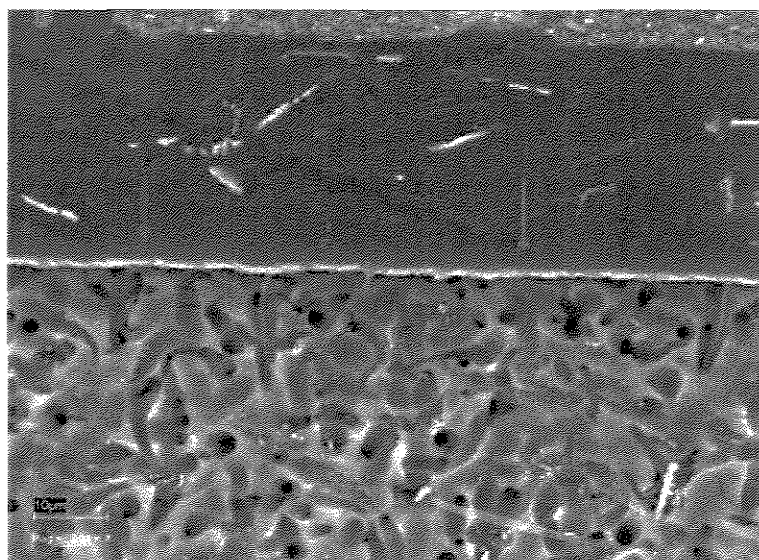


Figura 83. Interface adesiva formada pelo sistema AdheSE, em dentina afetada por cárie, após 24 horas de armazenagem. Observar deposição de nitrato de prata na base da camada híbrida, e complexidade do substrato dentinário.

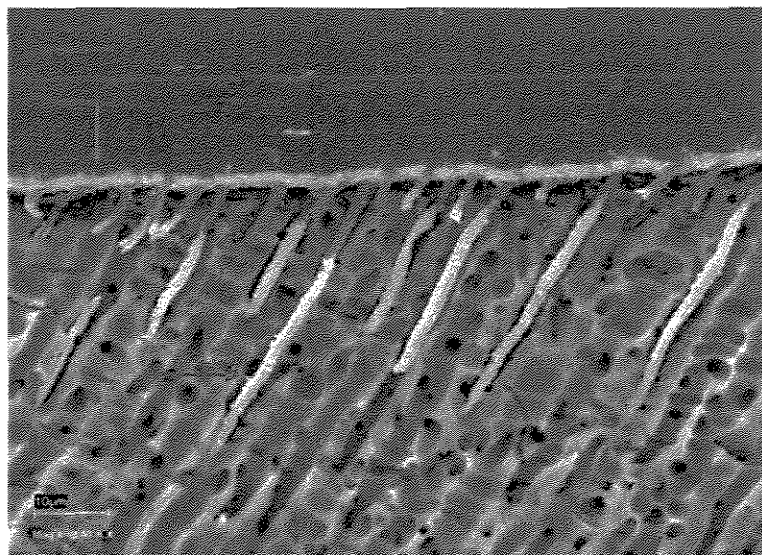


Figura 84. Interface adesiva formada pelo sistema AdheSE, em dentina normal, após 6 meses de armazenagem. Deposição de nitrato de prata principalmente na base da camada híbrida, com formação reticular. Na parte mais inferior dos tags observa-se uma deposição mais granular.

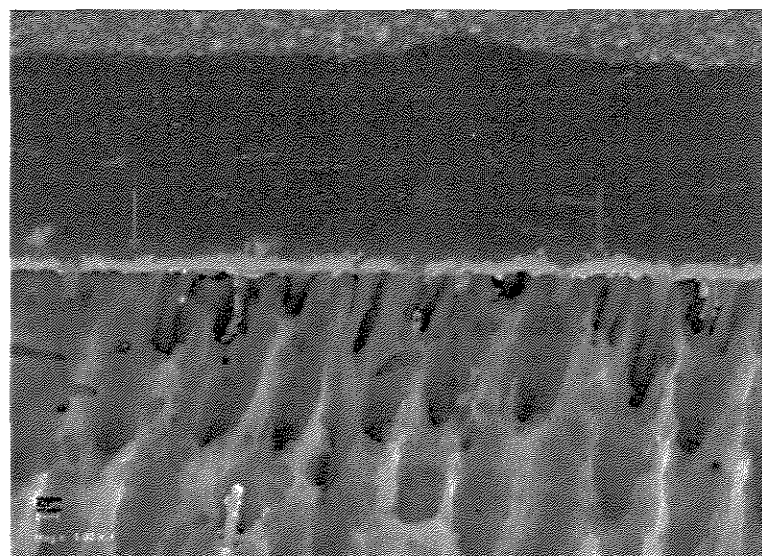


Figura 85. Interface adesiva formada pelo sistema AdheSE, em dentina afetada por cárie, após 6 meses de armazenagem. Padrão reticular de nanoinfiltração, com pouca hibridização peritubular.

Na Odontologia Restauradora atual, a qual apresenta conceitos minimamente invasivos, tem-se como um dos principais objetivos, quando da escavação da dentina cariada, eliminar somente a camada mais externa da lesão, altamente infectada por bactérias, irreversivelmente desmineralizada e contendo uma biomassa desnaturada (MASSLER, 1967; FUSAYAMA, 1979). Tal procedimento tem como objetivo preservar a parte mais interna da lesão, denominada de dentina afetada por cárie (WEI *et al.*, 1968; KATO *et al.*, 1970), buscando assim uma efetiva restauração da cavidade, conservação da estrutura dental remanescente, além de prevenção da progressão da doença. Devido ao seu íntimo envolvimento com a parede pulpar em cavidades profundas, este tipo de dentina assume considerável relevância clínica, uma vez que sua manutenção torna-se essencial para o estado vital do dente (YOSHIYAMA *et al.*, 2000) e a conservação da estrutura dental.

Partindo-se do princípio que a qualidade e a durabilidade dos tratamentos adesivos dentinários são totalmente dependentes das propriedades do substrato dental a ser restaurado, o presente estudo teve como metas determinar a influência do tempo de armazenagem na resistência de união de dois sistemas adesivos autocondicionantes e um sistema adesivo convencional, quando aderidos à dentina normal ou afetada por cárie, por meio de testes de resistência à tração, bem como análise microscópica da interface adesiva em microscopia eletrônica de varredura (avaliação da nanoinfiltração) e microscopia óptica de luz (método de tricrômico de Masson).

A partir dos resultados obtidos, pode-se observar que após 24 horas de armazenamento em água, os valores de resistência de união à dentina normal foram mais altos, quando comparados à dentina afetada por cárie (GRÁFICO 1). Como previamente observado em outros estudos (NAKAJIMA *et al.*, 1995, 1999; YOSHIYAMA *et al.*, 2003; CEBALLOS *et al.*, 2003; DOI *et al.*, 2004; ARRAIS *et al.*, 2004), tanto a aplicação de um sistema adesivo autocondicionante quanto de um sistema convencional de frasco único no substrato dentinário afetado por cárie

resultou em valores mais baixos de resistência adesiva. O principal fator envolvido neste fraco desempenho dos sistemas adesivos neste tipo de substrato está diretamente relacionado às suas características morfológicas, que o diferenciam consideravelmente do substrato dentinário normal.

A evolução da doença cárie consiste em um processo dinâmico de episódios cíclicos de desmineralização e remineralização (FUSAYAMA *et al.*, 1979; SHIMIZU *et al.*, 1981; VASILADIS *et al.*, 1983). A dentina afetada por cárie apresenta-se como um substrato mais sensível que a dentina normal (HOSOYA *et al.*, 2000; CEBALLOS *et al.*, 2003), uma vez que se apresenta parcialmente desmineralizado (FUSAYAMA *et al.*, 1966; NAKAJIMA *et al.*, 1995; MARSHALL *et al.*, 2001). Os cristais presentes na fase intertubular da dentina afetada são maiores, além de aleatoriamente distribuídos, com largos cristais de apatita dispostos de maneira mais afastada, quando comparados à dentina normal (DACULSI *et al.*, 1979). Adicionalmente, a maioria dos túbulos na dentina afetada por cárie mostra-se ocluídos por depósitos minerais (OGAWA *et al.*, 1983; MARSHALL *et al.*, 2001). Baseado nestes fenômenos, alguns estudos têm demonstrado que estas alterações físico-químicas seriam os principais fatores responsáveis pelos baixos valores de resistência de união observados neste tipo de substrato (NAKAJIMA *et al.*, 1999, 2000; CEBALLOS *et al.*, 2003; YOSHIYAMA *et al.*, 2003; ARRAIS *et al.*, 2004; YAZICI *et al.*, 2004), fato o qual corrobora com o presente estudo..

De acordo com FRANK & VOEGEL (1980), os processos odontoblásticos não se degeneram e não se retraem diante da agressão, provendo à matriz celular subsídios para a remineralização da dentina afetada por cárie e formação de cristais compostos por hidroxiapatita e cristais *whitelockite* (SHIMIZU *et al.*, 1981; OGAWA *et al.*, 1983) no interior dos túbulos dentinários. No entanto, estes minerais presentes nos túbulos podem apresentar-se mais resistentes à ação dos ácidos devido a sua diferente composição (LEGEROS, 1991; LEFEVRE *et al.*, 1976). Ao mesmo tempo, estes depósitos podem permitir um condicionamento e desmineralização mais profundos da dentina intertubular (ARRAIS *et al.*, 2004), já que apesar de apresentar alto conteúdo mineral, a dentina afetada por cárie constitui-se em um substrato mais poroso (NAKAJIMA *et al.*, 1995, 2005; LEE *et al.*, 2003; ANGKER *et al.*, 2004; ITO *et al.*, 2005).

Finalmente, tais conglomerados minerais no interior dos túbulos dentinários previnem a formação apropriada dos *tags* resinosos quando da aplicação dos sistemas adesivos (HARNIRATTISAI *et al.*, 1992; NAKAJIMA *et al.*, 1995, 2000; YOSHIYAMA *et al.*, 2000, 2002), uma vez que a extensão de desmineralização da dentina intertubular está diretamente relacionada ao grau de obliteração dos túbulos dentinários (HARNIRATTISAI *et al.*, 1992). Tais características podem confirmar os resultados de resistência de união realizadas neste experimento (TABS. 8, 9 e 10), já que com o processo de desmineralização limitado ou até comprometido, os subseqüentes processos de difusão e impregnação dos monômeros adesivos por entre as fibrilas colágenas tornam-se pouco eficazes, comprometendo a resistência adesiva dos sistemas autocondicionantes e convencionais, quando aplicados na dentina afetada por cárie.

Após 6 meses de armazenamento, foi possível observar um comportamento semelhante ao obtido em dentina normal e afetada por cárie quando da avaliação por 24 horas (TABS. 11, 12 e 13). Para todos os sistemas adesivos avaliados, independente da técnica adesiva (convencional ou autocondicionante) maiores valores de união foram obtidos em dentina normal. Não há relatado na literatura estudos que avaliam a degradação das interfaces adesivas em dentina afetada por cárie. Baseado nos resultados obtidos no presente estudo é passível de especulação que em função de um maior teor de água intrinsecamente à dentina afetada por cárie (ANGKER *et al.*, 2004; ITO *et al.*, 2005), esta umidade atue de maneira mais pronunciada nos polímeros presentes na camada híbrida, favorecendo a plastificação e degradação dos monômeros (TAY *et al.*, 2002, 2003; CARRILHO *et al.*, 2005; CARVALHO *et al.*, 2005). ITO *et al.* (2005) encontraram uma relação inversa entre resistência intrínseca e grau de umidade do substrato dentinário. Além de conter uma maior quantidade de água, o substrato dentinário afetado por cárie apresenta propriedades mecânicas inferiores à dentina normal (HOSOYA *et al.*, 2000; MARSHALL *et al.*, 2001; NAKORNCHAI *et al.*, 2004; ANGKER *et al.*, 2004; ARRAIS *et al.*, 2004).

Outra justificativa para tais resultados poderia estar relacionada ao selamento promovido pela dentina afetada por cárie. LEE *et al.* (2003) relataram que após a utilização do sistema adesivo Clearfil Protect Bond em áreas de dentina normal e afetada por cárie, observou-se uma estabilidade de selamento durante as 16 semanas do estudo, enquanto em dentina infectada

foi-se observando uma deterioração, significativa após 8 semanas. No entanto, em função das diferenças entre o tempo de armazenamento entre os estudos (2 meses), morfologia e fisiologia entre os substratos normais e afetados por cárie, pode-se supor que um decréscimo da capacidade de selamento, a longo prazo, também reduziria os valores de resistência de união para todos os sistemas adesivos avaliados.

O sistema adesivo convencional de frasco único Adper Scotchbond 1 e o sistema autocondicionante Clearfil Protect Bond apresentaram maiores valores de resistência de união em dentina normal, comparado ao sistema adesivo autocondicionante AdheSE. Igualmente, em dentina afetada por cárie, o sistema adesivo autocondicionante AdheSE resultou nos mais baixos valores de união adesiva (TABS. 14, 15, 16, 17).

O sistema adesivo Adper Scotchbond 1, baseado no condicionamento ácido total das estruturas dentais, apresenta-se como uma mistura de HEMA/etanol, que confere a este adesivo uma ótima molhabilidade por entre a superfície dentinária condicionada (TAY & PASHLEY, 2003). Além disso, a presença de água em sua composição permite a manutenção das fibrilas colágenas desmineralizadas em uma condição de expansão (NAKAJIMA *et al.*, 2000), mesmo após a evaporação dos solventes. Tal característica permite uma melhor infiltração dos monômeros resinosos, e, conseqüentemente, eleva os valores de união iniciais à superfície dentinária (NUNES *et al.*, 2001; HASHIMOTO *et al.*, 2001a, 2003).

Como anteriormente relatado, os valores de união obtidos com o sistema adesivo Adper Scotchbond 1 foram similares ao autocondicionante Clearfil Protect Bond. Este sistema adesivo autocondicionante de dois passos contém um monômero ácido (10-MDP / 10-metacriloloxidecildihidrogênio fosfato), o qual apresenta uma alta capacidade de aumentar a molhabilidade das superfícies dentais, além de quelar íons cálcio presentes na dentina (CEBALLOS *et al.*, 2003; CARVALHO *et al.*, 2005). Adicionalmente, estudos microscópicos mostram que este adesivo autocondicionante causa uma mínima dissolução dos tampões dentinários, facilitando a penetração, impregnação, polimerização e retentividade micromecânica dos monômeros por entre a *smear layer* e pela dentina subjacente (ARMSTRONG *et al.*, 2003), formando camadas híbridas que

forneçam valores de resistência de união aceitáveis (TAY *et al.*, 2000; YOSHIYAMA *et al.*, 2002; SENGUN *et al.*, 2002; YAZICI *et al.*, 2004).

Por outro lado, mesmo o *primer* ácido do sistema adesivo AdheSE apresentando um pH mais baixo (1,7), comparado ao do sistema Clearfil Protect Bond (1,9), frente à presença de depósitos minerais na dentina afetada por cárie, não se obteve maiores valores de resistência de união para este sistema adesivo. Tal fato pode ser explicado pela presença, no sistema AdheSE, de uma maior quantidade de monômeros hidrófobos, que conferem a este sistema adesivo uma menor molhabilidade das estruturas dentárias, com ângulos de contato mais elevados. Assim, mesmo apresentando propriedades mais ácidas, os monômeros não apresentam capacidade de se difundir por entre a dentina (CARVALHO *et al.*, 2005), comprometendo a hibridização e a retenção deste sistema adesivo, tanto em dentina normal, quanto em dentina afetada por cárie. Aliado a estas características, outras razões podem ser especuladas quanto ao fraco desempenho deste sistema adesivo, tanto em dentina normal quanto em afetada por cárie: uma reduzida força intrínseca dos monômeros e polímeros resinosos adesivos, bem como um menor grau de polimerização dos monômeros resinosos (TAY & PASHLEY, em 2003), provavelmente em função de um maior efeito de inibição da fotopolimerização pelos solventes e pelo oxigênio (TAY *et al.*, 2002).

Estudos investigando a longevidade de restaurações adesivas têm mostrado que a dentina desprovida do seu conteúdo mineral e não totalmente infiltrada pelo monômero adesivo tem potencial de gerar regiões de degradação pela infiltração da água (OKUDA *et al.*, 2002; ARMSTRONG *et al.*, 2003; DE MUNCK *et al.*, 2003), podendo trazer prejuízos para a restauração em longo prazo (HASHIMOTO *et al.*, 2001b, 2002a, 2003a; TAY *et al.*, 2003; CARRILHO *et al.*, 2005). Uma grande queda nos valores de resistência de união é normalmente esperada para os sistemas adesivos que se baseiam no condicionamento ácido dental, em função da existência de uma fase de discrepância entre os processos de desmineralização e de penetração dos monômeros resinosos (SANO *et al.*, 1994, 1995; HASHIMOTO *et al.*, 2003ab; ARMSTRONG *et al.*, 2003; TAY *et al.*, 2003).

Tal expectativa pode ser observada no presente estudo, uma vez que somente para o sistema adesivo convencional Adper Scotchbond 1 foi possível detectar redução significativa nos valores de união à dentina normal após 6 meses de armazenamento dos espécimes (TABS. 3, 4, 5). ARMSTRONG *et al.* (2003) detectou diferenças significativas nos valores de resistência de união para sistemas adesivos convencionais após 6 meses de armazenamento, e relatou que após 15 meses, não foi possível mais notar estas diferenças, especulando que após um maior tempo de armazenamento, um padrão de degradação comum entre os diferentes tipos de sistemas adesivos acontece. Diferenças na molhabilidade dos sistemas adesivos, *i.e.*, a habilidade dos componentes adesivos em tolerar a presença de água durante a penetração por entre os espaços intrafibrilares também poderiam afetar os valores de união ao longo do tempo. Tal habilidade pode ser afetada por fatores como natureza hidrófila ou hidrófoba dos monômeros, tipo e quantidade de solvente, sendo que se apresenta distinta para cada sistema adesivo (WANG & SPENCER, 2005).

