

# Faculdade de Odontologia de Piracicaba Universidade Estadual de Campinas



# Gisele Maria Correr

Cirurgiã-Dentista

# AVALIAÇÃO DA RESISTÊNCIA DA UNIÃO COMPÓSITO/DENTINA AO CISALHAMENTO EM DENTES DECÍDUOS SUBMETIDOS AO TRATAMENTO COM HIPOCLORITO DE SÓDIO

Dissertação apresentada à Faculdade de Odontologia de Piracicaba, da Universidade Estadual de Campinas, como parte dos requisitos para obtenção do título de Mestre em Materiais Dentários.

PIRACICABA 2003

i

UNICAMP BIBLIOTECA CENTRAL

# Faculdade de Odontologia de Piracicaba Universidade Estadual de Campinas

### Gisele Maria Correr

Cirurgiã-Dentista

# AVALIAÇÃO DA RESISTÊNCIA DA UNIÃO COMPÓSITO/DENTINA AO CISALHAMENTO EM DENTES DECÍDUOS SUBMETIDOS AO TRATAMENTO COM HIPOCLORITO DE SÓDIO

Orientadora: Prof<sup>a.</sup> Dr<sup>a.</sup> Regina Maria Puppin -Rontani

### Banca Examinadora:

Prof<sup>a.</sup> Dr<sup>a.</sup> Célia Regina Martins Delgado Rodrigues Prof<sup>a.</sup> Dr<sup>a.</sup> Regina Maria Puppin-Rontani Prof. Dr. Mário Alexandre Coelho Sinhoreti

Este exempler for the vide men's correction, the vide men's correction a fee following of the source of the source

Dissertação apresentada à Faculdade de Odontologia de Piracicaba, da Universidade Estadual de Campinas, como parte dos requisitos para obtenção do título de Mestre em Materiais Dentários.

PIRACICABA 2003

UNIDADE OC N° CHAMADA TIWICAMP CSIFO V EX TOMBO BC/ 53918 PROC. 124108 CI DE PREÇO RS11,00 DATA 29104103 BIBID. 29,0705 N° CPD.
---

CM00182579-6

### Ficha Catalográfica

817 C818a Correr, Gisele Maria.

Avaliação da resistência da união compósito/dentina ao cisalhamento em dentes decíduos submetidos ao tratamento com hipoclorito de sódio. / Gisele Maria Correr. — Piracicaba, SP: [s.n.], 2003.

xxii, 161p.: il.

Orientadora: Prof<sup>a</sup> Dr<sup>a</sup> Regina Maria Puppin-Rontani.

Dissertação (Mestrado) – Universidade Estadual de Campinas, Faculdade de Odontologia de Piracicaba.

1. Materiais dentários. 2. Adesivos dentários. 3. Resistência de materiais. 4. Odontopediatria. I. Puppin-Rontani, Regina Maria. II. Universidade Estadual de Campinas. Faculdade de Odontologia de Piracicaba. III. Título.

Ficha catalográfica elaborada pela Bibliotecária Marilene Girello CRB/8-6159, da Biblioteca da Faculdade de Odontologia de Piracicaba - UNICAMP.



# FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE PIRACICABA UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS



A Comissão Julgadora dos trabalhos de Defesa de Tese de MESTRADO, em sessão pública realizada em 18 de Fevereiro de 2003, considerou a candidata GISELE MARIA CORRER aprovada.

1. Profa. Dra. REGINA MARIA PUPPIN RONTANI\_

2. Profa. Dra. CÉLIA REGINA MARTINS DELGADO RODRIGUES Clink

3. Prof. Dr. MARIO ALEXANDRE COELHO SINHORETI WXXX

# **EPÍGRAFE**

"Se nunca abandonas

o que é importante para ti,

se te importas tanto

a ponto de estares disposto a lutar para obtê-lo,

asseguro-te que tua vida

estará plena de êxito.

Será uma vida dura,

Porque a excelência não é fácil;

Mas valerá a pena."

**Richard Bach** 

Dedico este trabalho,

A Deus, por ser minha fonte eterna de inspiração e amparo em todos os momentos da minha vida;

Aos meus pais Daniel e Anilza, por todo carinho, apoio, compreensão, dedicação e amor, que fizeram de mim uma pessoa digna e me ensinaram a nunca desistir, lutando sempre pelos meus ideais;

A minha irmã Caroline, pelo carinho e confiança em mim depositado;

Ao meu namorado Felipe, por estar sempre ao meu lado em todos os momentos, pelos anos de carinho, amizade, dedicação, compreensão, companheirismo e principalmente, amor, que me fazem sentir realizada.

Aos meus Tios, Primos e Amigos, por todo apoio, confiança e incentivo. Em especial, ao meu tio Lourenço por todo apoio, incentivo, carinho e confiança, essenciais na concretização deste projeto tão importante da minha vida.

E especialmente, a minha avó Maria, pelo amor infinito e incondicional que transmitem a paz que eu tanto preciso.

# AGRADECIMENTO ESPECIAL

A minha orientadora, Prof<sup>a</sup> Dr<sup>a</sup> REGINA MARIA PUPPIN-RONTANI, pela dedicação, paciência, incentivo, disponibilidade e conhecimentos transmitidos, sem os quais não seria possível a realização deste trabalho. Mas, principalmente, pela competência, integridade, devoção e amor com os quais conduz sua carreira, que me fazem admirá-la e seguir o seu exemplo.

À Faculdade de Odontologia de Piracicaba - UNICAMP - nas pessoas do Diretor, Prof. Dr. THALES ROCHA DE MATTOS FILHO e Diretor Associado, Prof. Dr. OSLEI PAES DE ALMEIDA, pela oportunidade de realizar este trabalho nesta instituição.

Ao Prof. Dr. LOURENÇO CORRER SOBRINHO, coordenador geral do Curso de Pós-Graduação, pelo apoio, amizade, respeito, confiança e incentivo, que tornaram possível a realização deste trabalho.

Ao Prof. Dr. MÁRIO ALEXANDRE COELHO SINHORETI, coordenador do Curso de Pós-Graduação em Materiais Dentários, pela amizade, respeito, apoio, incentivo e conhecimentos transmitidos.

Ao Prof. Dr. SIMONIDES CONSANI Titular da Área Materiais Dentários da FOP/UNICAMP, pela amizade, respeito e pela contribuição em minha formação científica.