Como reportado em estudos anteriores, a presença de uma alta quantidade do monômero hidrófobo Bis-GMA no sistema adesivo Adper Scotchbond 1 poderia gerar uma resistência na difusibilidade em áreas com presença de água residual, levando a uma separação das fases do adesivo concomitantemente à penetração por entre a dentina desmineralizada, formando uma emulsão antes da polimerização dos monômeros (TAY *et al.*, 2002; TAY & PASHLEY, 2003). Esta separação de fases cria, por fim, uma camada híbrida altamente porosa. Em um curto prazo, este evento não causou redução nos valores de união, mas após 6 meses de armazenamento, tal efeito refletiu-se em menores valores de resistência de união.

Já em dentina afetada por cárie, foi possível observar um padrão de degradação semelhante, tanto para os sistemas adesivos autocondicionantes quanto para o sistema adesivo convencional (TABS. 6, 7, 8). Uma possível explicação para a redução nos valores de união está no fato de que a resina adesiva é um material quimicamente susceptível, a qual poderia ser afetada pelo íntimo contato com a água, levando a uma hidrólise do material (HASHIMOTO *et al.*, 2003b, TAY *et al.*, 2003). Sendo assim, o fato do sistema adesivo convencional deixar uma zona de colágeno não englobada pelos monômeros se equipararia com a degradação da fase resinosa dos sistemas adesivos autocondicionantes. De acordo com CARVALHO *et al.* (2005), há uma incompleta

infiltração resinosa também em alguns sistemas adesivos autocondicionantes, que podem ser causados por um potencial de condicionamento por parte dos monômeros ácidos bastante reduzido, principalmente na base da camada híbrida, ou ainda, pela presença de componentes adesivos hidrófilos, com propriedades ácidas, mas não polimerizados, que criam sítios potenciais para a degradação das interfaces destes sistemas adesivos. Apesar do mecanismo da susceptibilidade à degradação dos polímeros dos adesivos dentais ainda não estar elucidado quanto a sua evolução, sabe-se que a composição química dos monômeros (*i.e.*, 10-MDP, HEMA, Bis-GMA) e dos solventes (*i.e.*, acetona, etanol ou água) são fatores que afetam a rigidez e integridade da fase adesiva da camada híbrida a longo prazo.

Maior atenção passou a ser direcionada nas análises de resistência de união e na durabilidade dos materiais adesivos aplicados em substratos dentinários com maior relevância clínica, *i.e.* infectada por cárie (KIMOCHI *et al.*, 1999), afetada por cárie (NAKAJIMA *et al.*, 1995, 1999, 2000, YOSHIYAMA *et al.*, 2000) ou dentina esclerótica (YOSHIYAMA *et al.*, 1996; KWONG *et al.*, 2000) a partir da utilização da técnica de microtração por Sano *et al.* (1994). Tal técnica possibilitou a análise da resistência de união envolvendo áreas muito menores e específicas, de 0,7 a 1 mm² aproximadamente, o que permitiu a avaliação, neste estudo, da tração sobre a interface de união adesiva produzida pelos sistemas adesivos na dentina afetada por cárie de maneira isolada e precisa. A influência de fatores locais da dentina, bem como fatores externos (*i.e.*, tempo e meio de armazenamento dos espécimes) sobre a adesão dos sistemas adesivos tornaram-se mais evidentes (HASHIMOTO *et al.*, 2002bc, 2003b; ARMSTRONG *et al.*, 2003; DE MUNCK *et al.*, 2003; YOSHIDA *et al.*, 2004).

Neste estudo foi aplicado o ensaio de microtração com a técnica do *trimming*, a qual consiste na confecção de fatias de dentes com 0,7 a 1 mm de espessura a partir de dentes restaurados com resina composta (SANO *et al.*, 1994). Através do desgaste nas suas laterais, estas fatias apresentavam espessura na região de interface de união adesiva limitada a aproximadamente 1 mm, promovendo a forma de fatia de ampulheta ao espécime, limitando o teste de tração a uma área menor que 1 mm², e permitindo também o isolamento da região de dentina afetada por cárie. Deste modo, embora apresente algumas desvantagens, como fácil desidratação e geração de

tensões durante a realização das secções e constrições dos espécimes (PASHLEY *et al.*, 1999; SHONO *et al.*, 1999), esta metodologia permitiu que fossem observadas neste estudo diferenças significativas entre os valores de adesão obtida em dentina normal e dentina afetada por cárie, para os diferentes sistemas adesivos, nos diferentes tempos de armazenamento.

No presente estudo, o padrão de fratura dos espécimes mostrou-se altamente relacionado com todos os fatores experimentais avaliados. As porcentagens de distribuição dos tipos de fratura evidenciaram diferenças de uma maneira mais preponderante para o tipo de dentina e o tipo de adesivo utilizado (TAB. 20). No entanto, cabe ressaltar que, uma vez que foram observadas diferenças estatisticamente significantes para o fator armazenamento, o método de aceleração do envelhecimento dos espécimes com área adesiva reduzida apresentou efetividade metodológica (HASHIMOTO *et al.*, 2001b, 2002a, 2003b, CARRILHO *et al.*, 2005). Independentemente do tipo de sistema adesivo (convencional ou autocondicionante), fraturas na base da camada híbrida aumentaram consideravelmente depois de um maior tempo de exposição ao meio aquoso (*i.e.*, 6 meses de armazenamento em água). A ação hidrolítica do meio sobre as fibrilas colágenas expostas ou pobremente encapsuladas pode estar também associada com o declínio dos valores de resistência de união.

De uma maneira geral, o padrão de fraturas do tipo I (falha adesiva entre o adesivo e a dentina) apresentou uma maior correlação com valores de resistência de união mais baixos. Já o padrão de falha do tipo II (coesiva do adesivo) foi principalmente detectado em espécimes com valores de resistência de união mais altos. O padrão de fratura do tipo III (falha coesiva parcial na dentina) foi observado em maiores porcentagens principalmente em espécimes de dentina afetada por cárie. O processo carioso reduz as propriedades mecânicas da dentina afetada por cárie (MARSHALL *et al.*, 2001), tornando-a mais porosa (YOSHIYAMA *et al.*, 2002), com menor resistência intrínseca, além de conter mais água, quando comparada à dentina normal (ITO *et al.*, 2005). O padrão de fratura do tipo IV (falha coesiva parcial no compósito) foi o que apresentou menor frequência, e também se mostrou relacionado com altos valores de resistência de união.

Para o sistema adesivo Adper Scotchbond 1, foi possível notar uma tendência de fraturas do tipo II, seguida por fraturas do tipo I; fato que só se inverteu quando o sistema adesivo foi aplicado em dentina afetada por cárie, após 24 horas de armazenamento (FIGS. 38, 39, 40, 41, 50, 51, 52, 53). O padrão de fratura do tipo II apresentou-se como falha na camada adesiva logo acima da camada híbrida, não deixando assim áreas de dentina exposta. O fato de não deixar a dentina mineralizada subjacente exposta mostra-se como uma vantagem, supondo-se assim a existência de uma melhor hibridização da dentina peri e intertubular. Tal efetividade pode ser refletida em melhores valores de resistência de união.

O sistema adesivo Clearfil Protect Bond apresentou uma predominância de fraturas do tipo I, com áreas da superfície exibindo dentina e outras exibindo camada híbrida (FIGS. 42, 43, 44, 45, 54, 55, 56, 57). Após 6 meses de armazenamento, não foram detectadas áreas de dissolução, tanto da fase adesiva, quanto da fase resinosa da camada híbrida. A resistência à degradação hidrolítica dos polímeros presentes neste sistema adesivo pode ser um fator importante na manutenção dos valores de resistência de união, bem como a uma maior integridade da interface resina/dentina. Um maior grau de polimerização dos monômeros e a presença do monômero ácido 10-MDP, que promove uma união química ao cálcio, também seriam possíveis explicações para justificar a menor susceptibilidade deste adesivo a hidrólise.

Os menores valores de resistência de união foram obtidos com o sistema adesivo AdheSE (GRÁFICO 1), para todos os grupos experimentais avaliados. Da mesma maneira, foi possível observar uma maior frequência de fraturas do tipo I para este sistema adesivo (TAB. 20; FIGS. 46, 47, 48, 49, 58, 59, 60, 61). A presença de água residual na interface adesiva, associada a uma maior solubilidade da matriz resinosa do sistema adesivo e um baixo grau de polimerização pode ter levado a formação de defeitos na interface adesiva, caracterizando-se por baixa infiltração por entre as fibras colágenas na camada híbrida.

Os valores iniciais de resistência de união não se mantêm de uma maneira homogênea para os sistemas adesivos hidrófilos, após armazenamento por longos períodos de tempo em água (BURROW *et al.*, 1996; SANO *et al.*, 1999). Tal instabilidade também é detectada

quando se utilizam substratos dentinários alterados (NAKAJIMA *et al.*, 1995; YOSHIYAMA *et al.*, 1996; KIMOCHI *et al.*, 1999; KWONG *et al.*, 2000). Numerosos estudos sugerem que a zona de interdifusão resina-dentina é altamente complexa, com variações na extensão e na consistência da infiltração dos monômeros adesivos (SANO *et al.*, 1995; LI *et al.*, 2000). No presente estudo, quando da utilização da técnica de nanoinfiltração com nitrato de prata, pode-se comprovar uma baixa infiltração destes monômeros por entre a dentina desmineralizada, deixando áreas de nanoespaços por entre a camada híbrida (SANO *et al.*, 1995). Para todos os sistemas adesivos estudados (independentemente da técnica adesiva, *i.e.*, convencional ou autocondicionante), foi possível observar nanoinfiltração na base da camada híbrida, e quase sempre ao longo desta estrutura também (LI *et al.*, 2000).

O padrão de nanoinfiltração para o sistema adesivo Adper Scotchbond 1 em dentina normal revelou uma disposição reticular na base da camada híbrida (FIGS. 74, 76). Este sistema adesivo contém em sua composição HEMA, e como solventes, água e etanol. A presença do HEMA poderia vir a reduzir a pressão de vapor da água, dificultando a sua remoção nas áreas mais profundas de dentina desmineralizada. Sendo assim, a formação de áreas de "hidrogéis" de HEMA poderiam tornar a camada híbrida mais porosa, facilitando a deposição de partículas de nitrato de prata. Outro fator que pode ter favorecido a nanoinfiltração para este sistema adesivo pode ter sido uma incompleta penetração dos monômeros por entre a dentina desmineralizada. Copolímeros do ácido polialcenóico estão presentes na composição deste sistema adesivo, e sabe-se que tais componentes apresentam um alto peso molecular. Em função desta peculiaridade, é de se supor a formação de um acúmulo destas moléculas na parte superior da camada híbrida, que pode ter impedido a correta difusão dos monômeros pela dentina condicionada, resultando em áreas de fibrilas colágenas não encapsuladas na base da camada híbrida (TAY *et al.*, 2003).

Além de interferir no processo de desmineralização da superfície dentinária, foi possível observar que a presença de depósitos minerais no interior dos túbulos da dentina afetada por cárie impediu também a formação de *tags* de resina e a conseqüente hibridização da dentina peritubular (FIG. 75 e 77), fatores de considerável importância na resistência de união de superfícies dentinárias de profundidade média (YOSHIYAMA *et al.*, 1996, KWONG *et al.*, 2000), como as

utilizadas neste estudo. Além disto, a ausência de anastomoses devido à falta de penetração dos monômeros adesivos no interior dos túbulos poderia comprometer ainda mais a resistência adesiva na dentina afetada por cárie (NAKAJIMA *et al.*, 1995, CHAPPELL *et al.*, 1994).

Apesar de se imaginar que não deveria haver discrepâncias entre a profundidade de desmineralização e de infiltração resinosa para os sistemas adesivos autocondicionantes, foi possível notar áreas de nanoinfiltração para os dois sistemas adesivos desta categoria estudados. A presença de cristais minerais resistentes aos ácidos devido à sua composição alterada no interior dos túbulos dentinários (FUSAYAMA & SAIMI, 1996), bem como a presença de *smear layer* rica em cálcio, poderiam exercer maior efeito tampão sobre o *primer* ácido, elevando prontamente seu pH. Sem o mesmo poder de dissolução da *smear layer* e criação dos canais de difusão, os sistemas autocondicionantes teriam sua capacidade de penetração reduzida entre as fibrilas colágenas, comprometendo a qualidade da hibridização, e, conseqüentemente, elevando o grau de incorporação de partículas de nitrato de prata.

Imaginava-se que originalmente o evento da nanoinfiltração ocorresse somente em áreas da camada híbrida que não estavam devidamente encapsuladas pela resina adesiva. No entanto, a mistura HEMA e do MDP presente na formulação do sistema adesivo Clearfil Protect Bond pode ter vindo a criar canais de difusão na matriz dentinária subjacentes aos criados na *smear layer* (WATANABE *et al.*, 1994), fato que permitiu a deposição de cristais de nitrato de prata ao longo da camada híbrida, após 24 horas de armazenamento em água, e independentemente do tipo de dentina avaliada (FIGS. 79, 80). Após 6 meses de armazenamento, tal deposição se mostrou mais evidente ainda (FIGS. 80, 81).

As imagens das interfaces promovidas pelo sistema autocondicionante AdheSE exibiram regiões onde aparentemente não havia a formação de *tags* resinosos e pouca hibridização (FIGS. 82, 83), tanto em dentina normal quanto em afetada por cárie, o que representaria focos de fragilidade da interface que poderiam romper prematuramente. Ao longo do tempo, o acúmulo de monômeros metacrílicos ácidos não polimerizados contendo ligações cruzadas de ésters, susceptíveis à hidrólise (TAY *et al.*, 2002; TAY & PASHLEY, 2003), pode ter comprometido a

qualidade da interface adesiva. Uma vez que para que haja a ionização destes monômeros, obrigatoriamente deve haver água, a hidrólise dos grupos fosfato pode vir a resultar na geração de compostos de poliol, bem como de ácidos metacrílico e fosfórico (TAY *et al.*, 2002; CARVALHO *et al.*, 2005). Estes ácidos são componentes não-polimerizáveis, que continuam incessantemente o condicionamento da dentina, mesmo após a formação da camada híbrida, favorecendo o acúmulo de íons prata em toda a interface adesiva (FIGS. 84, 85).

Apesar dos sistemas adesivos utilizados neste estudo conterem monômeros e solventes hidrófilos, há fortes indícios de que tanto os sistemas adesivos autocondicionantes quanto o convencional, não foram capazes de penetrar completamente por entre as porosidades que estão presentes nos substratos dentinários normal e afetado por cárie. No entanto, muitas dúvidas ainda rodeiam a informação fornecida pelos testes de nanoinfiltração da camada híbrida. Alguns autores (SANO *et al.*, 1994, 1995; LI *et al.*, 2000; WANG & SPENCER, 2005) especulam que o nitrato de prata não seria um meio específico para identificar a infiltração por entre a camada híbrida, uma vez que a infiltração por entre esta estrutura está primariamente associada com fibrilas colágenas expostas, e que a solução de nitrato de prata poderia, por si própria, criar canais de difusão por entre as estruturas hibridizadas da interface adesiva (TAY *et al.*, 2002).

Sendo assim, no presente estudo, foi utilizada também outra técnica de visualização e determinação da degradação da interface adesiva, através da marcação das fibrilas colágenas não encapsuladas; pela técnica histológica do tricrômico de Masson. Comparada a microscopia eletrônica de varredura, descarta-se o tratamento com ácidos (H_3PO_4 , HCl) fortes em combinação com soluções desproteinizantes (NaOCl), que podem remover o mineral presente na camada híbrida e na dentina mineralizada subjacente, dificultando a avaliação detalhada das interfaces adesivas. Utilizando-se desta técnica, a dentina mineralizada, bem como o colágeno protegido, se cora em verde. Já as áreas que contém fibrilas colágenas desprotegidas ou não-encapsuladas, bem como zonas com altos teores protéicos, se coram em vermelho. Finalmente, as áreas adesivas se coram muito fracamente com uma tonalidade cinza, quase transparente. Uma vez que o adesivo não penetra completamente por entre a dentina desmineralizada, ou que o substrato apresenta alto teor protéico, as proteínas e as fibrilas colágenas se apresentam disponíveis para serem coradas.

Adicionalmente, esta técnica não requer processos de desidratação, fixação dos espécimes e vácuo, procedimentos comuns à microscopia eletrônica que danificam as amostras e dificultam a correta interpretação das imagens das interfaces adesivas.

As diferenças de tonalidades para as secções resina/dentina refletem o grau e extensão de recobrimento das fibrilas colágenas pelos monômeros resinosos (WANG & SPENCER, 2005). A penetração adesiva, ou mais especificamente, o grau de envelopamento pela resina foi notoriamente maior em dentina normal (FIGS. 62, 64, 66, 68, 70, 72), quando comparada à dentina afetada por cárie, para todos os sistemas adesivos, nos dois diferentes tempos de armazenamento (FIGS. 63, 65, 67, 69, 71, 73). Isolando-se o fator substrato dentinário, seria possível estabelecer uma correlação entre resistência de união e presença de colágeno protegido pelos sistemas adesivos. Os distintos graus de encapsulamento do colágeno na interface adesiva podem ser atribuídos a diferenças nas características de molhabilidade dos sistemas adesivos (*i.e.*, ângulo de contato), e de energia de superfície da superfície dentinária.

Utilizando-se de uma técnica similar de observação da interface adesiva (tricroômico de Goldner), WANG & SPENCER (2005) também observaram que os sistemas adesivos atuais não são capazes de proporcionar um perfeito selamento da interface adesiva. Além disso, o tipo de dentina tratado também pode influenciar o grau de encapsulamento das fibrilas colágenas. No presente estudo, a dentina afetada por cárie, notoriamente, apresentou uma coloração rosácea, que contrasta com a coloração verde presente na dentina normal. Tal observação nos permite especular sobre a qualidade, quantidade e disponibilidade de aminoácidos colágenos (NAKORNCHAI *et al.*, 2004), além de questionar o grau de proteção que a fase inorgânica da dentina afetada por cárie estaria provendo às fibrilas colágenas. Uma vez que o substrato afetado por cárie é mais poroso, apesar de possuir uma maior quantidade de minerais, provavelmente o colágeno da dentina "mineralizada" apresenta-se mais vulnerável, em um processo mais avançado de desmineralização (ANKER *et al.*, 2004), quando comparada à dentina normal. Tal achado corrobora com o estudo de NAKAJIMA *et al.* (2005), que detectaram em dentina afetada por cárie um pico de íons N, o qual foi considerado como sendo uma zona de fibrilas colágenas desmineralizadas, não completamente infiltradas pelo sistema adesivo e pela dentina subjacente.

Outros fatores de origem orgânica podem ainda interferir na interação da dentina afetada por cárie, não só com os sistemas adesivos, mas também com os corantes utilizados nesta técnica histológica. De acordo com SHIMIZU *et al.* (1981), a dentina afetada por cárie apresenta maior metacromasia quando corada pelo azul de toluidina, fator este, atribuído a maior quantidade de mucopolissacarídeos ácidos no substrato. Possivelmente tais substâncias poderiam estar interferindo na conversão dos monômeros adesivos em polímeros, levando a uma polimerização menos efetiva da resina (NAKAJIMA *et al.*, 1995), comprometendo a resistência de união, e alterando a micromorfologia da camada híbrida. Além do mais, as fibrilas colágenas presentes neste tipo de substrato apresentam-se alteradas (NAKORNCHAI *et al.*, 2004) e com número menor de ligações cruzadas intermoleculares (dihidroxisinorleucina e hidroxilisino-leucina) (FUSAYAMA *et al.*, 1979; NAKORNCHAI *et al.*, 2004), o que pode comprometer suas propriedades físicas e conseqüentemente as da camada híbrida formada neste tipo de substrato.

Tais alterações, assim como a desmineralização parcial do substrato pelo processo carioso, podem ter influenciado nos valores de dureza Knoop observados na dentina afetada por cárie (YOSHIYAMA *et al.*, 1996; HOSOYA *et al.*, 2000; MARSHALL *et al.*, 2001; ANGKER *et al.*, 2004; ITO *et al.*, 2005), os quais se demonstraram inferiores à dureza observada na dentina normal (TAB. 18). A ausência de diferenças significativas nos valores de microdureza, quando apenas comparados os grupos envolvendo dentina afetada por cárie, confirma a padronização do substrato utilizado e da metodologia de seleção do tipo de dentina (NAKAJIMA *et al.*, 1999; CEBALLOS *et al.*, 2003). Além disso, a partir dos resultados de microdureza obtidos, foi possível observar que nenhum dos sistemas adesivos, nem o tempo de armazenamento, foram capazes de influenciar negativamente as propriedades de dureza do substrato dentinário normal (TAB. 19).

Alguns autores relatam que a permeabilidade da dentina normal é relativamente alta (PASHLEY, 1990), e que a permeabilidade da dentina afetada por cárie apresenta-se reduzida (PASHLEY *et al.*, 1991; TAGAMI *et al.*, 1992), em função de uma esclerose dos túbulos dentinários por sais minerais ácido-resistentes (FRANK & VOEGEL, 1980; SCHÜPBACH *et al.*, 1992). No entanto, os resultados obtidos no presente estudo nos fazem acreditar que o substrato afetado por

cárie apresenta-se com um alto grau de umidade intrínseco, e que tal fato também viria a justificar os reduzidos valores de resistência de união apresentados.

MARSHALL *et al.* (2001) observaram que o módulo elástico e a dureza da dentina cariada, quando avaliados através de microscopia de força atômica indicou que estes dois parâmetros apresentam-se reduzidos em dentina afetada por cárie, quando comparados à dentina normal. No mesmo estudo, os valores apresentaram-se ainda mais reduzidos quando da avaliação em dentina infectada por cárie, onde as estruturas dentinárias já se mostram irreversivelmente alteradas. NAKAJIMA *et al.* (2005) observaram que a dentina afetada por cárie apresenta-se como um substrato com menor resistência coesiva interna, além de conter mais água que a dentina normal. Esta escala de perda de propriedades mecânicas e ganho de umidade (desde a dentina infectada, até a dentina normal), apresentou-se bastante relacionada com os valores de resistência de união (YOSHIYAMA *et al.*, 2002) obtidos no presente estudo.

Sendo assim, a partir dos resultados obtidos, não foi possível constatar um benefício claro advindo da utilização de um único sistema adesivo para distintos tipos de superfície dentinária, mesmo após envelhecimento das interfaces adesivas. De qualquer maneira, todo o conjunto de características físico-químicas e biológicas da superfície dentinária a ser restaurada deve ser considerado na análise do benefício de qual o melhor sistema adesivo a ser aplicado. Estudos adicionais são necessários para que se possam desenvolver outras formas de tratamento que procurem contornar as alterações no conteúdo orgânico e inorgânico do substrato afetado por cárie devem ser buscadas, visando tornar a dentina afetada por cárie um substrato mais adequado e importante para a união adesiva. A hipótese nula deste trabalho foi rejeitada, uma vez que os sistemas adesivos autocondicionantes, aplicados tanto em dentina normal quanto em afetada por cárie, se comportaram de maneira distinta do sistema adesivo convencional, tanto após 24 horas quanto após 6 meses de armazenamento em água.

CONCLUSÕES

Considerando as condições experimentais sob as quais foi realizado este estudo, e os resultados obtidos, pode-se concluir que:

1) Não foi possível observar um benefício claro advindo da utilização de um único sistema adesivo em todos os níveis de mineralização dentinária, nos diferentes tempos de armazenamento;

2) Os adesivos aplicados em dentina normal, independente do sistema adesivo utilizado ou do tempo de armazenamento, sempre apresentaram valores médios superiores aos obtidos em dentina afetada por cárie;

3) Tanto em dentina normal, quanto em dentina afetada por cárie, não foi possível constatar diferenças no desempenho do sistema adesivo convencional (Adper Scotchbond 1) comparado ao autocondicionante (Clearfil Protect Bond), uma vez que se comportaram de maneira semelhante;

4) Os sistemas adesivos autocondicionantes, quando aplicados em dentina normal, apresentaram uma maior estabilidade hidrolítica após 6 meses de armazenamento em água;

5) Os valores de microdureza em dentina afetada por cárie mostraram-se sempre inferiores aos da dentina normal, não havendo diferenças significativas entre os diferentes tratamentos (sistemas adesivos) e tempo de armazenamento envolvendo dentina afetada por cárie ou normal;

6) A dentina afetada por cárie exerceu influência no padrão de fratura, proporcionando maior porcentagem de fraturas do substrato dentinário;

7) Variações morfológicas e químicas sofridas pela dentina, durante os processos de desmineralização e remineralização inerentes à doença cárie, podem determinar uma redução da qualidade adesiva, sendo que esse efeito é dependente do sistema adesivo empregado e do tempo de armazenagem dos espécimes.

REFERÊNCIAS*

- ANGKER, L.; NIJHOF, N.; SWAIN, M.V.; KILPATRICK, N.M. Influence of hydration and mechanical characterization of carious primary dentine using an ultra-micro indentation system (UMIS). **Eur J Oral Sci.** 2004; 112 (3): 231-6.
- ANUSAVICE, K.J. Present and future approaches for the control of caries. **J Dent Educ.** 2005; 69 (5): 538-54.
- ARMSTRONG, S.R.; BOYER, D.B.; KELLER, J.C. Microtensile bond strength testing and failure analysis of two dentin adhesives. **Dent Mater.** 1998; 14 (5): 471-4.
- ARMSTRONG, S.R.; KELLER, J.C.; BOYER, D.B. 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.
- ARMSTRONG, S.R.; VARGAS, M.A.; FANG, Q.; LAFFOON, J.E. Microtensile bond strength of a total-etch 3-step, total-etch 2-step, self-etch 2-step, and a self-etch 1-step dentin bonding system through 15-month water storage. **J Adhes Dent.** 2003; 5 (1): 47-56.
- ARRAIS, C.A.; GIANNINI, M. Morphology and thickness of the diffusion of resin through demineralized or unconditioned dentinal matrix. **Pesqui Odontol Bras.** 2002; 16 (2): 115-20.
- ARRAIS, C.A.; GIANNINI, M.; NAKAJIMA, M.; TAGAMI, J. Effects of additional and extended acid etching on bonding to caries-affected dentine. **Eur J Oral Sci.** 2004; 112 (5): 458-64.

* De acordo com a norma da UNICAMP/FOP, baseada no modelo Vancouver. Abreviatura dos periódicos de acordo com o MEDLINE.

- ASMUSSEN, E.; MUNKSGAARD, E.C. Formaldehyde as bonding agent between dentin and restorative resins. **Scand J Dent Res.** 1984; 92 (5): 480-3.
- BLACK, G.V. Extracts from the last century. Susceptibility and immunity by dental caries by G.V. Black. **Br Dent J.** 1981; 151(1):10.
- BOWEN, R.L. Adhesive bonding of various materials to hard tooth tissues V. The effect of a surface-active comonomer on adhesion to diverse substrates. **J Dent Res.** 1965; 44 (6): 1369-73.
- BOWEN, R.L.; COBB, E.N.; RAPSON, J.E. Adhesive bonding of various materials to hard tooth tissues: improvment in bond strength to dentin. **J Dent Res.** 1982; 61 (9): 1070-6.
- BRÄNNSTRÖM, M. Observations on exposed dentine and the corresponding pulp tissue. **Odontol Revy.** 1962; 13: 235-245.
- BRÄNNSTRÖM, M. The effect of dentin desiccation and aspirated odontoblasts on the pulp. **J Prosthet Dent.** 1968; 20 (2): 165-71.
- BRÄNNSTRÖM, M.; GARBEROGLIO R. Occlusion of dentinal tubules under superficial attrited dentine. **Swed Dent J.** 1980; 4 (3): 87-91.
- BUONOCORE, M.G. A simple method of increasing the adhesion of acrylic filling materials to enamel surfaces. **J Dent Res.** 1955; 34 (6): 849-53.
- BUONOCORE, M.G.; WILEMAN, W.; BRUDEVOLD, F. A report on a resin composition capable of bonding to human dentin surfaces. **J Dent Res.** 1956; 35 (6): 394-8.
- BURROW, M.F.; TAGAMI, J.; HOSODA, H. The long-term durability of bond strength to dentin. **Bull Tokyo Med Dent Univer.** 1993; 40: 173-91.

- BURROW, M.F.; SATOH, M.; TAGAMI, J. Dentin bond durability after three years using a dentin bonding agent with and without priming. **Dent Mater.** 1996; 12: 302-7.
- CARDOSO, P.E.C.; BRAGA, R.R.; CARRILHO, M.R.O. Evaluation of micro-tensile, shear and tensile tests determining the bond strength of three adhesive systems. **Dent Mater.** 1999; 14 (6): 394-8.
- CARVALHO, R.M.; YOSHIYAMA, M.; HORNER, J.A.; PASHLEY, D.H. Bonding mechanism of Variglass to dentin. **Am J Dent.** 1995; 8 (5): 253-8.
- CARVALHO, R.M.; CHERSONI, S.; FRANKENBERGER, R.; PASHLEY, D.H.; PRATI, C.; TAY, F.R. A challenge to the conventional wisdom that simultaneous etching and resin infiltration always occurs in self-etch adhesives. **Biomaterials.** 2005; 26 (9): 1035-42.
- CARRILHO, M.R.; TAY, F.R.; PASHLEY, D.H.; TJADERHANE, L.; CARVALHO, R.M. Mechanical stability of resin-dentin bond components. **Dent Mater.** 2005; 21 (3): 232-41.
- CEBALLOS, L.; CAMEJO, D.G.; VICTORIA FUENTES, M.; OSORIO, R.; TOLEDANO, M.; CARVALHO, R.M.; et al. Microtensile bond strength of total-etch and self-etching adhesives to caries-affected dentine. **J Dent.** 2003; 31 (7): 469-77.
- CHAPPELL, R.; SCHREINER, R.; GLAROS, A.; EICK, J. Pilot study to determine sample size for micro-tensile testing. II. (Special Issue IADR / Resumo n. 193) **J Dent Res.** 1997; 76 (38).
- DACULSI, G.; KEREBEL, B.; KEREBEL, L.M. Mechanisms of acid dissolution of biological and synthetic apatite crystals at the lattice pattern level. **Caries Res.** 1979; 13 (5): 277-89.

- DE MUNCK, J.; VAN MEERBEEK, V.; 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.
- DOI, J.; ITOTA, T.; YOSHIYAMA, M.; TAY, F.R.; PASHLEY, D.H. Bonding to root caries by a self-etching adhesive system containing MDPB. **Am J Dent.** 2004; 17 (2): 89-93.
- DUKE, E.S.; LINDERMUTH, J. Variability of clinical dentin substrates. **Am J Dent.** 1991; 4 (5): 241-6.
- ERICKSON, R.L. Mechanism and clinical implications of bond formation for two dentin bonding agents. **Am J Dent.** 1989; 2 (Spec No.): 117-23.
- FOGEL, H.M.; MARSHALL, F.J.; PASHLEY, D.H. Effects of distance from the pulp and thickness on the hydraulic conductance of human radicular dentin. **J Dent Res.** 1988; 67 (11): 1381-5.
- FRANKENBERGER, R.; PERDIGÃO, J.; ROSA, B.T.; LOPES, M. No-bottle vs "multi-bottle" dentin adhesives - a microtensile bond strength and morphological study. **Dent Mater.** 2001; 17 (5): 373-80.
- FRANKENBERGER, R.; STROBEL, W.O.; LOHBAUER, U.; KRAMER, N.; PETSCHLT, A. The effect of six years of water storage on resin composite bonding to human dentin. **J Biomed Mater Res B Appl Biomater.** 2004; 15 (69-1): 25-32.
- FRANK, R.M.; VOEGEL, J.C. Ultrastructure of the human odontoblast process and its mineralisation during dental caries. **Caries Res.** 1980; 14 (6): 367-80.

- FUSAYAMA, T.; NAKAMURA, M.; KUROSAKI, N.; MASAOKI, I. Non-pressure adhesion of a new adhesive restorative resin. **J Dent Res.** 1979; 58 (4): 1364-70.
- FUSAYAMA, T.; TERASHIMA, S. Differentiation of two layers of carious dentin by staining. **Bull Tokyo Med Dent Univ.** 1972; 19 (1): 83-92.
- GRIFFITH, A.A. The phenomena of rupture and flow in solids. **Phil Trans Roy Soc London.** 1920; (A221): 308-11.
- GWINNETT, A.J.; JENDRESEN, M. Micromorphological features of cervical erosion after acid conditioning and its relation to composite resin. **J Dent Res.** 1978; 57 (4): 543-9.
- GWINNETT, A.J. A new method to test the cohesive strength of dentin. **Quintessence Int.** 1994; 25 (3): 215-8.
- HARNIRATTISAI, C.; INOKOSHI, S.; SHIMADA, Y.; HOSODA, H. Interfacial morphology of an adhesive composite resin and etched caries affected dentin. **Oper Dent.** 1992; 17 (6): 222-8.
- HASHIMOTO, M.; OHNO, H; KAGA, M.; ENDO, K.; SANO, H.; OGUSHI, H. Fractographical analysis of resin-dentin bonds. **Am J Dent.** 2001a; 14 (6): 355-60.
- HASHIMOTO, M.; OHNO, H; KAGA, M.; ENDO, K.; SANO, H.; OGUSHI, H. Resin-tooth adhesive interfaces after long-term function. **Am J Dent.** 2001b; 14 (4): 211-5.
- HASHIMOTO, M.; OHNO, H; SANO, H.; TAY, F.R.; KAGA, M.; KUDOU, Y.; OGUCHI, H.; ARAKI, Y.; KUBOTA, M. Micromorphological changes in resin-dentin bonds after 1 year of water storage. **J Biomed Mater Res.** 2002a; 63 (3): 306-11.
- HASHIMOTO, M. et al. The extent to which resin can infiltrate dentin by acetone-based adhesives. **J Dent Res.** 2002b; 81 (1): 74-8.