Ao Prof. Dr. MÁRIO FERNANDO DE GOES Titular da Área Materiais Dentários da FOP/UNICAMP, pela amizade, respeito e ensinamentos partilhados durante o curso, que contribuíram para a minha formação.

À CAPES, pelo apoio financeiro para realização deste trabalho.

Aos Professores SIMONIDES CONSANI, MÁRIO FERNANDO DE GOES e LUIZ ANDRÉ FREIRE PIMENTA pela valiosa colaboração na minha qualificação, ajudando a enriquecer cientificamente o meu trabalho.

Aos Professores MÁRIO ALEXANDRE COELHO SINHORETI, CÉLIA REGINA MARTINS DELGADO RODRIGUES e MARIA BEATRIZ DUARTE GAVIÃO por aceitarem fazer parte da banca da minha tese, ajudando no enriquecimento científico deste trabalho.

Ao Departamento de Odontologia Infantil, Área de Odontopediatria, pelo apoio durante a realização deste trabalho.

Ao Prof. MARCELO CÔRREA ALVES, do Departamento de Estatística da Escola Superior de Agronomia Luiz de Queiroz – USP, pela realização da Análise Estatística deste trabalho.

Ao Prof. Dr. ELLIOT WATANABE KITAJIMA do Núcleo de Apoio à Pesquisa da Escola Superior de Agronomia Luiz de Queiroz -USP, pela utilização do Microscópio Eletrônico de Varredura, cujas fotomicrografias enriqueceram cientificamente este trabalho.

Ao Centro de Microscopia Eletrônica de Varredura da FOP/UNICAMP, tendo como responsáveis os técnicos ELIENE ORSINI N. ROMANI e ADRIANO L. MARTINS.

Ao engenheiro MARCOS BLANCO CANGIANI pela amizade, respeito e por estar sempre disposto a me ajudar durante a realização deste trabalho.

À funcionária da Área Materiais Dentários, SELMA A.B. DE SOUZA SEGALLA e às da Área de Odontopediatria, ANA PAULA SCHMIDT DE CAMARGO e PALOMA DE ALMEIDA, pela amizade e por estarem sempre dispostas a me ajudar.

À bibliotecária MARILENE GIRELLO, da Faculdade de Odontologia de Piracicaba - UNICAMP, pela orientação na elaboração das referências bibliográficas.

Ao companheirismo de todos os amigos da Área Materiais Dentários, em especial ao Leonardo, Roberta, Angela, Luciana, Daniela, Rogério, Giovani, Mônica, Murilo, Márcia, Janaína, Danilo, Paulinho, Denise, Gilberto, Andresa, Alisson, Jonshon e Rafael.

Aos amigos LEONARDO e ROBERTA pela amizade verdadeira, apoio, companheirismo, presteza e conhecimentos compartilhados.

Especialmente à amiga ANGELA SCARPARO CALDO-TEIXEIRA (Ló), pelo carinho, amizade, apoio, paciência, dedicação e conhecimentos compartilhados, sem os quais não seria possível a realização deste trabalho.

Aos amigos, Fabinho, Ana Cecília, Patrícia, Rogério, Daniel, Margarete, Marlise, Paula, Luciana, Viviane Degan, Leonardo, Luciano, Godofredo, Thaís, Cristina, Carlinha, Juliana Lulia, Camila, Daniele, Érika, Patrícia (Miojo), Diana, Gustavo, etc., pela amizade, companheirismo e apoio.

A todos que indiretamente contribuíram para a realização deste trabalho.

MEUS SINCEROS AGRADECIMENTOS!!

# SUMÁRIO

RESUMO	01
ABSTRACT	03
1 - INTRODUÇÃO	05
2 - REVISÃO DA LITERATURA	09
3 - PROPOSIÇÃO	. 89
4 - MATERIAIS E MÉTODOS	91
4.1 Materiais	91
4.2 Métodos	93
5 - RESULTADOS	111
5.1 Ensaio da resistência ao cisalhamento	111
5.2 Análise dos padrões de fratura.	115
5.3 Análise qualitativa da união compósito/dentina	122
6 - DISCUSSÃO	127
7 - CONCLUSÃO	139
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	141
ANEXOC	4.40

# **RESUMO**

O objetivo deste estudo foi avaliar diferentes sistemas de união (Single Bond – SB, Prime & Bond 2.1 – PB e Clearfil SE Bond – CSEB), aplicados à dentina de dentes decíduos, submetida ou não ao tratamento prévio com hipoclorito de sódio (NaOCI), através da análise da resistência da união ao cisalhamento (RC) e do aspecto morfológico da união compósito/dentina. Foram selecionados 45 molares decíduos hígidos extraídos. As raízes dos dentes foram seccionadas na junção cemento-esmalte e as coroas ao meio, no sentido mésiodistal. As amostras foram então embutidas com resina de poliestireno em tubos de P.V.C., com a superfície vestibular, lingual ou palatina externamente e lixadas até a obtenção de uma superfície plana em dentina (3 mm de diâmetro). A seguir, foram aleatoriamente distribuídas em 6 grupos (n=15), sendo: G1 – aplicação do sistema SB; G2 – condicionamento ácido (CA), aplicação de NaOCI seguida pelo sistema SB; G3 – aplicação do sistema PB; G4 – CA, aplicação do NaOCI seguida pelo sistema PB; G5 – aplicação do sistema CSEB e G6 - aplicação de NaOCI, seguida pelo CSEB. Todos os sistemas de união foram aplicados de acordo com as instruções dos fabricantes. O NaOCl a 10% foi aplicado nos grupos 2, 4 (após o condicionamento ácido) e 6 (antes da aplicação do sistema de união) por 60s, e o dente foi lavado por 30s e seco com papel absorvente. Em seguida, o compósito Filtek Z-250 foi inserido em três incrementos (aproximadamente 2 mm), em uma matriz bipartida de silicone por adição adaptada a um posicionador metálico, e fotoativado por 20s cada incremento. As amostras foram armazenadas em água destilada a 37°C por 24h e então submetidas ao ensaio de cisalhamento em uma Máquina de Ensaio Universal (Instron – modelo 4411) à velocidade de 0,5mm/min. Os padrões de fratura foram observados em microscópio estereoscópico (aumento 25X), e os representativos de cada grupo foram observados em Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV). Para a análise da união compósito/dentina foram utilizados três dentes para cada grupo e repetidos todos os procedimentos descritos anteriormente. Em seguida, foram seccionados no centro da restauração e preparados para observação em MEV. Os dados obtidos no ensaio de cisalhamento foram submetidos à análise de variância e teste de Tukey (p<0,05). Os valores obtidos em MPa foram: G1- 3,17 ± 1,97; G2 − 2,93 ± 1,36; G3 − 2,04 ± 0,27; G4 − 1,91 ± 0,74; G5 − 2,67 ± 1,22; G6 −2,14 ± 1,10. De acordo com os resultados, pôde-se observar que houve diferença estatística significativa (p<0,05) entre os materiais (SB≥CSEB≥PB). Não houve diferença estatística significativa entre os grupos com ou sem tratamento do substrato, independente do material utilizado (p>0,05). O tipo de falha freqüentemente observada em todos os grupos foi a falha mista (coesiva no compósito + adesiva). Com relação ao aspecto morfológico da união, nas amostras sem tratamento do substrato foi observada a presença da camada híbrida e dos prolongamentos resinosos. Nas amostras com tratamento da superfície (com NaOCI) não foi observada a presença da camada híbrida, porém foram observados prolongamentos resinosos. Pôde-se concluir que o tratamento da superfície com hipoclorito de sódio não afetou a resistência da união compósito/dentina ao cisalhamento, porém, interferiu na formação da camada híbrida, em dentes decíduos.

# **ABSTRACT**

The aim of this study was to evaluate different bonding agents (Single Bond - SB. Prime & Bond 2.1 - PB e Clearfil SE Bond - CSEB), in primary teeth treated with sodium hypochlorite (NaOCI) on the shear bond strength (SBS) and micromorphology of the resin/dentin interface. Forty-five sound extracted primary molars were selected. The roots were sectioned in the enamel-cement junction and the crowns longitudinally, in the mesio-distal sense. The samples were embedded in polystyrene resin with the bucal, lingual or palatine surface externally and they were flattened until dentin surface was reached (3mm in diameter). Then, the samples were randomly assigned in 6 groups (n=15), and received the following treatments: G1 – SB; G2 – acid etching (AE), 10% NaOCI and the SB; G3 – PB; G4 - AE, 10% NaOCI and the PB; G5 - CSEB; G6 - 10% NaOCI followed by CSEB. All the adhesive systems were applied according to manufactures? instructions. The 10% NaOCI solution was applied for 60s in groups 2, 4 (after acid etching), and 6 (before adhesive system), washed for 30s and dried with tissue paper. Next, the composite resin was inserted in increments (2mm) in a vinyl polysiloxane impression material matrix, adapted in a metallic holder, and light cured for 20s (each increment). The samples were stored in distilled water at 37°C for 24h and then, submitted to SBS test in a universal testing machine (Instron model 4411) with a crosshead speed of 0.5mm/min. The failure sites were observed in stereoscope microscopy of 40X magnification, and the representative failures of each group were observed in Scanning Electron Microscopy (SEM). The results obtained were submitted to ANOVA and Tukey's tests (p<0.05). The values in MPa were: G1- 3.17  $\pm$  1.97; G2 - 2.93  $\pm$  1.36; G3 - 2.04  $\pm$  0.27; G4 - 1.91  $\pm$ 0.74; G5  $- 2.67 \pm 1.2$ ; G6  $-2.4 \pm 1.0$ . According to the results, it could be noticed that there was a statistical significant difference (p<0.05) among the materials (SB≥CSEB≥PB). There was no statistical significant difference (p>0.05) among all the groups with or without treatment of the substrate, independently of the material used. The mixed fail (cohesive in resin + adhesive) was the one most frequently observed in all groups. Regarding the interface aspect in specimens without

substrate treatment (NaOCI) it could be observed the presence of the hybrid layer and resin tags whereas treated specimens only resin tags could be observed. It could be concluded that the treatment of the dentin surface with sodium hypochlorite did not affect the resin/dentin bonding strength but interfered in the hybrid layer formation in primary teeth.

# 1 - INTRODUÇÃO

O processo de união ao substrato dental tem sido alvo de inúmeras pesquisas, com o objetivo de proporcionar maior durabilidade e integridade às restaurações aderidas a este substrato, desde que BUONOCORE, em 1955, demonstrou a possibilidade da obtenção de maiores valores de união entre a resina acrílica e o esmalte dental desmineralizado, através do condicionamento ácido.

Surgiram no mercado sistemas de união que modificaram os conceitos de preparo cavitário, prevenção e estética. Estes sistemas introduziram novas técnicas de tratamento da superfície dental, objetivando a obtenção de melhores resultados na resistência da união e simplificando os procedimentos adesivos, através da diminuição dos passos clínicos, como proposto pelos sistemas de união "autocondicionantes" (BARKMEIER et al., 1995; GORDAN et al., 1997; HARADA et al., 2000) e os de "frasco único" (HALLER, 2000; VARGAS et al., 1997b; WILDER et al., 1998; AL-EHAIDEB & MOHAMMED, 2000) que têm apresentado resultados de resistência da união similares aos dos sistemas de múltiplos frascos.

O esmalte condicionado apresenta-se como um substrato adequado para adesão (BUONOCORE, 1955). Entretanto, a união à dentina continua sendo um desafio, pois ela é constituída por 70% em peso de material inorgânico (cristais de hidroxiapatita), 18% de material orgânico (colágeno tipo I) e 12% de água. (ARAÚJO et al., 1995). Essa composição pode variar de acordo com a idade, tipo

de dente (permanente ou decíduo) e localização dentro do substrato. (GWINNETT, 1994; ARAÚJO et al., 1995; MARSHALL Jr. et al., 1997).

O condicionamento ácido da dentina remove a *smear layer* (FUSAYAMA *et al.*,1979), expondo a trama de colágeno, que quando infiltrada pelos monômeros resinosos, produz uma zona de interdifusão compósito/dentina, denominada camada híbrida (NAKABAYASHI *et al.*,1982 e NAKABAYASHI *et al.*, 1992), que para alguns autores é essencial no processo de união à estrutura dental. (NAKABAYASHI *et al.*, 1992; GWINNETT, 1993; UNO & FINGER, 1995; NÖR *et al.*, 1996; PASHLEY & CARVALHO, 1997; PIOCH *et al.*, 1998; PERDIGÃO & LOPES, 1999; FRANKENBERGER *et al.*, 2000; FERRARI *et al.*, 2000).