- HASHIMOTO, M. et al. Over-etching effects on micro-tensile bond strength and failure patterns for two dentin bonding systems. **J Dent.** 2002c; 30 (2-3): 99-105.
- HASHIMOTO, M.; TAY, F.R.; OHNO, H; SANO, H.; KAGA, M.; YIU, C.; et al. SEM and TEM analysis of water degradation of human dentinal collagen. **J Biomed Mater Res B Appl Biomater.** 2003a; 15 (66-1): 287-98.
- HASHIMOTO, M.; OHNO, H; SANO, H.; KAGA, M.; OGUCHI, H. Degradation patterns of different adhesives and bonding procedures. **J Biomed Mater Res B Appl Biomater.** 2003b; 15 (66-1): 324-30.
- HASHIMOTO, M.; DE MUNCK, J.; ITO, S.; SANO, H.; KAGA, M.; OGUCHI, H.; et al. In vitro effect of nanoleakage expression on resin-dentin bond strengths analyzed by microtensile bond test, SEM/EDX and TEM. **Biomater.** 2004; 25 (25): 5565-74.
- HOSOYA, Y.; MARSHALL, S.J.; WATANABE, L.G.; MARSHALL, G.W. Microhardness of carious deciduous dentin. **Oper Dent.** 2000; 25 (2): 81-9.
- IMAZATO, S.; TORII, Y.; TAKATSUKA, T.; INOUE, K.; EBI, N.; EBISU, S. Bactericidal effect of dentin primer containing antibacterial monomer methacryloyloxydodecylpyridinium bromide (MDPB) against bacteria in human carious dentin. **J Oral Rehabil.** 2001; 28 (4): 314-9.
- ITO, S.; SAITO, T.; TAY, F.R.; CARVALHO, R.M.; YOSHIYAMA, R.M.; PASHLEY, D.H. Water content and apparent stiffness of non-caries versus caries-affected human dentin. **J Biomed Mater Res B Appl Biomater.** 2005; 15 (72-1): 109-16.
- KANCA III, J. Resin bonding to wet substrate. I. Bonding to dentin. **Quintessence Int.** 1992; 23 (1): 39-41.

- KIMOGHI, T.; YOSHIYAMA, M.; URAYAMA, A.; MATSUO, T. Adhesion of a commercial self-etching/self-priming bonding resin to human caries-infected dentin. **Dent Mater J.** 1999; 18 (4): 437-43.
- KIYOMURA, M. Bonding strength to bovine dentin with 4-META/MMA-TBB resin: long-term stability and influence of water. **Dent Mater J.** 1987; 6: 860-72.
- KRAMER, I.R.H.; McLEAN, J.W. Alterations in the staining reactions of dentine resulting from a constituent of a new self-polymerizing resin. **Br Dent J.** 1952; 93 (6): 150-3.
- KWONG, S.M.; CHEUNG, G.S.P.; KEI, L.H.; ITTHAGARUN, A.; SMALES, R.J.; TAY, F.R.; et al. Micro-tensile bond strengths to sclerotic dentin using a self-etching and a total-etching technique. **Dent Mater.** 2002; 18 (5): 359-69.
- LEE, K.W.; SON, H.H.; YOSHIYAMA, M.; TAY, F.R.; CARVALHO, R.M.; PASHLEY, D.H. Sealing properties of a self-etching primer system to normal caries-affected and caries-infected dentin. **Am J Dent.** 2003; 16 (68A-72A): Spec Iss.
- LEFEVRE, R.; FRANK, R.M.; VOEGEL, J.C. The study of human dentine with secondary ion microscopy and electron diffraction. **Calcif Tissue Res.** 1976; 31-19 (4): 251-61.
- LEGEROS, R.Z. Calcium phosphates in oral biology and medicine. **Monogr Oral Sci.** 1991; 15: 1-201.
- LEVITH, L.C.; BADER, J.D.; SHUGARS, D.A.; HEYMANN, H.O. Non-carious cervical lesions. **J Dent.** 1994; 22 (4): 195-207.
- LI, H.; BURROW, M.F.; TYAS, M.J. Nanoleakage patterns of four dentin bonding systems. **Dent Mater.** 2000; 16 (1): 48-56.

- MAASLER, M. Changing concepts in the treatment of carious lesions. **Br Dent J.** 1967; 123: 547-8.
- MARSHALL Jr, G.W.; MARSHALL, S.J.; KINNEY, J.H.; BALOOCH, M. The dentin substrate: structure and properties related to bonding. **J Dent.** 1997; 25 (6): 441-58.
- MARSHALL Jr, G.W.; CHANG, Y.J.; SAEKI, K.; GANSKY, S.A.; MARSHALL, S.J. Citric acid etching of cervical sclerotic dentin lesions: An AFM study. **J Biomed Mater Res.** 2000; 49 (1): 338-44.
- MARSHALL Jr, G.W.; HABELITZ, S.; GALLAGHER, R.; BALOOCH, G.; MARSHALL, S.J.. Nanomechanical properties of hydrated carious human dentin. **J Dent Res.** 2001; 80 (8): 1768-71.
- MUENCH, A. Retenção de resina composta em função do método de aplicação da solução ácida, da orientação dos esforços e da refixação. **Rev Assoc Paul Cir Dent.** 1976; 30 (6): 299-302.
- MUNKSGAARD, E.C.; ASMUSSEN, E. Bond strength between dentin and restorative resins mediated by mixtures of HEMA and glutaraldehyde. **J Dent Res.** 1984; 63 (8): 1087-9.
- MUNKSGAARD, E.; IRIE, M.; ASMUSSEN, E. Dentin-polymer bond promoted by Gluma and various resins. **J Dent Res.** 1985; 64 (12): 1409-11.
- NAKABAYASHI, N. Resin reinforced dentine due to infiltration of monomers into dentine at the adhesive interfaces. **J Jpn Dent Mater.** 1982; 1: 78-81.
- NAKABAYASHI, N.; KOJIMA, K.; MASUHARA, E. The promotion of adhesion by infiltration of monomers into tooth substrates. **J Biomed Mater Res.** 1982; 16 (3): 265-73.

- NAKABAYASHI, N.; WATANABE, A.; ARAO, T. A tensile test to facilitate identification of defects in dentin bonded specimens. **J Dent.** 1998; 26 (4): 379-85.
- NAKABAYASHI, N.; PASHLEY DH. **Hybridization of dental hard tissues.** 1998. Quintessence Publishing Co., Ltd., Tokyo. Sun Art Printing co., Ltd., Osaka.
- NAKAJIMA, M.; SANO, H.; BURROW, M.F.; TAGAMI, J.; YOSHIYAMA, M.; EBISU, S.; et al. Tensile bond strength and SEM evaluation of caries-affected dentin using dentin adhesives. **J Dent Res.** 1995; 74 (10): 1679-88.
- NAKAJIMA, M.; SANO, H.; ZHENG, L.; TAGAMI, J.; PASHLEY, D.H. Effect of moist vs. dry bonding to normal vs. caries-affected dentin with Scotchbond Multi-Purpose Plus. **J Dent Res.** 1999a; 78 (7): 1298-1303.
- NAKAJIMA, M.; OGATA, M.; OKUDA, M.; TAGAMI, J.; SANO, H.; PASHLEY, D.H. Bonding to caries-affected dentin using self-etching primers. **Am J Dent.** 1999b; 12 (6): 309-14.
- NAKAJIMA, M.; SANO, H.; URABE, I.; TAGAMI, J.; PASHLEY, D.H. Bond strength of single-bottle dentin adhesives to caries-affected dentin. **Oper Dent.** 2000a; 25 (1): 2-10.
- NAKAJIMA, M.; KANEMURA, N.; PEREIRA, P.N.R.; TAGAMI, J.; PASHLEY, D.H. Comparative microtensile bond strength and SEM analysis of bonding to wet and dry dentin. **Am J Dent.** 2000b; 13 (6): 324-28.
- NAKAJIMA, M.; KITASAKO, Y.; OKUDA, M.; FOXTON, R.M.; TAGAMI, J. Elemental distributions and microtensile bond strength of the adhesive interface to normal and caries-affected dentin. **J Biomed Mater Res B Appl Biomater.** 2005; 15 (72-2): 268-75.

- NAKORNCHAI, S.; ATSAWASUWAN, P.; KITAMURA, E.; SURARIT, R.; YAMAUCHI, M. Partial biochemical characterisation of collagen in carious dentin of human primary teeth. **Arch Oral Biol.** 2004; 49 (4): 267-73.
- NUNES, M.F.; SWIFT Jr, E.J.; PERDIGÃO, J. Effects of adhesive composition on microtensile bond strength to human dentin. **Am J Dent.** 2001; 14 (6): 340-43.
- NUNES, T.G.; CEBALLOS, L.; OSORIO, R.; TOLEDANO, M. Spatially resolved photopolymerization kinetics and oxygen inhibition in dental adhesives. **Biomater.** 2005; 26: 1809-17.
- ØILO, G. Bond strength testing – what does it mean? **Int Dent J.** 1993; 43 (5): 492-98.
- OGAWA, K.; YAMASHITA, Y.; ICHIJO, T.; FUSAYAMA, T. The ultrastructure and hardness of the transparent layer of human carious dentin. **J Dent Res.** 1983; 62 (1): 7-10.
- OGUSHI, K.; FUSAYAMA, T. Electron microscopic structure of the two layers of carious dentin. **J Dent Res.** 1975; 54 (5): 1019-26.
- OKUDA, M.; PEREIRA, P.N.R.; NAKAJIMA, M.; TAGAMI, T.; PASHLEY, D.H. Long-term durability of resin dentin interface: nanoleakage vs microtensile bond strength. **Oper Dent.** 2002; 27 (3): 289-96.
- PASHLEY, D.H. Dentin: a dynamic substrate – a review. **Scanning Microsc.** 1989; 3 (1): 161-76.
- PASHLEY, D.H.; SANO, H.; CIUCCHI, B.; YOSHIYAMA, M.; CARVALHO, R.M. Adhesion testing of dentin bonding agents: A review. **Dent Mater.** 1995a; 11 (2): 117-25.
- PASHLEY, D.H. et al. Bond strength versus dentine structure: a modelling approach. **Arch Oral Biol.** 1995b; 25 (12): 1109-18.

- PASHLEY, D.H.; CARVALHO, R.M. Dentine permeability and dentin adhesion. **J Dent.** 1997; 25 (5): 355-72.
- PASHLEY, D.H.; CARVALHO, R.M.; SANO, H.; NAKAJIMA, M.; YOSHIYAMA, M.; SHONO, H.; et al. The micro-tensile bond test: a review. **J Adhes Dent.** 1999; 1 (4): 299-309.
- PAUL, S.J.; WELTER, D.A.; GHAZI, M.; PASHLEY, D.H. Nanoleakage at the dentin adhesive interface vs μ -tensile bond strength. **Oper Dent.** 1999; 24 (3): 181-88.
- PERDIGÃO, J.; SWIFT JR, E.J.; DENEHY, G.E., WEFEL, J.S; DONLY, K.J. In vitro bond strengths and SEM evaluation of dentin bonding systems to different dentin substrates. **J Dent Res.** 1994; 73 (1): 44-55.
- PERDIGÃO, J.; LAMBRECHTS, P.; VAN MEERBEEK, B.; BRAEM, M.; YILDIZ, E.; YUCEL, T.; et al. The interaction of adhesive systems with human dentin. **Am J Dent.** 1996; 9 (4): 167-73.
- PERDIGÃO, J.; RAMOS, J.C.; LAMBRECHTS, P. *In vitro* relationship between human dentin and one-bottle dental adhesives. **Dent Mater.** 1997; 13 (4): 218-27.
- PERDIGÃO, J.; FRANKENBERGER, R.; ROSA, B.T.; BRESCHI, L. New trends in dentin/enamel adhesion. **Am J Dent.** 2000; 13 (Spec Issue): 25D-30D.
- PEREIRA, P.N.; OKUDA, M.; NAKAJIMA, M.; SANO, H.; TAGAMI, J.; PASHLEY, D.H. Relationship between bond strengths and nanoleakage: evaluation of a new assessment method. **Am J Dent.** 2001; 14 (2): 100-4.
- PHRUKKANON, S.; BURROW, M.F.; TYAS, M.J. Effect of cross-sectional surface area on bond strengths between resin and dentin. **Dent Mater.** 1998a; 14 (3): 120-8.

- PHRUKKANON, S.; BURROW, M.F.; TYAS, M.J. The influence of cross-sectional shape and surface area on the microtensile bond test. **Dent Mater.** 1998b; 14 (3): 212-21.
- PHRUKKANON, S.; BURROW, M.F.; TYAS, M.J. The effect of dentine location and tubule orientation on the bond strengths between resin and dentin. **J Dent.** 1999; 27 (4): 265-74.
- RETIEF, D.H.; AUSTIN, J.C.; FATTI, L.P. Pulpal response to phosphoric acid. **J Oral Pathol.** 1974; 3 (3): 114-22.
- SAKOOLNAMARKA, R.; BURROW, M.F.; TYAS, M.J. Interfacial micromorphology of three adhesive systems created in caries-affected dentin. **Am J Dent.** 2003; 16 (3): 202-6.
- SANO, H.; SHONO, T.; SONODA, H.; TAKATSU, T.; CIUCCHI, B.; CARVALHO, R.M.; et al. Relationship between surface area for adhesion and tensile bond strength – evaluation of a micro-tensile bond test. **Dent Mater.** 1994; 10 (4): 236-40.
- SANO, H.; SHONO, T.; TAKATSU, T.; HOSODA, H. Microporous dentin zone beneath resin-impregnated layer. **Oper Dent.** 1994; 19 (2): 59-64.
- SANO, H.; YOSHIYAMA, M.; EBISU, S.; BURROW, M.F.; TAKATSU, T.; CIUCCHI, B.; et al. Comparative SEM and TEM observations of nanoleakage within the hybrid layer. **Oper Dent.** 1995; 20 (4): 160-7.
- SANO, H.; YOSHIKAWA, T.; PEREIRA, P.N.R.; KANEMURA, N.; MORIGAMI, M.; TAGAMI, J.; et al. Long-term durability of dentin bonds made with a self-etching primer, *in vivo*. **J Dent Res.** 1999; 78 (4): 906-11.
- SATO, Y.; FUSAYAMA, T. Removal of dentin by fuchsin staining. **J Dent Res.** 1976; 55 (4): 678-83.

- SENGUN, A.; UNLU, N.; OZER, F.; OZTURK, B. Bond strength of five current adhesives to caries-affected dentin. **J Oral Rehabil.** 2002; 29 (8): 777-81.
- SCHILKE, R.; LISSON, J.A.; BAUß, O.; GEURTSSEN, W. Comparision of the number and diameter of dentinal tubules in human and bovine dentine by scanning electron microscopic investigation. **Arch Oral Biol.** 2000; 45 (5): 355-61.
- SCHREINER, R.F.; CHAPPELL, R.P.; GLAROS, A.G.; EICK, J.D. Microtensile testing of dentin adhesives. **Dent Mater.** 1998; 14 (3): 194-201.
- SCHÜPBACH, P.; KREJCI, I.; FELIX, L. Dentin bonding: effect of tubule orientation on hybrid layer formation. **Eur J Oral Sci.** 1997; 105: 344-52.
- SHIMIZU, C.; HISHIDA, E.; SHIBATANI, T. Carious change of dentin observed on long span ultrathin sections. **J Dent Res.** 1981; 60: 1826-31.
- SHONO, Y.; OGAWA, T.; TERASHITA, M.; CARVALHO, R.M.; PASHLEY, E.L.; PASHLEY, D.H. Regional measurement of resin-dentin bonding as an array. **J Dent Res.** 1999; 78 (2): 699-705.
- SIDHU, S.K., SOH, G., HENDERSON, L.J. Effect of dentin age on effectiveness of bonding agents. **Oper Dent.** 1991; 16 (6): 218-22.
- STANLEY, H.R.; GOING, R.E.; CHAUNCEY, H.H. Human pulp response to acid pretreatment of dentin and to composite restoration. **J Am Dent Assoc.** 1975; 91 (4): 817-25.

- SWIFT JR., E.J.; TRIOLO JR., P.T. Bond strengths of Scotchbond Multi Purpose to moist dentin and enamel. **Am J Dent.** 1992; 5 (6): 318-20.
- SWIFT JR., E.J.; BAYNE, S.C. Shear bond strength of a new one-bottle dentin adhesive. **Am J Dent.** 1997; 10 (4): 184-8.
- TANUMIHARJA, M.; BURROW, M.F.; TYAS, M.J. Microtensile bond strengths of seven dentin adhesive systems. **Dent Mater.** 2000; 16 (3): 180-7.
- TAY, F.R.; MOULDING, K.M.; PASHLEY, D.H. Distribution of nanofillers from a simplified-step adhesive in acid-conditioned dentin. **J Adhes Dent.** 1999; 2: 103-17.
- TAY, F.R.; SANO, H.; CARVALHO, R.M.; PASHLEY, E.L.; PASHLEY, D.H. An ultrastructural study of the influence of self-etching primers and smear layer thickness on bonding to intact dentin. **J Adhes Dent.** 2000; 2 (2): 83-98.
- TAY, F.R. *et al.* Bonding of a self-etching primer to noncarious cervical sclerotic dentin: interfacial ultrastructure and micro-tensile bond strength evaluation. **J Adhes Dent.** 2000; 1: 9-28.
- TAY, F.R.; KING, N.M.; CHAN, K.M.; PASHLEY, D.H. How can nanoleakage occur in self-etching adhesive systems that demineralize and infiltrate simultaneously? **J Adhes Dent.** 2002; 4 (4): 255-69.
- TAY, F.R.; PASHLEY, D.H. Two modes of nanoleakage expression in single step adhesives. **J Dent Res.** 2002; 81: 472-6.
- TAY, F.R.; HASHIMOTO, M.; PASHLEY, D.H.; PETERS, M.C.; LAI, S.C.; YIU, C.; *et al.* Aging affects two modes of nanoleakage expression in bonded dentin. **J Dent Res.** 2003; 82 (7): 537-41.