Entretanto, têm-se proposto que a falha na união estaria relacionada à penetração deficiente dos monômeros em toda extensão do substrato desmineralizado. A camada de fibrilas colágenas, exposta pelo condicionamento ácido e não permeada pelos monômeros, tornar-se-ia o elo fraco na união, levando à concentração de tensões e falhas nesta região. (SANO et al., 1994).

Porém, estudos recentes têm demonstrado que talvez a camada híbrida não seja essencial no processo de união compósito/dentina (INAI et al., 1998; PRATI et al., 1999; GWINNETT, 1994; VARGAS et al., 1997a; el KALLA & GARCIA-GODOY, 1998), e que pode se conseguir outra forma de união ao substrato dentinário através da penetração do agente de união nos espaços previamente ocupados pelas fibrilas colágenas removidas da superfície da dentina, pelo hipoclorito de sódio.

O hipoclorito de sódio é utilizado em diversos procedimentos odontológicos devido a sua ação proteolítica não-específica e desinfetante (MARSHALL Jr. et al.,

2001). Além da sua utilização em endodontia durante o preparo químico-mecânico dos condutos radiculares, seu desempenho na remoção químico-mecânica de lesões cariosas em relação à resistência da união (HOSOYA *et al.*, 2001) e seus efeitos na união compósito/dentina têm sido avaliados. (TANAKA & NAKAI, 1993; GWINNETT, 1994; WAKABAYASHI *et al.*, 1994; UNO & FINGER, 1995; VARGAS *et al.*, 1997a; INAI *et al.*, 1998; KANCA III & SANDRIK, 1998; PERDIGÃO *et al.*, 1999; PRATI *et al.*, 1999; PERDIGÃO *et al.*, 2000; SABOIA *et al.*, 2000; BEDRAN DE CASTRO *et al.*, 2000; PHRUKANNON *et al.*, 2000; MUNKSGAARD, 2002).

A ação do hipoclorito de sódio no substrato dentinário pode ser observada pela remoção das fibrilas de colágeno expostas pelo condicionamento ácido (DI RENZO et al., 2001), aumentando, dessa forma, o módulo de elasticidade, dureza (MARSHALL Jr. et al., 2001), e a capacidade de umedecimento da superfície dentinária (TOLEDANO et al., 1999).

As alterações provocadas desproteinização dentina pela da desmineralizada poderiam criar um substrato favorável à união entre o compósito e a dentina. Dependendo do sistema de união utilizado, o tratamento da superfície dentinária com hipoclorito de sódio pode aumentar (TANAKA et al., 1993; WAKABAYASHI et al., 1994; VARGAS et al., 1997a; INAI et al., 1998; PRATI et al., 1999; PHRUKKANON et al., 2000; BEDRAN DE CASTRO et al., 2000; SABOIA et al., 2000; MUNKSGAARD et al., 2002), diminuir (FRANKENBERGER et al., 2000; PERDIGÃO et al., 2000) ou não interferir (UNO & FINGER, 1995; KANCA III & SANDRIK, 1998; REIS et al., 2000) nos valores de resistência da união compósito/dentina.

Embora alguns autores relatem melhores resultados de resistência da união, a aplicação do hipoclorito de sódio na remoção do colágeno é controversa, pois se sugere que a camada híbrida, obtida somente com a presença da rede de fibrilas colágenas, além de sua função na adesão, agiria como uma camada elástica que atenuaria as tensões geradas pela contração de polimerização e os impactos mastigatórios. (FRANKENBERG et al., 2000 e UNO & FINGER, 1995).

Todos os estudos até agora citados foram realizados em dentes permanentes, onde o protocolo adesivo já foi estabelecido, embora permaneça controversa a remoção do colágeno. Entretanto, pouca importância tem-se dado ao mecanismo de união em relação aos dentes decíduos, que ainda não possuem um protocolo estabelecido.

Devido às diferenças morfológicas e constitucionais apresentadas pelos dentes decíduos, os mesmos apresentariam um comportamento diferenciado em relação aos permanentes, frente aos tratamentos realizados sobre a dentina. Sabendo-se que os dentes decíduos são mais susceptíveis ao condicionamento ácido (NÖR et al., 1997; CALDO-TEIXEIRA et al., 2002b), acredita-se que a aplicação do hipoclorito de sódio neste substrato produziria diferentes alterações quando comparadas àquelas encontradas na literatura para dentes permanentes.

# 2 - REVISÃO DA LITERATURA

BUONOCORE, em 1955, relatou dois método para aumentar a união da resina acrílica ao esmalte dental. Os métodos utilizados no tratamento do esmalte foram: o uso de uma diluição de 50% de uma material comercial reagente fosfomolibidênio contendo sódio-tungstêncio associado a uma solução de ácido oxálico a 10%, visando remover a camada superficial do esmalte e com a possibilidade do grupo tungstênio ligar-se à parte orgânica do esmalte; o segundo método consistia na aplicação de ácido fosfórico a 85%, para determinar o efeito da descalcificação na união ao substrato dental. De acordo com os resultados o autor concluiu que o uso do ácido fosfórico e do ácido oxálico alterou a superfície do esmalte e esta alteração gerou melhores resultados de resistência da união. Assim, ele sugeriu que este procedimento deveria ser utilizado no selamento de fóssulas e fissuras como método de prevenção à cárie.

FUSAYAMA et al., em 1979, desenvolveram um aparato para testar a resistência da união à tração sem pressão, e avaliaram a propriedade adesiva de um material comparado a um compósito odontológico existente. Superfícies de esmalte e dentina foram preparadas através de desgaste das superfícies vestibulares de incisivos centrais superiores e oclusal de molares humanos. Uma superfície de dentina cariada foi também preparada através da remoção da primeira camada da dentina infectada. Os dentes foram armazenados em água e antes do teste foram secos e então condicionados com ácido fosfórico a 40% por

60s, lavados e secos. A cavidade experimental foi feita com um tubo de cobre o qual foi adaptado nas superfícies de esmalte, dentina e dentina cariada. As cavidades foram restauradas com o sistema Clearfil Bond System-F ou com os compósitos Adaptic, Concise e Palakav. Após as restaurações, a maioria dos espécimes foram armazenados em água destilada a 37°C por 1 semana, 1 mês ou 3 meses, antes de serem submetidos ao teste de tração. Uma parte dos espécimes foi armazenada à temperatura ambiente. Foram submetidos ao ensaio vinte espécimes para cada grupo. Os dados foram submetidos à análise estatística. Os resultados mostraram que após uma semana de armazenagem as resinas Adaptic e Concise uniram-se ao esmalte (condicionado ou não), mas não houve união à dentina. Palakav mostrou alguma união à dentina, mas não se uniu ao esmalte. Clearfil mostrou união significante em esmalte e dentina. Clearfil mostrou os maiores valores de resistência para todas as superfícies analisadas. Os valores de resistência foram maiores em esmalte do que em dentina e houve um aumento na resistência nas superfícies que foram condicionadas tanto em esmalte quanto em dentina. Nenhuma diferença foi observada entre os espécimes secos e úmidos. Quando a adesão foi determinada após uma semana, um mês ou três meses a resistência da união para o Clearfil aumentou com o tempo, enquanto que o Palakav diminuiu drasticamente. Concluindo, a resistência da união do Clearfil foi significativamente maior para esmalte, dentina e dentina cariada do que os outros materiais utilizados neste estudo. O condicionamento ácido aumentou levemente a resistência da união à tração tanto para esmalte quanto para dentina.

Para avaliarem a capacidade de penetração dos monômeros no substrato dental, NAKABAYASHI et al., em 1982, utilizaram a resina 4 — META (4-metacriloxietil trimetilato) em superfícies de esmalte e dentina condicionadas com ácido cítrico e cloreto férrico a 1% e ácido cítrico a 10% e cloreto férrico a 3% (solução 10-3), respectivamente por 30s. Após a cimentação de cilindros de resina acrílica e armazenamento por 24h em água destilada a 37°C, os corpos-de-prova foram submetidos ao ensaio de tração à velocidade de 2 mm/min. A média da resistência da união à tração foi de 18 MPa na dentina condicionada. A análise em Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) sugeriu que os monômeros possuem afinidade pelo tecido dentinário, pois infiltraram na dentina desmineralizada peri e intertubular. Os autores concluíram que os substratos dentais podem ser reforçados por monômeros biocompatíveis, contendo grupamentos hidrófobos e hidrófilos, que penetram nas irregularidades do substrato e então polimerizam-se.

SALAMA & TAO, em 1991, avaliaram a resistência da união ao cisalhamento do sistema Gluma/Lumifor à dentina oclusal de primeiros e segundos molares decíduos. Os autores compararam os valores obtidos aos valores encontrados em dentes permanentes. Foram selecionados 36 dentes (12 decíduos e 24 permanentes — molares e pré-molares), cujas superfícies em dentina foram expostas, para que fosse feita aplicação dos sistemas de união de acordo com as instruções do fabricante, exceto o selador da dentina, que após aplicado foi fotoativado por 20s. Os corpos-de-prova foram armazenados em solução salina a 37°C por 24h e então submetidos ao ensaio de cisalhamento à velocidade de 1mm/min. Os resultados revelaram que a resistência da união foi

menor para dentes decíduos em relação aos molares e pré-molares permanentes. Sugerindo desta forma que esta diferença pode ser causada pelas diferentes espessuras de dentina remanescente, decorrente do preparo das amostras até a obtenção de uma área plana em dentina. E concluíram que, apesar da resistência de união ter sido inferior em dentes decíduos, o sistema Gluma/Lumifor apresentou uma união razoável à dentina.

NAKABAYASHI et al., em 1992, investigaram a união do 4-META/MMA-TBB (4-metacriloxietil trimetilato/anidrido metil-metacrilato/tri-n-butil-borano) a 5% na dentina humana vitalizada. Substratos dentinários in vivo foram pré-tratados por 10 ou 30s com solução 10-3, em seguida realizou-se o procedimento restaurador. Imediatamente após o procedimento restaurador, os dentes foram extraídos e processados para análise em Microscopia Eletrônica de Transmissão (MET). Pôde-se concluir que a desmineralização superficial do substrato dentinário, pode resultar em aumento da estabilidade e durabilidade da união com a dentina. Portanto, a presença de quantidades mínimas de minerais no substrato dentinário podem reter maior quantidade de hidroxiapatita, as quais, protegeriam o colágeno. A impregnação do colágeno e hidroxiapatita pelo 4-META/MMA-TBB cria uma camada híbrida que minimiza a hidrólise dos peptídeos do colágeno com o tempo, podendo promover maior durabilidade da união entre compósito e dentina.

ELKINS & McCOURT, em 1993, avaliaram in vitro a resistência da união ao cisalhamento de três sistemas de união (Scotchbond 2; All Bond e Amalgambond)

em dentes decíduos. Foram selecionados 63 dentes decíduos. As superfícies vestibulares foram lixadas até expor superfície plana em dentina e após a realização dos procedimentos de acordo com as instruções dos fabricantes, as amostras foram armazenadas em água destilada a 37°C por 24h, termocicladas (800 ciclos, entre 6°C e 60°C, por 24h), e então submetidas ao ensaio mecânico de cisalhamento à velocidade de 0,5 mm/min até a fratura. Os padrões de fratura foram analisados e todos apresentaram falha do tipo adesiva, na interface agente de união/dentina. Os resultados mostraram que para todas as amostras a média da resistência da união para o Scotchbond 2 foi de aproximadamente metade da dos outros materiais. E que o Amalgambond obteve valores significativamente maiores do que o All Bond. Considerando-se o tipo de dente, os valores de resistência da união foram maiores para os incisivos quando comparados aos molares, para todos os materiais. Os autores concluíram que desconhecem a razão a qual gerou diferentes valores de resistência para os diferentes tipos de dentes.