- TAY, F.R.; PASHLEY, D.H. Have dentin adhesives become too hydrophilic? **J Can Dent Assoc.** 2003; 69 (11): 726-31.
- TAY, F.R.; PASHLEY, D.H.; YIU, C.; CHEONG, C.; HASHIMOTO, M.; ITOU, K.; et al. Nanoleakage types and potential implications: evidence from unfilled and filled adhesives with the same resin composition. **Am J Dent.** 2004; 17 (3): 182-90.
- TEN CATE, J.M.; DUIJSTERS, P.P.E. Alternating demineralization and remineralization of artificial enamel lesions. **Caries Res.** 1982; 16 (3): 201-10.
- TEN CATE, J.M. Oral histology: development, structure and function. 3rd ed. **St. Louis, MO: The C.V. Mosby Company.** 1989: 157-96.
- TORNEY, D.L. The retentive ability of acid-etched dentin. **J Prosthet Dent.** 1978; 39 (2): 169-72.
- VAN MEERBEEK, B.; DHEM, A.; GORET-NICAISE, M.; BRAEM, M.; LAMBRECHTS, P.; VANHERLE, G. Comparative SEM and TEM examination of the ultrastructure of the resin-dentin interdiffusion zone. **J Dent Res.** 1993; 72 (2): 495-501.
- VAN MEERBEEK, B.; DHEM, A.; BRAEM, M.; LAMBRECHTS, P.; VANHERLE, G. Morphological characterization of the interface between resin and sclerotic dentin. **J Dent.** 1994; 22 (3): 141-6.
- VAN NOORT, R.; NOROOZI, S.; HOWARD, I.C.; CARDEW, G. A critique of bond strength measurements. **J Dent.** 1989; 17 (2): 61-7.
- VAN NOORT, R.; CARDEW, G.E.; HOWARD, I.C.; NOROOZI, S. The effect of local interfacial geometry on the measurement of the tensile bond strength to dentin. **J Dent Res.** 1991; 70 (5): 889-93.

- VASILADIS, L.; DARLING, A.I.; LEVERS, B.G.H. The histology of sclerotic root dentin. **Archs Oral Biol.** 1983; 28 (8): 693-700.
- VIEIRA, S.; HOFFMANN, R. **Estatística experimental.** 1989; São Paulo: Atlas, 179.
- VOJINOVIC, O.; NYBORG, H.; BRÄNNSTRÖM, M. Acid treatment of cavities under resin fillings: bacterial growth in dentinal tubules and pulp reaction. **J Dent Res.** 1973; 52 (6): 1189-93.
- WANG, Y.; SPENCER, P. Evaluation of the interface between one-bottle adhesive systems and dentin by Goldner's trichrome. **Am J Dent,** v.18, n. 1, p. 66-72, Feb, 2005.
- WATANABE, I.; NIKAIDO, T.; NAKABAYASHI, N. Effect of adhesion promoting monomers on adhesion to ground dentin. **J Jpn Soc Dent Mater Dev.** 1990; 9 (6): 888-93.
- WATANABE, I.; NAKABAYASHI, N. Bonding durability of photocured phenyl-P in TEGDMA to smear layer-retained bovine dentin. **Quintessence Int.** 1993; 24 (5): 335-42.
- WATANABE, I.; NAKABAYASHI, N.; PASHLEY, D.H. Bonding to ground dentin by a phenyl-P self-etching primer. **J Dent Res.** 1994; 73 (6): 1212-20.
- WATANABE, L.G.; MARSHALL JUNIOR, G.W.; MARSHALL, S.J. Dentin shear strength: effects of tubule orientation and intratooth location. **Dent Mater.** 1996; 12 (2): 109-15.
- WEBER, D.F. Human dentin sclerosis:A microradiographic survey. **Archs Oral Biol.** 1974; 19: 163-9.
- YAZICI, A.R.; AKÇA, T.; OZGUNNALTAY, G.; DAYANGAC, B. Bond strength of a self-etching adhesive system to caries-affected dentin. **Oper Dent.** 2004; 29 (2): 176-81.

- YOSHIKAWA, T. *et al.* Effect of C-factor and depth on bond strength to dentin. (Special Issue / Abstr. n. 201). **J Dent Res.** 1995; 76: 39.
- YOSHIYAMA, M.; CARVALHO, R.M.; SANO, H.; HORNER, J.A.; PASHLEY, D.H. Regional bond strengths of resins to human root dentin. **J Dent.** 1996; 24 (6): 435-42.
- YOSHIYAMA, M.; URAYAMA, A; URAYAMA, A.; KIMOCHI, T.; MATSUO, T.; PASHLEY, D.H. Comparison of conventional vs self-etching adhesive bonds to caries-affected dentin. **Oper Dent.** 2000; 25 (3): 163-9.
- YOSHIYAMA, Y.; TAY, F.R.; DOI, J.; NISHITANI, Y.; YAMADA, T.; ITOU, K.; et al. Bonding of self-etch and total-etch adhesives to carious dentin. **J Dent Res.** 2002; 81 (8): 556-60.
- YOSHIYAMA, Y.; TAY, F.R.; TORII, Y.; NISHITANI, Y.; DOI, J.; ITOU, K.; et al. Resin adhesion to carious dentin. **Am J Dent.** 2003; 16 (1): 47-52.

Certificado de aprovação do Comitê de Ética em Pesquisa da FOP/UNICAMP.



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



Certificamos que o Projeto de pesquisa intitulado "Análise longitudinal da resistência à tração, da nanoinfiltração e do padrão morfológico da camada híbrida de sistemas adesivos autocondicionantes aplicados à dentina humana hígida ou afetada por cárie", sob o protocolo nº **001/2004**, da Pesquisadora **Maria Carolina Guilherme Erhardt**, sob a responsabilidade do Prof. Dr. **Luiz André Freire Pimenta**, está de acordo com a Resolução 196/96 do Conselho Nacional de Saúde/MS, de 10/10/96, tendo sido aprovado pelo Comitê de Ética em Pesquisa – FOP.

Piracicaba, 24 de março de 2004.

We certify that the research project with title "A long-term analysis of microtensile, nanoleakage and morphologic pattern of hybrid layers promoted by different self etching bonding agents to normal and caries-affected human dentin", protocol nº **001/2004**, by Researcher **Maria Carolina Guilherme Erhardt**, responsibility by Prof. Dr. **Luiz André Freire Pimenta**, is in agreement with the Resolution 196/96 from National Committee of Health/Health Department (BR) and was approved by the Ethical Committee in Research at the Piracicaba Dentistry School/UNICAMP (State University of Campinas).

Piracicaba, SP, Brazil, March 24 2004

Cynthia Pereira Machado Tabchoury
Profa. Dra. Cynthia Pereira Machado Tabchoury
Vice-Coordenadora
CEP/FOP/UNICAMP

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

ANEXO 2

2.1. Sorteio aleatório dos procedimentos restauradores dos espécimes de avaliação de 24 horas.

Dia		Adesivo	
1	ADH	ADH	ADH
2	ADH	SB	SB
3	SB	CPB	ADH
4	CPB	SB	ADH
5	SB	ADH	CPB
6	ADH	CPB	SB
7	CPB	SB	CPB
8	CPB	SB	ADH
9	SB	SB	SB
10	CPB	ADH	CPB
11	CPB	ADH	CPB
12	ADH	ADH	SB
13	CPB	CPB	ADH
14	ADH	SB	SB
15	CPB	CPB	SB

2.2. Sorteio aleatório dos procedimentos restauradores dos espécimes de avaliação de 6 meses.

Dia		Adesivo	
1	ADH	ADH	ADH
2	ADH	SB	SB
3	ADH	CPB	CPB
4	CPB	SB	SB
5	SB	CPB	ADH
6	CPB	CPB	CPB
7	CPB	ADH	CPB
8	ADH	ADH	ADH
9	ADH	SB	CPB
10	CPB	CPB	ADH
11	SB	CPB	ADH
12	CPB	SB	SB
13	SB	ADH	CPB
14	SB	SB	SB
15	SB	SB	ADH

ANEXO 3

Nome comercial, composição e respectivos fabricantes dos materiais restauradores utilizados.

MATERIAL	COMPOSIÇÃO	FABRICANTE E LOTE
Caries Detector	Propilenoglicol, Vermelho ácido 52	Kuraray Medical Inc. Okayama, Japão Lote: 531
Total Etch	Acido fosfórico (37% em peso), Dióxido de sílica, pigmentos.	Ivoclar Vivadent AG Schaan, Liechtenstein Lote: G04375 Validade: 02/2006
Clearfil Protect Bond	Primer: 10-MDP, MDPB, Dimetacrilato hidrófilo, HEMA, Água. Bond: MDP, Bis-GMA, HEMA, Dimetacrilato hidrofóbico, CQ, N, N-Dietanol p-toluidina, Sílica coloidal silanizada, Fluoreto de sódio tratado.	Kuraray Medical Inc. Okayama, Japão Lotes: 00005A, 0008A Validade: 12/2005
Adper Scotchbond 1	Bis-GMA, Copolímero polialcenólico, HEMA, Álcool, Água.	3M Dental Products Division St. Paul, MN, Estados Unidos Lote: 4 JR Validade: 01/2007
AdheSE	Primer: Dimetacrilatos, Acrilatos ácidos de éster fosfonados (<40%), Água, Iniciadores, Estabilizantes. Bond: Dimetacrilatos (< 75%), Óxido de Silício, HEMA (< 25%), Iniciadores, Estabilizantes.	Ivoclar Vivadent AG Schaan, Liechtenstein Lote: F35218, F26990 Validade: 10/2005
Tetric Ceram	Bis-GMA, UDMA, Trietileno glicol dimetacrilato, Vidro de bário, Trifluoreto de itérbio, Vidro de fluorsilicato de Ba-Al, Dióxido de sílica, Óxidos esferoidais, Catalisadores, Estabilizadores e Pigmentos. Conteúdo de carga de 60% (volume).	Ivoclar Vivadent AG Schaan, Liechtenstein Lote: G18803 Validade: 08/2008
Tetric Flow	Bis-GMA, UDMA, Trietileno glicol dimetacrilato, Vidro de bário, Trifluoreto de itérbio, Vidro de fluorsilicato de Ba-Al, Dióxido de sílica, Óxidos esferoidais, Catalisadores, Estabilizadores e Pigmentos. Conteúdo de carga de 43,8% (volume).	Ivoclar Vivadent AG Schaan, Liechtenstein Lote: G18803 Validade: 08/2008

ANEXO 4

4.1. Composição das soluções corantes utilizadas para o Tricrômico de Masson.

1) Solução de Bouin

Ácido pícrico saturado em solução aquosa	750 ml
Formol 10%	250 ml
Ácido acético	50 ml

2) Solução de Hematoxilina de Weigert (mistura de 50% de cada solução – A e B)

Solução A

Hematoxilina cristalizada	1 grama
Álcool (95°)	100 gramas

Solução B

Cloruro férrico 29%	4 gramas
Ácido clorídrico	1 grama
Água destilada	95 gramas

3) Solução de fucsina ácida – Escarlata de Bierbrich

Escarlata de Bierbrich 1%	90 ml
Fucsina ácida 1%	10 ml
Ácido acético glacial	1 ml

4) Solução de ácido fosfomolibdico e fosfotungstico

Ácido fosfomolibdico	5 gramas
Ácido fosfotungstico	5 gramas
Água destilada	200 ml

5) Solução de azul de anilina

Azul de anilina	25 gramas
Ácido acético	2 ml
Água destilada	100 ml

6) Solução de verde *light*

Verde <i>light</i>	2 gramas
Água destilada	98 ml
Ácido acético	1 ml

7) Solução de ácido acético glacial

Ácido acético glacial	1 cc
Água destilada	100 cc

4.2. Composição da solução de nitrato de prata utilizada para análise de nanoinfiltração.

1) Solução Amoniacal de Nitrato de Prata (pH = 9,5)

Nitrato de prata ($\text{Ag}(\text{NH}_3)_2$ em cristais)	25 g
Hidróxido de amônia 28% (NH_4OH)	50 ml
Água destilada	50 ml

ANEXO 5

Análise estatística da variável resistência de união.

*** ANALYSIS OF VARIANCE ***

TENSION VALOR EN MPa
BY DENTIN TIPO DE DENTINA
ADHESIVO TIPO DE ADHESIVO
AGING TIEMPO DE ENVEJECIMIENTO

Source of Variation	Sum of Squares	DF	Mean Square	F	Signif of F
Main Effects	15296.855	4	3824.214	91.986	.000
DENTIN	7088.891	1	7088.891	170.513	.000
ADHESIVO	7128.736	2	3564.368	85.736	.000
AGING	966.666	1	966.666	23.252	.000
2-way Interactions	916.082	5	183.216	4.407	.001
DENTIN ADHESIVO	373.052	2	186.526	4.487	.012
DENTIN AGING	388.950	1	388.950	9.356	.002
ADHESIVO AGING	149.088	2	74.544	1.793	.168
Explained	16212.937	9	1801.437	43.331	.000
Residual	11890.106	286	41.574		
Total	28103.043	295	95.265		

296 Cases were processed.
0 Cases (.0 PCT) were missing.
Grand Mean = 31.056

Variable + Category	N	Unadjusted Dev'n Eta	Adjusted for Independents Dev'n Beta	Adjusted for Independents + Covariates Dev'n Beta
DENTIN				
1 NORMAL	149	4.89	4.86	
2 AFECTADA	147	-4.95	-4.93	
		.50	.50	
ADHESIVO				
1 SINGLB	97	4.65	4.84	
Grand Mean =	31.056			

Variable + Category	N	Unadjusted Dev'n Eta	Adjusted for Independents Dev'n Beta	Adjusted for Independents + Covariates Dev'n Beta
2 PROTECTB	99	2.25	2.00	
3 ADSE	100	-6.74	-6.68	
		.50	.50	
AGING				
1 24H	150	1.92	1.78	
2 6 MESES	146	-1.97	-1.83	
		.20	.19	
Multiple R Squared		.544		
Multiple R		.738		

DENTINA NORMAL SINGLEBOND

Independent samples of AGING TIEMPO DE ENVEJECIMIENTO

Group 1: AGING EQ 1.00 Group 2: AGING EQ 2.00

t-test for: TENSION VALOR EN MPa

		Number of Cases		Mean	Standard Deviation		Standard Error
Group 1		24		42.6338	6.164		1.258
Group 2		23		38.4335	6.886		1.436
		Pooled Variance Estimate			Separate Variance Estimate		
F	2-Tail	t	Degrees of	2-Tail	t	Degrees of	2-Tail
Value	Prob.	Value	Freedom	Prob.	Value	Freedom	Prob.
1.25	.601	2.21	45	.033	2.20	43.96	.033

DENTINA NORMAL PROTECT BOND

Independent samples of AGING TIEMPO DE ENVEJECIMIENTO

Group 1: AGING EQ 1.00 Group 2: AGING EQ 2.00

t-test for: TENSION VALOR EN MPa

		Number of Cases		Mean	Standard Deviation	Standard Error	
Group 1		27		39.1874	5.168	.995	
Group 2		25		39.4968	7.560	1.512	
		Pooled Variance Estimate			Separate Variance Estimate		
F	2-Tail	t	Degrees of	2-Tail	t	Degrees of	2-Tail
Value	Prob.	Value	Freedom	Prob.	Value	Freedom	Prob.
2.14	.061	-.17	50	.863	-.17	42.01	.865

DENTINA NORMAL ADSE

Independent samples of AGING TIEMPO DE ENVEJECIMIENTO

Group 1: AGING EQ 1.00 Group 2: AGING EQ 2.00

t-test for: TENSION VALOR EN MPa

	Number of Cases	Mean	Standard Deviation	Standard Error
Group 1	26	28.1938	6.296	1.235
Group 2	24	27.9029	7.736	1.579

		Pooled Variance Estimate			Separate Variance Estimate		
F Value	2-Tail Prob.	t Value	Degrees of Freedom	2-Tail Prob.	t Value	Degrees of Freedom	2-Tail Prob.
1.51	.316	.15	48	.884	.15	44.44	.885

DENTINA NORMAL 24 HORAS

-----ONEWAY-----

Variable TENSION

VALOR EN MPa

By Variable ADHESIVO TIPO DE ADHESIVO

Analysis of Variance

Source	D.F.	Sum of Squares	Mean Squares	F Ratio	F Prob.
Between Groups	2	2891.5561	1445.7780	41.8038	.0000
Within Groups	74	2559.2761	34.5848		
Total	76	5450.8322			

-----ONEWAY-----

Group	Count	Mean	Stand. Deviation	Stand. Error	95 Pct Conf Int for Mean
SINGLB	24	42.6338	6.1638	1.2582	40.0310 To 45.2365
PROTECTB	27	39.1874	5.1682	.9946	37.1429 To 41.2319
ADSE	26	28.1938	6.2959	1.2347	25.6509 To 30.7368
Total	77	36.5495	8.4689	.9651	34.6273 To 38.4717
Fixed Effects Model			5.8809	.6702	35.2141 To 37.8849
Random Effects Model				4.3407	17.8729 To 55.2260
Random Effects Model - Estimate of Between Component Variance				55.0465	

-----ONEWAY-----

Group	Minimum	Maximum
SINGLB	30.0500	53.3200
PROTECTB	27.7500	51.6600
ADSE	17.1000	43.0200
Total	17.1000	53.3200

Tests for Homogeneity of Variances

Cochrans C = Max. Variance/Sum(Variances) = .3799, P = .796 (Approx.)

Bartlett-Box F = .563, P = .570

Maximum Variance / Minimum Variance 1.484

-----ONEWAY-----

Variable TENSION VALOR EN MPa
By Variable ADHESIVO TIPO DE ADHESIVO

Multiple Range Test

Student-Newman-Keuls Procedure

Ranges for the .050 level -

2.83 3.38

The ranges above are table ranges.

The value actually compared with Mean(J)-Mean(I) is..

$4.1584 * \text{Range} * \sqrt{1/N(I) + 1/N(J)}$

(*) Denotes pairs of groups significantly different at the .050 level

-----ONEWAY-----

Variable TENSION VALOR EN MPa
(Continued)

		A	P	S
		D	R	I
		S	O	N
		E	T	G
			E	L
			C	B
			T	
			B	
Mean	Group			
28.1938	ADSE			
39.1874	PROTECTB	*		
42.6338	SINGLB	*	*	

DENTINA NORMAL 6MESES

-----ONEWAY-----

Variable TENSION VALOR EN MPa
By Variable ADHESIVO TIPO DE ADHESIVO

Analysis of Variance

	D.F.	Sum of Squares	Mean Squares	F Ratio	F Prob.
Between Groups	2	1979.3582	989.6791	18.0120	.0000
Within Groups	69	3791.2340	54.9454		
Total	71	5770.5922			

-----ONEWAY-----

Group	Count	Mean	Stand. Deviation	Stand. Error	95 Pct Conf Int for Mean
SINGLB	23	38.4335	6.8859	1.4358	35.4558 To 41.4112
PROTECTB	25	39.4968	7.5595	1.5119	36.3764 To 42.6172
ADSE	24	27.9029	7.7364	1.5792	24.6361 To 31.1697
Total	72	35.2925	9.0153	1.0625	33.1740 To 37.4110
Fixed Effects Model			7.4125	.8736	33.5498 To 37.0352
Random Effects Model				3.7105	19.3272 To 51.2578
Random Effects Model - Estimate of Between Component Variance				38.9698	

-----ONEWAY-----

Group	Minimum	Maximum
SINGLB	23.1100	54.9100
PROTECTB	26.8800	55.0100
ADSE	17.6900	39.7200
Total	17.6900	55.0100

Tests for Homogeneity of Variances

Cochrans C = Max. Variance/Sum(Variances) = .3640, P = 1.000 (Approx.)

Bartlett-Box F = .163, P = .849

Maximum Variance / Minimum Variance 1.262

-----ONEWAY-----

Variable TENSION VALOR EN MPa
By Variable ADHESIVO TIPO DE ADHESIVO

Multiple Range Test

Student-Newman-Keuls Procedure

Ranges for the .050 level -

2.83 3.39

The ranges above are table ranges.

The value actually compared with Mean(J)-Mean(I) is..

$5.2414 * \text{Range} * \text{Sqrt}(1/N(I) + 1/N(J))$

(*) Denotes pairs of groups significantly different at the .050 level

-----ONEWAY-----

Variable TENSION VALOR EN MPa
(Continued)

Mean	Group	A D S E	S I N G L B	P R O T E C T B
27.9029	ADSE			
38.4335	SINGLB	*		
39.4968	PROTECTB	*		

DENTINA AFECTADA SINGLE BOND

Independent samples of AGING TIEMPO DE ENVEJECIMIENTO

Group 1: AGING EQ 1.00 Group 2: AGING EQ 2.00

t-test for: TENSION VALOR EN MPa

					Number of Cases	Mean	Standard Deviation	Standard Error
Group 1					25	34.4956	6.836	1.367
Group 2					25	27.7604	7.437	1.487
					Pooled Variance Estimate		Separate Variance Estimate	
F Value	2-Tail Prob.	t Value	Degrees of Freedom	2-Tail Prob.	t Value	Degrees of Freedom	2-Tail Prob.	
1.18	.683	3.33	48	.002	3.33	47.66	.002	

DENTINA AFECTADA PROTECT BOND
Independent samples of AGING TIEMPO DE ENVEJECIMIENTO

Group 1: AGING EQ 1.00 Group 2: AGING EQ 2.00

t-test for: TENSION VALOR EN MPa

		Number of Cases	Mean	Standard Deviation	Standard Error
Group 1		24	28.6808	4.989	1.018
Group 2		23	24.4870	5.618	1.171
		Pooled Variance Estimate			Separate Variance Estimate
F Value	2-Tail Prob.	t Value	Degrees of Freedom	2-Tail Prob.	t Value Degrees of Freedom 2-Tail Prob.
1.27	.575	2.71	45	.010	2.70 43.86 .010

DENTINA AFECTADA ADESE
Independent samples of AGING TIEMPO DE ENVEJECIMIENTO

Group 1: AGING EQ 1.00 Group 2: AGING EQ 2.00

t-test for: TENSION VALOR EN MPa

		Number of Cases	Mean	Standard Deviation	Standard Error
Group 1		24	24.2079	6.973	1.423
Group 2		26	17.2469	5.110	1.002
		Pooled Variance Estimate			Separate Variance Estimate
F Value	2-Tail Prob.	t Value	Degrees of Freedom	2-Tail Prob.	t Value Degrees of Freedom 2-Tail Prob.
1.86	.132	4.05	48	.000	4.00 41.96 .000

DENTINA AFECTADA 24 HORAS

----- ONEWAY -----

Variable TENSION VALOR EN MPa
By Variable ADHESIVO TIPO DE ADHESIVO

Analysis of Variance					
Source	D.F.	Sum of Squares	Mean Squares	F Ratio	F Prob.
Between Groups	2	1305.6546	652.8273	16.2479	.0000
Within Groups	70	2812.5420	40.1792		
Total	72	4118.1966			

-----ONEWAY-----

Group	Count	Mean	Stand. Deviation	Stand. Error	95 Pct Conf Int for Mean	
SINGLB	25	34.4956	6.8362	1.3672	31.6738 To	37.3174
PROTECTB	24	28.6808	4.9892	1.0184	26.5741 To	30.7876
ADSE	24	24.2079	6.9733	1.4234	21.2633 To	27.1525
Total	73	29.2016	7.5629	.8852	27.4371 To	30.9662
Fixed Effects Model			6.3387	.7419	27.7220 To	30.6813
Random Effects Model				2.9912	16.3312 To	42.0721
Random Effects Model - Estimate of Between Component Variance			25.1820			

-----ONEWAY-----

Group	Minimum	Maximum
SINGLB	21.2500	42.1800
PROTECTB	19.7100	35.8600
ADSE	12.1100	32.5000
Total	12.1100	42.1800

Tests for Homogeneity of Variances

Cochrans C = Max. Variance/Sum(Variations) = .4044, P = .557 (Approx.)

Bartlett-Box F = 1.470, P = .230

Maximum Variance / Minimum Variance 1.954

-----ONEWAY-----

Variable TENSION VALOR EN MPa

By Variable ADHESIVO TIPO DE ADHESIVO

Multiple Range Test

Student-Newman-Keuls Procedure

Ranges for the .050 level -

2.83 3.39

The ranges above are table ranges.

The value actually compared with Mean(J)-Mean(I) is..

$4.4821 * \text{Range} * \sqrt{(1/N(I) + 1/N(J))}$

(*) Denotes pairs of groups significantly different at the .050 level

-----ONEWAY-----

Variable TENSION VALOR EN MPa
(Continued)

		A D S E	P R O T E C T B	S I N G L B
Mean	Group			
24.2079	ADSE			
28.6808	PROTECTB	*		
34.4956	SINGLB	*	*	

DENTINA AFECTADA 6MESES

-----ONEWAY-----

Variable TENSION VALOR EN MPa
By Variable ADHESIVO TIPO DE ADHESIVO

Analysis of Variance

Source	D.F.	Sum of Squares	Mean Squares	F Ratio	F Prob.
Between Groups	2	1477.7563	738.8781	19.6155	.0000
Within Groups	71	2674.4355	37.6681		
Total	73	4152.1918			

-----ONEWAY-----

Group	Count	Mean	Stand. Deviation	Stand. Error	95 Pct Conf Int for Mean	
SINGLB	25	27.7604	7.4367	1.4873	24.6907 To	30.8301
PROTECTB	23	24.4870	5.6183	1.1715	22.0574 To	26.9165
ADSE	26	17.2469	5.1095	1.0021	15.1831 To	19.3107
Total	74	23.0491	7.5418	.8767	21.3018 To	24.7964
Fixed Effects Model		6.1374		.7135	21.6265 To	24.4717
Random Effects Model				3.1656	9.4283 To	36.6698
Random Effects Model - Estimate of Between Component Variance				28.4638		

-----ONEWAY-----

Group	Minimum	Maximum
SINGLB	15.1200	39.9400
PROTECTB	16.4200	33.4900
ADSE	11.7100	31.4900
Total	11.7100	39.9400

Tests for Homogeneity of Variances

Cochrans C = Max. Variance/Sum(Variances) = .4895, P = .082 (Approx.)

Bartlett-Box F = 1.883, P = .152

Maximum Variance / Minimum Variance 2.118

-----ONEWAY-----

Variable TENSION VALOR EN MPa

By Variable ADHESIVO TIPO DE ADHESIVO

Multiple Range Test

Student-Newman-Keuls Procedure

Ranges for the .050 level -

2.83 3.38

The ranges above are table ranges.

The value actually compared with Mean(J)-Mean(I) is..

$4.3398 * \text{Range} * \sqrt{(1/N(I) + 1/N(J))}$

(*) Denotes pairs of groups significantly different at the .050 level

-----ONEWAY-----

Variable TENSION VALOR EN MPa

(Continued)

Mean	Group	A	P	S
17.2469	ADSE	D	R	I
24.4870	PROTECTB	S	O	N
27.7604	SINGLB	E	T	G
			E	L
			C	B
			T	
			B	

*

*

24 HORAS SINGLE BOND

Independent samples of DENTIN TIPO DE DENTINA

Group 1: DENTIN EQ 1.00 Group 2: DENTIN EQ 2.00

t-test for: TENSION VALOR EN MPa

		Number of Cases			Mean	Standard Deviation	Standard Error
Group 1		24			42.6338	6.164	1.258
Group 2		25			34.4956	6.836	1.367
		Pooled Variance Estimate			Separate Variance Estimate		
F	2-Tail	t	Degrees of	2-Tail	t	Degrees of	2-Tail
Value	Prob.	Value	Freedom	Prob.	Value	Freedom	Prob.
1.23	.622	4.37	47	.000	4.38	46.82	.000

24 HORAS PROTECTBOND

Independent samples of DENTIN TIPO DE DENTINA

Group 1: DENTIN EQ 1.00 Group 2: DENTIN EQ 2.00

t-test for: TENSION VALOR EN MPa

		Number of Cases			Mean	Standard Deviation	Standard Error
Group 1		27			39.1874	5.168	.995
Group 2		24			28.6808	4.989	1.018
		Pooled Variance Estimate			Separate Variance Estimate		
F	2-Tail	t	Degrees of	2-Tail	t	Degrees of	2-Tail
Value	Prob.	Value	Freedom	Prob.	Value	Freedom	Prob.
1.07	.870	7.37	49	.000	7.38	48.65	.000

24 HORAS ADESE

Independent samples of DENTIN TIPO DE DENTINA

Group 1: DENTIN EQ 1.00 Group 2: DENTIN EQ 2.00

t-test for: TENSION VALOR EN MPa

	Number of Cases	Mean	Standard Deviation	Standard Error
Group 1	26	28.1938	6.296	1.235
Group 2	24	24.2079	6.973	1.423

Pooled Variance Estimate			Separate Variance Estimate		
F Value	2-Tail Prob.	t Value	Degrees of Freedom	2-Tail Prob.	t Value
1.23	.616	2.12	48	.039	2.12

24HORAS

DENTINA NORMAL

----- ONE WAY -----

Variable TENSIÓN VALOR EN MPa

By Variable ADHESIVO TIPO DE ADHESIVO

Analysis of Variance

Source	D.F.	Sum of Squares	Mean Squares	F Ratio	F Prob.
Between Groups	2	2891.5561	1445.7780	41.8038	.0000
Within Groups	74	2559.2761	34.5848		
Total	76	5450.8322			

----- ONE WAY -----

Group	Count	Mean	Stand. Deviation	Stand. Error	95 Pct Conf Int for Mean
SINGLB	24	42.6338	6.1638	1.2582	40.0310 To 45.2365
PROTECTB	27	39.1874	5.1682	.9946	37.1429 To 41.2319
ADSE	26	28.1938	6.2959	1.2347	25.6509 To 30.7368
Total	77	36.5495	8.4689	.9651	34.6273 To 38.4717
Fixed Effects Model		5.8809		.6702	35.2141 To 37.8849
Random Effects Model				4.3407	17.8729 To 55.2260

Random Effects Model - Estimate of Between Component Variance 55.0465

-----ONEWAY-----

Group	Minimum	Maximum
SINGLB	30.0500	53.3200
PROTECTB	27.7500	51.6600
ADSE	17.1000	43.0200
Total	17.1000	53.3200

Tests for Homogeneity of Variances

Cochrans C = Max. Variance/Sum(Variations) = .3799, P = .796 (Approx.)

Bartlett-Box F = .563, P = .570

Maximum Variance / Minimum Variance 1.484

-----ONEWAY-----

Variable TENSION VALOR EN MPa
By Variable ADHESIVO TIPO DE ADHESIVO

Multiple Range Test

Student-Newman-Keuls Procedure

Ranges for the .050 level -

2.83 3.38

The ranges above are table ranges.

The value actually compared with Mean(J)-Mean(I) is..

$4.1584 * \text{Range} * \sqrt{(1/N(I) + 1/N(J))}$

(*) Denotes pairs of groups significantly different at the .050 level

-----ONEWAY-----

Variable TENSION VALOR EN MPa
(Continued)

Mean	Group	A D S E	P R O T E C T B	S I N G L B
28.1938	ADSE	*		
39.1874	PROTECTB	*	*	
42.6338	SINGLB	*	*	*

24 HORAS DENTINA AFECTADA

-----ONE WAY-----

Variable TENSION VALOR EN MPa
By Variable ADHESIVO TIPO DE ADHESIVO

Analysis of Variance

Source	D.F.	Sum of Squares	Mean Squares	F Ratio	F Prob.
Between Groups	2	1305.6546	652.8273	16.2479	.0000
Within Groups	70	2812.5420	40.1792		
Total	72	4118.1966			

-----ONE WAY-----

Group	Count	Mean	Stand. Deviation	Stand. Error	95 Pct Conf Int for Mean
SINGLB	25	34.4956	6.8362	1.3672	31.6738 To 37.3174
PROTECTB	24	28.6808	4.9892	1.0184	26.5741 To 30.7876
ADSE	24	24.2079	6.9733	1.4234	21.2633 To 27.1525
Total	73	29.2016	7.5629	.8852	27.4371 To 30.9662
Fixed Effects Model			6.3387	.7419	27.7220 To 30.6813
Random Effects Model				2.9912	16.3312 To 42.0721
Random Effects Model - Estimate of Between Component Variance				25.1820	

-----ONE WAY-----

Group	Minimum	Maximum
SINGLB	21.2500	42.1800
PROTECTB	19.7100	35.8600
ADSE	12.1100	32.5000
Total	12.1100	42.1800

Tests for Homogeneity of Variances

Cochrans C = Max. Variance/Sum(Variances) = .4044, P = .557 (Approx.)
Bartlett-Box F = 1.470, P = .230
Maximum Variance / Minimum Variance 1.954

-----ONEWAY-----

Variable TENSION VALOR EN MPa
By Variable ADHESIVO TIPO DE ADHESIVO

Multiple Range Test

Student-Newman-Keuls Procedure
Ranges for the .050 level -

2.83 3.39

The ranges above are table ranges.
The value actually compared with $\text{Mean}(J) - \text{Mean}(I)$ is..
 $4.4821 * \text{Range} * \text{Sqrt}(1/N(I) + 1/N(J))$

(*) Denotes pairs of groups significantly different at the .050 level

-----ONEWAY-----

Variable TENSION VALOR EN MPa
(Continued)

		A D S E			P R O T E C T B			S I N G L B		
Mean	Group									
24.2079	ADSE									
28.6808	PROTECTB			*						
34.4956	SINGLB			*		*				

6 MESES SINGLE BOND

Independent samples of DENTIN TIPO DE DENTINA
Group 1: DENTIN EQ 1.00 Group 2: DENTIN EQ 2.00

t-test for: TENSION VALOR EN MPa

		Number of Cases			Mean	Standard Deviation		Standard Error
Group 1		23			38.4335	6.886		1.436
Group 2		25			27.7604	7.437		1.487
		Pooled Variance Estimate			Separate Variance Estimate			
F Value	2-Tail Prob.	t Value	Degrees of Freedom	2-Tail Prob.	t Value	Degrees of Freedom	2-Tail Prob.	
1.17	.720	5.15	46	.000	5.16	46.00	.000	

6 MESES PROTECT BOND

Independent samples of DENTIN TIPO DE DENTINA

Group 1: DENTIN EQ 1.00 Group 2: DENTIN EQ 2.00

t-test for: TENSION VALOR EN MPa

	Number of Cases	Mean	Standard Deviation	Standard Error
Group 1	25	39.4968	7.560	1.512
Group 2	23	24.4870	5.618	1.171

			Pooled Variance Estimate			Separate Variance Estimate		
F	2-Tail		t	Degrees of	2-Tail	t	Degrees of	2-Tail
Value	Prob.		Value	Freedom	Prob.	Value	Freedom	Prob.
1.81	.166		7.75	46	.000	7.85	44.12	.000

6 MESES ADESE

Independent samples of DENTIN TIPO DE DENTINA

Group 1: DENTIN EQ 1.00 Group 2: DENTIN EQ 2.00

t-test for: TENSION VALOR EN MPa

	Number of Cases	Mean	Standard Deviation	Standard Error
Group 1	24	27.9029	7.736	1.579
Group 2	26	17.2469	5.110	1.002

			Pooled Variance Estimate			Separate Variance Estimate		
F	2-Tail		t	Degrees of	2-Tail	t	Degrees of	2-Tail
Value	Prob.		Value	Freedom	Prob.	Value	Freedom	Prob.
2.29	.046		5.79	48	.000	5.70	39.38	.000