GWINNETT, em 1993, desenvolveu um método para medir a contribuição que a hibridização produz na resistência da união compósito/dentina. Para isso, utilizou 4 grupos de 10 dentes cada, dos quais 30 dentes tiveram suas coroas seccionadas e suas superfícies lixadas até a exposição da dentina. Os grupos foram distribuídos de acordo com o tratamento dado à *smear layer*, ou seja, G1 – *smear layer* intacta; G2 – *smear layer* removida com Prophy Jet; G3 – condicionamento com ácido fosfórico a 10% por 20s; G4 – dentina exposta no sentido transversal, por meio de uma fratura no meio da coroa. As superfícies

foram tratadas com All Bond 2, seguido da inserção em incrementos do compósito P50. Após o preparo, os espécimes foram armazenados em água destilada a 37°C por 24h e então submetidos ao ensaio de cisalhamento à velocidade de 5mm/min. Amostras adicionais foram feitas para demonstrar as características topográficas da superfície tratada e as características morfológicas da interface exposta ao tratamento com ácido fosfórico a 10% por 5 min, em MEV. Os resultados mostraram que os valores variaram desde o mais baixo no grupo onde a smear layer foi deixada intacta até o mais alto no grupo condicionado com ácido fosfórico. Os valores foram submetidos aos testes ANOVA e Student, e foram estatisticamente diferentes. Quanto às características morfológicas da interface o autor observou que não houve penetração do agente de união quando a smear layer foi deixada intacta; menos de 2% dos túbulos foram infiltrados no grupo 2 e houve a penetração da resina em todos os túbulos expostos no grupo 4 e nos túbulos e região intertubular somente no grupo 3. Assim, o autor concluiu: 1- o método pode ser usado para quantificar e calcular a contribuição do infiltrado de resina na resistência da união ao cisalhamento; 2- a resina penetrada pode contribuir em aproximadamente 1/3 da resistência ao cisalhamento para os sistemas de união utilizados; 3- metade da resistência da união é devida a penetração do agente de união nos túbulos dentinários expostos e a outra metade da hibridização da dentina intertubular. Finalmente, a resistência da união compósito/dentina mostrou ser dependente da área da superfície envolvida e da qualidade da interação do compósito com o substrato.

TANAKA & NAKAI, em 1993, determinaram o melhor método para alterar a superfície da dentina e tornar sua estrutura similar a do esmalte condicionado, quanto aos aspectos morfológicos. A superfície vestibular de incisivos bovinos foi desgastada até expor uma área plana em dentina. As superfícies dentinárias foram tratadas com 8 agentes de limpeza de condutos radiculares. Em seguida, foram lavadas por 30s e secas por 15s. Uma matriz (3,6mm de diâmetro por 2,0mm de altura) foi adaptada à superfície. O agente de união dentinário (Clearfil New Bond) e o compósito odontológico (Clearfil F-II) foram aplicados de acordo com as instruções do fabricante. Os espécimes foram armazenados em água a 37°C por 24h e então submetidos ao ensaio de tração à velocidade de 2 mm/min. Foram determinadas também a dureza Knoop e a perda de substância da superfície das amostras. Os dados foram submetidos à análise estatística (ANOVA, teste de Scheffe). As superfícies tratadas com os agentes de limpeza foram observadas em MEV. De acordo com os resultados, houve um aumento nos valores de resistência à tração para os espécimes tratados com os agentes de limpeza em comparação com o grupo controle (não tratado), especialmente para os agentes contendo soluções aquosas de hipoclorito de sódio. Os autores também determinaram a concentração e o tempo de aplicação ideal para a utilização do hipoclorito de sódio e chegaram à conclusão que a aplicação do hipoclorito de sódio a 10% por 60s é o método mais adequado. Outra revelação do estudo foi que o uso do agente de limpeza contendo hipoclorito de sódio após a aplicação de um ácido sobre a superfície da dentina produziu os melhores resultados de resistência da união à tração. Assim, este tratamento pode ser utilizado para aumentar a resistência sem provocar danos à dentina.

GWINNETT, em 1994, determinou a contribuição do colágeno, zona desmineralizada, na resistência da união ao cisalhamento, utilizando 3 sistemas união da 4ª geração em combinação com 3 diferentes agentes condicionadores. O experimento consistiu de 2 partes. A primeira foi a respeito da função dos diferentes agentes condicionantes. A segunda parte foi testar a contribuição direta ou não do colágeno na resistência da união compósito/dentina. Para a primeira parte foram estabelecidos 3 grupos (n=30). A dentina foi exposta e as amostras foram armazenadas em água destilada a 37°C por 24h. Grupo 1 – All Bond 2 (AB2); G2 - Optibond Dual Cure (ODC); G3 - Scotchbond Multi Purpose (SBMP), contendo 4 subgrupos (10 dentes cada). Cada subgrupo foi condicionado, respectivamente por: ácido maleico a 10% (15s), ácido fosfórico a 10% (20s), ácido nítrico a 2,5% (60s) e ácido fosfórico a 10% (20s) seguido por hipoclorito de sódio (NaOCI) a 5% (120s). O compósito foi inserido após o condicionamento e as amostras armazenadas em água destilada a 37°C por 24h e então submetidos ao ensaio de cisalhamento à velocidade de 5mm/min até a fratura dos espécimes. Os resultados da primeira parte mostraram que o tipo de agente condicionador não afetou significativamente a resistência da união. Portanto, para a segunda parte, utilizou somente os espécimes condicionados com ácido fosfórico a 10% por 20s, entretanto após o condicionamento ácido, a zona de colágeno foi removida com hipoclorito de sódio a 5% por 120s. A dentina desproteinizada foi deixada úmida. De acordo com os resultados não houve diferença significativa para os valores de resistência dentro dos grupos, exceto para o valor mais baixo do SBMP com o condicionamento com ácido maleico a

10%. A qualidade da topografia foi semelhante para cada agente condicionante definindo relativamente bem as fibras e túbulos resultantes da remoção da *smear layer* e dentina peritubular. Com isto, o autor concluiu que o tipo de agente condicionante não teve influência na obtenção de uma ótima resistência do sistema testado. Bem como, que a zona rica em colágeno não oferece contribuição quantitativa direta na resistência da união, a qual é provavelmente derivada de uma completa difusão do agente de união dentro dos poros e da dentina parcialmente desminerelizada.