6 MESES DENTINA NORMAL

----- ONE WAY -----

Variable TENSION VALOR EN MPa
By Variable ADHESIVO TIPO DE ADHESIVO

Analysis of Variance

Source	D.F.	Sum of Squares	Mean Squares	F Ratio	F Prob.
Between Groups	2	1979.3582	989.6791	18.0120	.0000
Within Groups	69	3791.2340	54.9454		
Total	71	5770.5922			

-----ONEWAY-----

Group	Count	Mean	Stand. Deviation	Error	95 Pct Conf Int for Mean
SINGLB	23	38.4335	6.8859	1.4358	35.4558 To 41.4112
PROTECTB	25	39.4968	7.5595	1.5119	36.3764 To 42.6172
ADSE	24	27.9029	7.7364	1.5792	24.6361 To 31.1697
Total	72	35.2925	9.0153	1.0625	33.1740 To 37.4110
Fixed Effects Model			7.4125	.8736	33.5498 To 37.0352
Random Effects Model				3.7105	19.3272 To 51.2578
Random Effects Model - Estimate of Between Component Variance				38.9698	

-----ONEWAY-----

Group	Minimum	Maximum
SINGLB	23.1100	54.9100
PROTECTB	26.8800	55.0100
ADSE	17.6900	39.7200
Total	17.6900	55.0100

Tests for Homogeneity of Variances

Cochrans C = Max. Variance/Sum(Variances) = .3640, P = 1.000 (Approx.)
 Bartlett-Box F = .163, P = .849
 Maximum Variance / Minimum Variance 1.262

-----ONEWAY-----

Variable TENSION VALOR EN MPa
 By Variable ADHESIVO TIPO DE ADHESIVO

Multiple Range Test

Student-Newman-Keuls Procedure
 Ranges for the .050 level -
 2.83 3.39

The ranges above are table ranges.
 The value actually compared with Mean(J)-Mean(I) is..
 $5.2414 * \text{Range} * \sqrt{1/N(I) + 1/N(J)}$

(*) Denotes pairs of groups significantly different at the .050 level

-----ONEWAY-----

Variable TENSION VALOR EN MPa
(Continued)

Mean	Group	A D S E	S I N G L B	P R O T E C T B
27.9029	ADSE			
38.4335	SINGLB	*		
39.4968	PROTECTB	*		

6 MESES DENTINA AFECTADA

-----ONEWAY-----

Variable TENSION VALOR EN MPa
By Variable ADHESIVO TIPO DE ADHESIVO

Analysis of Variance

Source	D.F.	Sum of Squares	Mean Squares	F Ratio	F Prob.
Between Groups	2	1477.7563	738.8781	19.6155	.0000
Within Groups	71	2674.4355	37.6681		
Total	73	4152.1918			

-----ONEWAY-----

Group	Count	Mean	Stand. Deviation	Stand. Error	95 Pct Conf Int for Mean
SINGLB	25	27.7604	7.4367	1.4873	24.6907 To 30.8301
PROTECTB	23	24.4870	5.6183	1.1715	22.0574 To 26.9165
ADSE	26	17.2469	5.1095	1.0021	15.1831 To 19.3107
Total	74	23.0491	7.5418	.8767	21.3018 To 24.7964
Fixed Effects Model			6.1374	.7135	21.6265 To 24.4717
Random Effects Model				3.1656	9.4283 To 36.6698
Random Effects Model - Estimate of Between Component Variance				28.4638	

-----ONEWAY-----

Group	Minimum	Maximum
SINGLB	15.1200	39.9400
PROTECTB	16.4200	33.4900
ADSE	11.7100	31.4900
Total	11.7100	39.9400

Tests for Homogeneity of Variances

Cochrans C = Max. Variance/Sum(Variances) = .4895, P = .082 (Approx.)
 Bartlett-Box F = 1.883, P = .152
 Maximum Variance / Minimum Variance 2.118

-----ONEWAY-----

Variable TENSION VALOR EN MPa
 By Variable ADHESIVO TIPO DE ADHESIVO

Multiple Range Test

Student-Newman-Keuls Procedure

Ranges for the .050 level -

2.83 3.38

The ranges above are table ranges.

The value actually compared with Mean(J)-Mean(I) is..

$4.3398 * \text{Range} * \sqrt{(1/N(I) + 1/N(J))}$

(*) Denotes pairs of groups significantly different at the .050 level

-----ONEWAY-----

Variable TENSION VALOR EN MPa
 (Continued)

Mean	Group	A D S E	P R O T E C T B	S I N G L B
17.2469	ADSE			
24.4870	PROTECTB	*		
27.7604	SINGLB	*		

ANEXO 6

6.1. Valores de área, resistência adesiva, dureza (KNH) e padrão de fratura obtidos em dentina normal, para o adesivo

Adper Scotchbond 1 após 24 horas de armazenamento.

Espécime	x	y	Força (Kgf)	Área (mm ²)	Resistência de União		Dureza	Fratura
					(MPa)			
1	0.88	1.00	3.86	0.88	43.03		73.06	M
2	0.90	1.02	3.52	0.92	37.62		81.41	M
3	0.90	0.99	3.33	0.89	36.66		72.73	A
4	1.07	1.01	5.42	1.08	49.20		91.60	M
5	1.10	0.99	4.78	1.09	43.06		71.15	M
6	0.98	1.04	3.65	1.02	35.13		85.05	A
7	1.05	1.00	6.39	1.05	59.70		83.88	M
8	1.00	0.98	3.99	0.98	39.94		73.80	M
9	1.05	1.00	4.23	1.05	39.52		82.53	M
10	1.06	1.01	3.28	1.07	30.05		72.10	A
11	1.01	1.06	3.94	1.07	36.10		88.41	A
12	1.05	0.99	5.56	1.04	52.47		78.16	CR
13	1.05	0.99	5.33	1.04	50.30		79.51	CD
14	0.99	1.06	4.92	1.05	45.99		76.25	A
15	1.01	1.05	5.11	1.06	47.27		61.19	A
16	0.99	1.00	4.74	0.99	46.97		82.96	M
17	0.99	1.03	4.11	1.02	39.54		77.98	A
18	1.05	0.98	5.49	1.03	52.34		81.88	M
19	1.07	1.02	4.76	1.09	42.79		64.76	M
20	0.99	1.00	4.27	0.99	42.31		-	M
21	1.06	0.98	3.96	1.04	37.40		-	A
22	0.98	1.03	3.96	1.01	38.49		-	M
23	1.07	1.03	5.99	1.10	53.32		-	CR
24	1.00	1.03	4.76	1.03	45.34		82.06	CD
25	1.00	1.02	3.99	1.02	38.37		73.92	M

ANEXO 6

6.2. Valores de área, resistência adesiva, dureza (KNH) e padrão de fratura obtidos em dentina normal, para o adesivo

Adper Scotchbond 1 após 6 meses de armazenamento.

Espécime	x	y	Força (Kgf)	Área (mm ²)	Resistência de União		Dureza	Fratura
					(MPa)			
1	0.97	0.96	4.29	0.93	45.19		84.01	M
2	0.99	1.04	3.79	1.03	36.11		72.06	A
3	0.96	1.01	3.17	0.97	32.07		76.14	A
4	0.93	1.05	2.30	0.98	23.11		80.75	A
5	0.93	1.03	5.10	0.96	52.23		74.50	M
6	0.98	1.00	3.95	0.98	39.54		83.03	A
7	0.93	1.00	3.11	0.93	32.81		81.59	A
8	0.99	0.97	3.98	0.96	40.66		71.33	A
9	0.98	1.01	3.03	0.99	30.03		80.52	A
10	0.82	1.10	4.32	0.90	46.98		72.15	CR
11	0.96	1.00	3.91	0.96	39.96		81.16	A
12	0.92	1.12	4.49	1.03	42.75		75.80	M
13	0.82	1.14	3.33	0.93	34.95		76.51	A
14	0.96	0.98	3.82	0.94	39.83		66.25	M
15	0.87	1.06	3.29	0.92	35.00		82.19	A
16	0.82	1.13	4.79	0.93	50.71		73.98	M
17	0.95	1.05	4.77	1.00	46.91		71.98	M
18	1.06	1.00	4.60	1.06	42.57		72.06	A
19	0.89	1.04	5.30	0.93	56.17		81.76	CD
20	1.00	1.05	2.95	1.05	27.56		86.53	A
21	0.92	1.10	4.11	1.01	39.84		85.87	M
22	0.93	1.02	3.78	0.95	39.09		98.60	M
23	0.95	1.01	3.93	0.96	40.18		-	M
24	1.01	1.01	5.71	1.02	54.91		-	M
25	1.03	0.98	3.81	1.01	37.03		-	A
26	1.03	1.03	3.99	1.06	36.89		-	A

ANEXO 6

6.3. Valores de área, resistência adesiva, dureza (KNH) e padrão de fratura obtidos em dentina afetada por cárie, para o adesivo Adper Scotchbond 1 após 24 horas de armazenamento.

Espécime	x	y	Força (Kgf)	Área (mm ²)	Resistência de União		Dureza	Fratura
					(MPa)			
1	1.05	1.02	2.32	1.07	21.25		18.42	A
2	1.07	1.03	2.51	1.10	22.34		19.24	A
3	0.99	1.03	3.06	1.02	29.44		32.15	A
4	1.06	1.03	4.32	1.09	38.82		29.98	M
5	1.05	0.98	4.31	1.03	41.09		21.34	CD
6	1.05	1.00	3.60	1.05	33.63		42.51	A
7	0.99	1.02	4.20	1.01	40.80		31.75	M
8	0.98	0.98	2.85	0.96	29.11		12.00	A
9	1.05	1.03	4.12	1.08	37.37		32.24	M
10	1.08	1.00	3.17	1.08	28.79		33.20	A
11	1.05	1.05	3.53	1.10	31.41		25.46	A
12	0.80	1.06	3.30	0.85	38.18		36.49	A
13	0.99	0.99	4.13	0.98	41.34		42.57	CD
14	0.90	0.99	3.42	0.89	37.65		39.44	M
15	1.07	1.06	4.81	1.13	41.60		35.68	CD
16	1.02	1.01	4.34	1.03	41.33		32.07	CD
17	0.98	1.00	3.10	0.98	31.03		42.82	A
18	1.01	0.98	4.00	0.99	39.64		38.25	M
19	1.00	1.00	4.30	1.00	42.18		41.68	CD
20	1.00	1.04	3.70	1.04	34.90		28.52	A
21	1.05	0.99	3.44	1.04	32.46		37.52	A
22	1.06	1.01	2.61	1.07	23.92		46.93	A
23	1.01	0.99	3.97	1.00	38.95		26.21	M
24	1.05	1.02	4.60	1.07	42.13		29.40	M
25	1.05	1.01	2.49	1.06	23.03		34.97	A

ANEXO 6

6.4. Valores de área, resistência adesiva, dureza (KNH) e padrão de fratura obtidos em dentina afetada por cárie, para o adesivo Adper Scotchbond 1 após 6 meses de armazenamento.

Espécime	x	y	Força (Kgf)	Área (mm ²)	Resistência de União	Dureza	Fratura
					(MPa)		
1	0.96	0.98	1.45	0.94	15.12	32.15	A
2	1.03	1.04	4.30	1.07	39.38	41.25	CD
3	0.93	1.00	3.46	0.93	36.50	34.97	M
4	0.92	1.01	1.94	0.93	20.48	29.50	A
5	1.03	0.97	2.04	1.00	20.03	10.66	M
6	1.02	0.97	2.12	0.99	21.02	33.83	M
7	0.96	1.01	3.86	0.97	39.05	16.93	CD
8	0.96	1.08	2.13	1.04	20.15	43.89	M
9	1.03	1.02	2.35	1.05	21.94	28.00	A
10	0.82	1.00	2.93	0.82	35.05	-	M
11	0.88	1.08	2.15	0.95	22.19	-	A
12	1.00	1.01	2.78	1.01	27.00	-	A
13	0.95	0.99	3.03	0.94	31.60	-	M
14	1.04	0.97	2.40	1.01	23.34	-	M
15	1.06	0.98	2.45	1.04	23.14	32.56	M
16	1.03	1.05	2.30	1.08	20.86	25.34	A
17	0.93	1.00	3.46	0.93	36.50	23.61	M
18	1.02	1.01	2.44	1.03	23.23	42.68	CD
19	1.03	0.97	2.65	1.00	26.02	29.92	A
20	1.00	0.97	3.20	0.97	32.36	39.98	A
21	1.06	1.01	3.76	1.07	34.45	26.21	A
22	0.96	0.98	3.83	0.94	39.94	19.40	CD
23	1.03	1.02	2.58	1.05	24.09	12.15	A
24	0.92	1.00	2.37	0.92	25.27	25.52	A
25	0.98	1.08	4.60	1.06	42.64	22.51	CD
26	1.04	1.01	3.78	1.05	35.30	25.71	CD

ANEXO 6

6.5. Valores de área, resistência adesiva, dureza (KNH) e padrão de fratura obtidos em dentina normal, para o adesivo

Clearfil Protect Bond após 24 horas de armazenamento.

Espécime	x	y	Força (Kgf)	Área (mm ²)	Resistência de União		Dureza	Fratura
					(MPa)			
1	1.00	0.99	3.21	0.99	31.81		83.36	A
2	1.04	1.00	4.39	1.04	41.41		88.54	M
3	1.07	0.97	3.67	1.04	34.69		82.40	A
4	0.96	1.03	3.37	0.99	33.43		76.59	A
5	1.01	1.00	2.00	1.01	19.43		71.49	A
6	0.99	0.96	3.54	0.95	36.54		95.42	A
7	1.06	1.03	4.22	1.09	37.92		73.76	A
8	0.97	0.98	4.08	0.95	42.10		83.78	M
9	1.03	1.05	4.21	1.08	38.19		74.95	A
10	1.11	0.96	3.52	1.07	32.41		91.61	A
11	1.04	1.05	5.75	1.09	51.66		72.12	CR
12	0.99	1.06	3.88	1.05	36.27		82.57	A
13	1.05	0.98	4.68	1.03	44.62		94.42	M
14	0.92	1.10	4.18	1.01	40.52		84.96	A
15	1.03	1.01	3.93	1.04	37.06		94.69	A
16	0.97	1.07	3.87	1.04	36.58		88.75	A
17	1.08	1.09	4.54	1.18	37.83		63.77	A
18	0.89	1.05	3.60	0.93	37.79		85.52	A
19	0.82	1.00	3.49	0.82	41.75		75.83	M
20	0.85	1.26	4.51	1.07	41.31		87.63	M
21	0.94	1.02	4.20	0.96	42.97		87.19	CR
22	0.93	1.02	3.76	0.95	38.88		83.01	A
23	1.05	1.01	3.00	1.06	27.75		87.94	A
24	0.92	1.07	4.94	0.98	49.23		91.93	CR
25	0.85	1.05	3.78	0.89	41.55		69.64	M
26	0.97	1.06	4.23	1.03	40.36		-	A
27	1.03	1.04	4.98	1.07	45.61		-	M
28	0.92	1.06	3.76	0.98	37.82		-	A

ANEXO 6

6.6. Valores de área, resistência adesiva, dureza (KNH) e padrão de fratura obtidos em dentina normal, para o adesivo

Clearfil Protect Bond após 6 meses de armazenamento.

Espécime	x	y	Força (Kgf)	Área (mm ²)	Resistência de União		Fratura
					(MPa)	Dureza	
1	0.92	0.99	3.96	0.91	42.65	92.60	M
2	1.03	1.01	2.85	1.04	26.88	74.98	A
3	1.00	1.04	3.22	1.04	30.37	67.76	A
4	0.92	1.03	3.30	0.95	34.16	74.41	A
5	0.89	1.07	3.66	0.95	37.70	78.92	A
6	0.87	1.12	3.87	0.97	38.96	71.76	A
7	1.01	1.05	4.74	1.06	43.85	85.04	M
8	0.93	1.04	3.89	0.97	39.46	84.69	A
9	1.05	1.03	3.96	1.08	35.92	-	A
10	0.99	0.98	4.08	0.97	41.25	-	M
11	0.93	1.03	3.93	0.96	40.25	-	M
12	0.94	1.01	2.75	0.95	28.42	-	A
13	1.00	1.01	3.19	1.01	30.98	-	A
14	0.89	1.10	4.21	0.98	42.19	-	M
15	0.84	1.08	3.25	0.91	35.14	-	A
16	0.84	1.12	5.03	0.94	52.45	-	CR
17	1.01	1.04	3.90	1.05	36.42	78.98	M
18	1.03	1.03	3.00	1.06	27.74	60.52	A
19	0.99	0.93	4.12	0.92	43.90	83.19	M
20	0.96	1.03	3.98	0.99	39.49	89.75	A
21	0.94	1.01	3.84	0.95	39.68	76.55	M
22	1.04	1.01	5.89	1.05	55.01	79.14	M
23	0.89	1.10	4.71	0.98	47.20	75.80	A
24	0.84	1.08	4.84	0.91	52.34	79.63	CR
25	0.94	1.12	4.83	1.05	45.01	92.06	A

ANEXO 6

6.7. Valores de área, resistência adesiva, dureza (KNH) e padrão de fratura obtidos em dentina afetada por cárie, para o adesivo Clearfil Protect Bond após 24 horas de armazenamento.