SALAMA, em 1994, avaliou e comparou padrões de condicionamento ácido, resistência da união e padrões de fratura do sistema Gluma/Lumifor na superfície vestibular de molares decíduos. Foram extraídos 34 molares decíduos hígidos, que foram distribuídos em 2 grupos: grupo 1 - 24 dentes foram utilizados para avaliar a resistência da união do Gluma/Lumifor, seguido da aplicação de ácido fosfórico a 37%; e o grupo 2 – em 10 dentes a dentina foi tratada com ácido fosfórico a 37% por 40s, enxaguada por 15s e seca, sendo armazenadas em um dissecador até serem metalizadas. O sistema Gluma foi aplicado de acordo com as instruções do fabricante, exceto pelo uso de ácido fosfórico a 37% por 40s em 12 amostras, enquanto as outras 12 amostras foram condicionadas com Gluma Cleanser por 40s antes da aplicação do primer. O armazenamento foi feito em solução isotônica salina, a 37°C por 1 semana, até a realização do ensaio de resistência à tração (Instron) à velocidade de 0,5 mm/min. Os dados obtidos foram analisados pelo método ANOVA. Os resultados mostraram que a resistência da união à tração foi maior no grupo tratado com o Gluma Cleanser comparado ao

grupo condicionado com ácido fosfórico a 37%. A análise em MEV mostrou que as amostras tratadas com Gluma Cleanser mostraram remanescentes de compósito e/ou agente de união. As amostras tratadas com ácido fosfórico a 37% mostraram prolongamentos resinosos ocluindo parcialmente os túbulos dentinários. O compósito fraturado neste grupo revelou numerosos prolongamentos resinosos. O autor concluiu que o sistema Gluma/Lumifor fornece moderada resistência à tração quando foi aplicado o Gluma Cleanser, enquanto os espécimes tratados com ácido fosfórico não tiveram grande efeito na resistência à tração do sistema Gluma/Lumifor.

SANO et al., em 1994, avaliaram a infiltração marginal através da observação da interface compósito/dentina utilizando CRIO-MEV e do método de penetração de íons de prata, para definir o padrão e o local de infiltração em um sistema de união que utiliza a formação de camada híbrida, que não seja via fenda marginal. Foram utilizados 10 dentes bovinos, nos quais foram confeccionadas restaurações classe V (3 x 4 x 1,5-2 mm). As cavidades foram condicionadas com ácido fosfórico a 37% por 40s, lavadas por 15s e secas por 10s. O sistema de união Clearfil PhotoBond e o compósito Photo Clearfil Bright foram aplicados de acordo com as instruções do fabricante. As amostras foram armazenadas em água destilada a 37°C por 24h. Em seguida, 5 espécimes foram cortados através do centro da restauração e preparados para análise da interface em CRIO-MEV. O restante dos espécimes foi selado com esmalte de unha deixando 1mm de espaço livre ao redor das restaurações. Em seguida, as amostras foram imersas em solução aquosa de nitrato de prata a 50% por 24h, lavados por 1min e colocados

em solução reveladora por 6h. Os dentes foram seccionados longitudinalmente e preparados para avaliação em MEV convencional. De acordo com os resultados da CRIO-MEV, em todos os espécimes a adaptação da restauração na superfície dental foi perfeita, sem presença de fendas entre o compósito e o sistema de união ou entre o sistema de união e a dentina. Entretanto, os resultados da MEV alto vácuo demonstraram que em todos os espécimes finas partículas de prata puderam ser vistas entre o sistema de união e abaixo da dentina desmineralizada mesmo com a ausência de fendas. Concluindo, os autores sugerem que a camada infiltrada por íons prata representa a base da dentina desmineralizada que não foi preenchida adequadamente pelo agente de união durante os procedimentos de união. O nitrato de prata pode penetrar lateralmente através dos espaços ou canais ocupados pelos cristais de hidroxiapatita ao redor das fibras de colágeno. A penetração de fluidos através deste poros podem levar a uma hidrólise do colágeno e afetar a durabilidade da união.

WAKABAYASHI et al., em 1994, avaliaram a resistência e durabilidade da união em dentina condicionada com ácido fosfórico seguida da aplicação de hipoclorito de sódio a 10% em relação ao método de união convencional (sem NaOCI). Foram utilizados molares permanentes humanos que tiveram suas superfícies oclusais cortadas e lixadas. As amostras foram então distribuídas em 4 grupos: G1 — condicionamento com ácido fosfórico (CA) por 30s, lavagem por 15s e secagem com ar comprimido livre de óleo; G2 — CA por 30s, lavagem por 15s, secagem, aplicação de NaOCI a 10% por 60s, lavagem e secagem; G3 — igual G2, exceto que a aplicação do NaOCI foi realizada por 120s; G4 — igual G3, mas a

19

aplicação do ácido fosfórico foi realizada por 60s. Em seguida foi aplicado o adesivo Clearfil New Bond de acordo com as instruções do fabricante. Um cilindro de aço-inox foi aderido na superfície com Panavia EX de acordo com as instruções do fabricante. Os espécimes foram armazenados em água destilada por 24h e então submetidos ao ensaio de tração à velocidade de 2mm/min. Amostras foram preparadas, com a mesma superfície de dentina preparada para o ensajo mecânico realizando-se os procedimentos de união descritos, metalizadas e observadas em MEV. Para o teste de durabilidade adesiva, os espécimes foram preparados pela aplicação de ácido fosfórico por 30s e aplicação de NaOCI a 10% por 60s. Então foram imersos em água destilada a 37° C por 24h antes da termociclagem por 2500, 5000 e 10000 ciclos (4° C e 60° C - 1 min em cada). A resistência da união foi determinada da mesma maneira que para o teste de resistência à tração. De acordo com os resultados, os valores de resistência à tração aumentaram com a aplicação do hipoclorito de sódio para os grupos 2, 3 e 4. Entretanto, não houve diferença entre os grupos 2 e 3. O maior valor de resistência à tração foi obtido para o grupo 4 (p<0,05). Na avaliação das imagens de MEV observaram que quando a dentina foi condicionada com ácido fosfórico por 30s a smear layer foi removida e os túbulos foram abertos apresentando dentina intertubular relativamente lisa e quando a superfície condicionada foi tratada com o hipoclorito de sódio houve uma abertura maior dos túbulos e uma fina irregularidade na dentina intertubular, que foi aumentada com a aplicação do hipoclorito de sódio por um tempo de 120s. Já a dentina condicionada por 60s seguida da aplicação do hipoclorito de sódio por 120s a irregularidade na dentina intertubular foi maior ainda e o diâmetro tubular aumentou. Para o teste de

durabilidade observaram que após 2500 ciclos a resistência da união de ambos os tipos de espécimes diminuiu. Após 5000 ciclos a resistência diminuiu ainda mais, entretanto os valores foram quase os mesmos após 10000 ciclos. Após 10000 ciclos os valores de resistência da união dos grupos com a aplicação do hipoclorito de sódio foram 1,5x maiores que para o grupo apenas condicionado com ácido fosfórico. Os autores puderam concluir que: 1 — o tratamento com ácido fosfórico por 30s e subseqüente tratamento com hipoclorito de sódio a 10% por 60s permitiu uma resistência da união maior; 2 — os achados de MEV indicaram que o NaOCI por 60s permite uma eliminação eficiente da camada de colágeno exposta pelo condicionamento ácido; 3 — a resistência da união criada por este método apresentou altos valores até mesmo após termociclagem por 10000 ciclos a 4º C e 60º C no teste de durabilidade; 4 — a remoção da camada de colágeno pelo uso do hipoclorito de sódio aumentou a resistência da união entre o cimento resinoso/dentina.