Espécime	x	y	Força (Kgf)	Área (mm ²)	Resistência de União (MPa)	Dureza	Fratura
1	0.91	1.00	2.54	0.91	27.38	27.52	A
2	0.85	1.03	2.51	0.88	28.12	44.93	A
3	0.92	1.02	2.74	0.94	28.64	28.50	A
4	0.92	1.02	2.83	0.94	29.58	34.86	A
5	0.94	1.12	3.29	1.05	30.66	32.39	M
6	0.99	0.95	2.04	0.94	21.28	35.40	A
7	0.99	1.00	2.04	0.99	20.21	31.25	A
8	1.12	0.92	2.07	1.03	19.71	15.46	A
9	0.95	0.98	3.17	0.93	33.40	31.34	CD
10	1.04	0.99	2.41	1.03	22.96	42.07	A
11	1.03	0.96	3.10	0.99	30.76	29.98	M
12	1.00	0.80	2.85	0.80	34.95	31.15	M
13	1.01	0.96	2.62	0.97	26.51	29.24	A
14	1.04	0.92	3.30	0.96	33.83	16.42	CD
15	1.02	0.99	2.66	1.01	25.84	42.68	A
16	0.94	0.98	2.87	0.92	30.56	24.50	M
17	1.02	0.96	2.24	0.98	22.44	22.57	A
18	0.92	1.02	3.19	0.94	33.35	23.63	M
19	0.98	1.05	2.87	1.03	27.36	31.41	M
20	0.99	1.00	2.61	0.99	25.86	31.77	A
21	0.90	1.10	5.31	0.99	52.62	-	CD
22	0.96	0.95	3.95	0.91	42.49	-	CD
23	0.95	1.03	2.65	0.98	26.57	-	A
24	0.97	0.92	3.21	0.89	35.29	-	CD
25	0.99	0.90	1.87	0.89	20.59	-	A

ANEXO 6

6.8. Valores de área, resistência adesiva, dureza (KNH) e padrão de fratura obtidos em dentina afetada por cárie, para o adesivo Clearfil Protect Bond após 6 meses de armazenamento.

Espécime	x	y	Força (Kgf)	Área (mm ²)	Resistência de União	Dureza	Fratura
					(MPa)		
1	0.88	1.18	3.02	1.04	28.53	22.52	M
2	0.92	0.99	1.87	0.91	20.14	41.81	A
3	0.98	1.01	2.10	0.99	20.81	27.98	A
4	0.90	1.04	3.02	0.94	31.65	22.82	CD
5	1.01	1.02	1.95	1.03	18.57	10.66	A
6	0.93	1.06	1.65	0.99	16.42	19.40	A
7	0.96	1.01	4.41	0.97	44.62	16.93	CD
8	1.02	1.05	1.99	1.07	18.23	28.00	A
9	1.00	0.99	1.80	0.99	17.84	29.50	A
10	0.92	1.02	3.53	0.94	36.90	-	CD
11	0.99	1.00	3.38	0.99	33.49	-	CD
12	0.98	0.95	2.89	0.93	30.45	-	CD
13	1.01	1.03	2.94	1.04	27.72	-	M
14	1.05	1.02	2.47	1.07	22.62	-	M
15	0.95	0.98	2.93	0.93	30.87	-	M
16	0.99	1.06	2.05	1.05	19.16	41.25	A
17	1.03	1.01	3.10	1.04	29.23	39.98	M
18	1.06	1.04	2.13	1.10	18.95	43.89	A
19	0.99	0.99	2.21	0.98	22.12	22.51	M
20	0.92	1.07	3.01	0.98	30.00	25.34	CD
21	0.99	1.03	3.34	1.02	32.13	23.61	CD
22	0.98	0.95	2.76	0.93	29.08	34.97	M
23	0.88	1.06	2.40	0.93	25.24	33.83	M
24	1.05	1.02	2.27	1.07	20.79	32.15	M
25	0.99	1.05	2.03	1.04	19.16	29.92	A

6.9. Valores de área, resistência adesiva, dureza (KNH) e padrão de fratura obtidos em dentina normal, para o adesivo

AdheSE após 24 horas de armazenamento.

Espécime	x	y	Força (Kgf)	Área (mm ²)	Resistência de União		Dureza	Fratura
					(MPa)			
1	1.04	1.00	2.85	1.04	26.88		84.69	M
2	1.02	1.03	3.79	1.05	35.39		81.51	A
3	1.01	1.01	2.97	1.02	28.56		86.41	A
4	1.00	1.00	2.56	1.00	25.11		78.54	M
5	0.99	1.03	2.77	1.02	26.65		95.52	A
6	0.99	1.05	2.54	1.04	23.97		77.16	M
7	1.04	1.04	2.61	1.08	23.67		83.82	M
8	1.00	1.00	3.34	1.00	32.77		73.44	A
9	1.02	0.99	1.76	1.01	17.10		81.94	M
10	1.03	0.99	2.71	1.02	26.07		79.64	A
11	1.01	1.03	3.64	1.04	34.33		82.93	A
12	1.01	1.02	2.13	1.03	20.28		77.94	M
13	0.91	1.10	4.39	1.00	43.02		72.40	A
14	1.00	0.94	1.72	0.94	17.95		83.77	M
15	0.97	0.94	5.01	0.91	53.90		87.75	CR
16	0.96	1.10	2.90	1.06	26.94		82.36	M
17	0.91	1.10	2.91	1.00	28.52		70.49	A
18	0.97	1.03	3.59	1.00	35.25		81.86	A
19	0.94	0.98	1.65	0.92	17.57		71.09	M
20	1.00	0.98	2.35	0.98	23.52		76.59	A
21	1.01	1.02	3.56	1.03	33.90		95.42	A
22	1.00	1.05	2.84	1.05	26.53		71.76	A
23	0.93	1.06	2.99	0.99	29.75		87.63	A
24	1.04	0.98	3.11	1.02	29.93		-	A
25	0.88	1.07	2.93	0.94	30.53		-	A
26	0.96	0.92	2.98	0.88	33.10		-	A
27	0.93	0.95	3.22	0.88	35.75		-	A

ANEXO 6

6.10. Valores de área, resistência adesiva, dureza (KNH) e padrão de fratura obtidos em dentina normal, para o adesivo

AdheSE após 06 meses de armazenamento.

Espécime	x	y	Força (Kgf)	Área (mm ²)	Resistência de União	Dureza	Fratura
					(MPa)		
1	0.96	0.97	3.77	0.93	39.72	88.93	A
2	0.93	0.98	1.92	0.91	20.67	69.03	A
3	0.91	1.06	3.36	0.96	34.17	78.98	M
4	1.02	1.00	3.70	1.02	35.59	81.64	M
5	1.07	1.00	1.93	1.07	17.69	88.75	A
6	0.96	1.04	1.99	1.00	19.55	73.12	A
7	0.90	1.02	1.87	0.92	19.98	-	A
8	1.06	0.94	3.25	1.00	32.00	-	A
9	0.98	0.97	3.75	0.95	38.70	-	M
10	1.01	1.06	2.36	1.07	21.62	-	A
11	1.00	1.06	3.35	1.06	31.00	77.60	A
12	1.00	1.00	3.71	1.00	36.40	81.86	M
13	1.04	1.00	2.02	1.04	19.05	91.14	A
14	1.02	1.04	2.31	1.06	21.36	80.26	A
15	0.94	0.97	2.06	0.91	22.16	86.04	A
16	0.97	1.04	3.27	1.01	31.80	80.04	M
17	0.98	1.00	3.79	0.98	37.94	87.94	M
18	1.06	1.00	2.49	1.06	23.04	71.98	A
19	1.00	1.02	3.42	1.02	32.89	67.09	A
20	1.00	1.02	3.72	1.02	35.78	71.76	M
21	1.04	0.98	1.96	1.02	18.87	72.06	A
22	1.02	0.98	2.76	1.00	27.09	74.55	A
23	0.94	0.99	1.74	0.93	18.34	72.83	A
24	0.99	0.94	3.25	0.93	34.26	76.16	A

ANEXO 6

6.11. Valores de área, resistência adesiva, dureza (KNH) e padrão de fratura obtidos em dentina afetada por cárie, para o adesivo AdheSE após 24 horas de armazenamento.

Espécime	x	y	Força (Kgf)	Área (mm ²)	Resistência de União		Dureza	Fratura
					(MPa)			
1	1.05	0.91	1.25	0.96	12.83		43.72	A
2	1.06	0.94	1.23	1.00	12.11		34.50	A
3	1.00	0.98	1.72	0.98	17.22		41.92	A
4	1.03	0.95	1.80	0.98	18.05		28.52	A
5	0.98	0.95	1.23	0.93	12.96		13.22	A
6	1.04	0.97	2.66	1.01	25.87		30.57	A
7	1.09	0.96	3.22	1.05	30.19		33.93	A
8	0.94	0.93	2.77	0.87	31.08		33.78	M
9	0.90	1.05	3.10	0.95	32.18		41.62	M
10	1.07	0.98	2.26	1.05	21.14		26.00	A
11	1.01	0.98	1.34	0.99	13.28		24.27	A
12	1.03	1.02	2.05	1.05	19.14		52.57	A
13	1.04	1.00	1.88	1.04	17.73		40.81	A
14	0.97	1.00	3.02	0.97	30.54		33.01	A
15	0.93	0.99	3.05	0.92	32.50		44.63	M
16	0.87	1.06	2.78	0.92	29.57		21.77	A
17	0.97	1.03	2.74	1.00	26.90		22.48	A
18	0.96	0.98	2.64	0.94	27.53		31.01	A
19	0.93	1.02	3.00	0.95	31.02		32.81	M
20	0.97	1.00	2.88	0.97	29.13		17.50	A
21	1.03	0.98	2.59	1.01	25.17		-	A
22	1.06	1.02	3.33	1.08	30.21		-	M
23	1.09	1.00	2.97	1.09	26.73		-	M
24	0.97	1.00	2.76	0.97	27.91		-	M

ANEXO 6

6.12. Valores de área, resistência adesiva, dureza e padrão de fratura obtidos em dentina afetada por cárie, para o adesivo AdheSE após 06 meses de armazenamento.

Espécime	x	y	Força (Kgf)	Área (mm ²)	Resistência de União	Dureza	Fratura
					(MPa)		
1	1.00	1.01	1.28	1.01	12.43	22.72	A
2	0.97	1.08	1.25	1.05	11.71	31.81	A
3	0.99	1.03	2.01	1.02	19.34	27.05	M
4	0.89	0.98	1.50	0.87	16.87	27.75	A
5	0.89	1.02	1.15	0.91	12.43	40.42	A
6	0.92	0.97	3.05	0.89	33.53	29.00	CD
7	0.95	1.01	1.44	0.96	14.72	-	A
8	0.98	1.01	1.23	0.99	12.19	-	A
9	1.08	1.04	1.92	1.12	16.77	-	A
10	1.05	1.01	2.20	1.06	20.35	-	A
11	1.01	1.01	1.29	1.02	12.41	-	A
12	1.08	1.03	2.07	1.11	18.25	-	A
13	0.98	1.03	1.61	1.01	15.65	25.90	A
14	1.03	0.98	1.46	1.01	14.19	26.19	A
15	0.99	1.08	3.10	1.07	28.44	35.93	CD
16	1.06	0.97	1.77	1.03	16.89	31.49	A
17	1.00	0.97	1.32	0.97	13.35	29.80	A
18	0.89	1.02	1.86	0.91	20.10	33.01	M
19	0.89	1.10	2.41	0.98	24.15	22.51	M
20	0.96	0.98	1.23	0.94	12.83	29.38	A
21	1.01	0.98	2.42	0.99	23.98	43.61	M
22	0.99	1.04	1.86	1.03	17.72	14.70	M
23	0.97	1.09	1.99	1.06	18.46	13.28	A
24	0.99	1.01	3.21	1.00	31.49	22.15	CD
25	1.07	1.01	1.40	1.08	12.71	31.24	A
26	1.00	1.00	1.53	1.00	15.01	32.70	M
27	1.07	1.01	1.76	1.08	15.98	21.28	A

Análise estatística da variável microdureza.

Independent samples of DENTIN TIPO DE DENTINA

Group 1: DENTIN EQ Normal Group 2: DENTIN EQ Caries-Affected

t-test for: DUREZA MICRODUREZA DE INTERFASE KHN

		Number of Cases		Mean	Standard Deviation	Standard Error
Group 1		149		67.2721	27.946	2.289
Group 2		147		26.9488	10.919	.901
		Pooled Variance Estimate			Separate Variance Estimate	
F	2-Tail	t	Degrees of	2-Tail	t	Degrees of
Value	Prob.	Value	Freedom	Prob.	Value	Freedom
6.55	.000	16.31	294	.000	16.39	192.67
						Prob.

AGING 24 HORAS

ADHESIVO SINGLE BOND

Independent samples of DENTIN TIPO DE DENTINA

Group 1: DENTIN EQ 1.00 Group 2: DENTIN EQ 2.00

t-test for: DUREZA MICRODUREZA DE INTERFASE KHN

		Number of Cases		Mean	Standard Deviation	Standard Error
Group 1		24		66.7704	26.713	5.453
Group 2		25		32.4336	8.613	1.723
		Pooled Variance Estimate			Separate Variance Estimate	
F	2-Tail	t	Degrees of	2-Tail	t	Degrees of
Value	Prob.	Value	Freedom	Prob.	Value	Freedom
9.62	.000	6.11	47	.000	6.00	27.56
						Prob.

AGING 24 HORAS

ADHESIVO PROTECT BOND

Independent samples of DENTIN TIPO DE DENTINA

Group 1: DENTIN EQ 1.00 Group 2: DENTIN EQ 2.00

t-test for: DUREZA MICRODUREZA DE INTERFASE KHN

		Number of Cases			Mean	Standard Deviation	Standard Error
Group 1		27			75.1881	24.812	4.775
Group 2		24			26.9446	10.468	2.137
		Pooled Variance Estimate			Separate Variance Estimate		
F	2-Tail	t	Degrees of	2-Tail	t	Degrees of	2-Tail
Value	Prob.	Value	Freedom	Prob.	Value	Freedom	Prob.
5.62	.000	8.84	49	.000	9.22	35.83	.000

AGING 24 HORAS

ADHESIVO SEB

Independent samples of DENTIN TIPO DE DENTINA

Group 1: DENTIN EQ 1.00 Group 2: DENTIN EQ 2.00

t-test for: DUREZA MICRODUREZA DE INTERFASE KHN

		Number of Cases			Mean	Standard Deviation	Standard Error
Group 1		26			69.8658	26.835	5.263
Group 2		24			28.6767	12.443	2.540
		Pooled Variance Estimate			Separate Variance Estimate		
F	2-Tail	t	Degrees of	2-Tail	t	Degrees of	2-Tail
Value	Prob.	Value	Freedom	Prob.	Value	Freedom	Prob.
4.65	.000	6.87	48	.000	7.05	35.89	.000

AGING 6 MESES

ADHESIVO SINGLE BOND

Independent samples of DENTIN TIPO DE DENTINA

Group 1: DENTIN EQ 1.00 Group 2: DENTIN EQ 2.00

t-test for: DUREZA MICRODUREZA DE INTERFASE KHN

		Number of Cases			Mean	Standard Deviation		Standard Error
Group 1		23			66.8752	27.562		5.747
Group 2		25			24.9504	11.381		2.276
		Pooled Variance Estimate			Separate Variance Estimate			
F	2-Tail	t	Degrees of	2-Tail	t	Degrees of	2-Tail	
Value	Prob.	Value	Freedom	Prob.	Value	Freedom	Prob.	
5.87	.000	6.99	46	.000	6.78	28.79	.000	

AGING 6 MESES

ADHESIVO PROTECT BOND

Independent samples of DENTIN TIPO DE DENTINA

Group 1: DENTIN EQ 1.00 Group 2: DENTIN EQ 2.00

t-test for: DUREZA MICRODUREZA DE INTERFASE KHN

		Number of Cases			Mean	Standard Deviation		Standard Error
Group 1		25			56.9992	33.683		6.737
Group 2		23			25.2017	11.310		2.358
		Pooled Variance Estimate			Separate Variance Estimate			
F	2-Tail	t	Degrees of	2-Tail	t	Degrees of	2-Tail	
Value	Prob.	Value	Freedom	Prob.	Value	Freedom	Prob.	
8.87	.000	4.31	46	.000	4.46	29.75	.000	

AGING 6 MESES

ADHESIVO ADHESE

Independent samples of DENTIN TIPO DE DENTINA

Group 1: DENTIN EQ 1.00 Group 2: DENTIN EQ 2.00

t-test for: DUREZA MICRODUREZA DE INTERFASE KHN

		Number of Cases	Mean	Standard Deviation	Standard Error
Group 1		24	67.1400	26.950	5.501
Group 2		26	23.5508	9.651	1.893

		Pooled Variance Estimate			Separate Variance Estimate		
F	2-Tail	t	Degrees of	2-Tail	t	Degrees of	2-Tail
Value	Prob.	Value	Freedom	Prob.	Value	Freedom	Prob.
7.80	.000	7.73	48	.000	7.49	28.40	.000

TODOS LOS CASOS

Correlations: DUREZA TENSION

DUREZA	1.0000	.3408
	(296)	(296)
	P= .	P= .000
TENSION	.3408	1.0000
	(296)	(296)
	P= .000	P= .

(Coefficient / (Cases) / 2-tailed Significance)

". " is printed if a coefficient cannot be computed

DENTINA NORMAL

Correlations: DUREZA TENSION

DUREZA	1.0000	-.0494
	(149)	(149)
	P= .	P= .549
TENSION	-.0494	1.0000
	(149)	(149)
	P= .549	P= .

(Coefficient / (Cases) / 2-tailed Significance)

". " is printed if a coefficient cannot be computed

DENTINA AFECTADA

Correlations: DUREZA TENSION

DUREZA	1.0000	.0911
	(147)	(147)
	P= .	P= .273
TENSION	.0911	1.0000
	(147)	(147)
	P= .273	P= .

(Coefficient / (Cases) / 2-tailed Significance)

". " is printed if a coefficient cannot be computed