BARKMEIER et al., em 1995, avaliaram a resistência da união ao cisalhamento, microinfiltração marginal e os efeitos do sistema de união Clearfil Liner Bond 2V (CLB2V) no esmalte e dentina através de MEV. Foram preparadas 25 superfícies planas em esmalte e dentina. O sistema de união CLB2V e o compósito Clearfil AP-X foram utilizados em esmalte e dentina seguindo as instruções do fabricante. Após o preparo dos corpos-de-prova os espécimes foram armazenados por 24 horas e então submetidos ao ensaio de cisalhamento (Instron) à velocidade de 5mm/min. Para o teste de microinfiltração, cavidades Classe V foram preparadas em molares humanos com margens em esmalte e

cemento. Os dentes foram armazenados por 24 horas, termociclados (650 ciclos), imersos em solução de nitrato de prata, seccionados e examinados em MEV para observação da microinfiltração. A avaliação em MEV foi realizada para examinar os efeitos dos passos do tratamento com CLB2V no esmalte e dentina. De acordo com os resultados, os valores de resistência da união para o esmalte foram maiores do que para a dentina. As margens em esmalte não apresentaram microinfiltração. Apenas 3 dos 50 dentes apresentaram mínima microinfiltração nas margens em cemento (escore 1). Não houve diferença significativa entre a microinfiltração nas margens em esmalte e cemento. As observações em MEV mostraram a penetração do agente de união tanto na superfície do esmalte quanto na dentina condicionada. Concluindo, o sistema de união CLB2V apresentou um bom desempenho em relação à resistência da união, microinfiltração e formação da camada híbrida.

JACOBSEN & SÖDERHOLM, em 1995, testaram as hipóteses de que: 1) a resistência da união de *primers* contendo HEMA é afetada pelos diferentes solventes (água ou acetona), 2) o tempo de aplicação destes *primers* afetam a resistência da união, e 3) o grau de conversão do compósito é afetado pela presença da água. Foram selecionados 32 dentes bovinos, que tiveram a superfície vestibular desgastada até expor uma área plana em dentina. Os dentes foram aleatoriamente distribuídos em 4 grupos (n=8). As superfícies dentinárias foram condicionadas com ácido fosfórico a 10% por 30s, lavadas e secas com papel de filtro. Em seguida, foi aplicado na superfície condicionada o *primer* com HEMA/água ou com HEMA/acetona por 30 ou 120 segundos, seco, coberto com

adesivo e fotoativado. Cilindros de compósito odontológico (P-50) foram unidos à superfície e armazenados por 24h em água destilada. Então, os espécimes foram submetidos ao ensaio de cisalhamento à velocidade de 0,5 mm/min. O grau de conversão do compósito HEMA/Bis-GMA contendo 0,05, 0,1, 0,2, 0,4 e 0,8 mL de água por mL de monômero foi determinado através da espectrofotometria infravermelha transformada de Fourrier (FTIR). Os resultados demonstraram que os grupos com solvente a base de acetona apresentaram os maiores valores de resistência comparados aos grupos com solvente à base de água. Ao contrário do sistema à base de acetona, o primer contendo água teve os valores de resistência aumentados com o aumento do tempo de aplicação. O grau de conversão do compósito foi de 53,5% e diminuiu para 25% com o acréscimo de 0,2mL de água por mL de monômero. Concluindo, comparado com a acetona a água é um solvente inferior para sistemas contendo HEMA, pois requer um tempo de aplicação maior e apresenta resistência da união menor do que a acetona. Além disso, a água interfere com a polimerização do compósito enfraquecendo a união compósito/dentina.

MALFERRARI et al., em 1995, avaliaram o efeito da solução condicionadora, a penetração e a profundidade de penetração do agente de união e, ainda a resistência da união ao cisalhamento do sistema de união Gluma 2000 à dentina de dentes decíduos. Primeiros e segundos molares decíduos hígidos foram selecionados, e lixados até a obtenção de uma área em dentina. Em 4 amostras a solução condicionadora do sistema Gluma 2000 foi aplicada por 15, 30, 60 ou 120s. Em seguida, foram lavadas, secas e preparadas para observação

em MEV. Outras 4 amostras foram condicionadas como descrito acima, porém fez-se a aplicação do agente de união, e uma camada do compósito Pekafill. As amostras foram colocadas em solução de HCl por 24h e então observadas em MEV, para observação da penetração do agente de união na dentina condicionada. Para avaliação da resistência da união, 40 dentes decíduos foram preparados como descrito acima, o sistema de união foi aplicado de acordo com as instruções do fabricante. Após o preparo, as amostras foram armazenadas, em água destilada, por 24h e, então submetidas ao ensaio mecânico de cisalhamento à velocidade de 1mm/min. Os padrões de fratura foram analisados em MEV, bem como a espessura da camada híbrida. A análise da profundidade de penetração do agente de união à dentina condicionada foi determinada através de cortes perpendiculares através da área de união de um dente de cada grupo. De acordo com os resultados, pôde-se observar que: 1- a smear layer foi removida em todos os casos. Com tempos mais longos de condicionamento houve a presença de um fino precipitado cristalino na superfície, assim como maior a profundidade de dentina peritubular envolvida; 3- não houve diferença estatística nas médias de resistência ao cisalhamento para os diferentes grupos. As fraturas foram coesivas no compósito, independente do tempo de condicionamento realizado; 4- houve correlação linear entre tempo de condicionamento e espessura da camada híbrida. Os autores concluíram que não há correlação entre os valores de resistência e a profundidade de penetração do agente de união. O menor tempo de condicionamento expôs uma fina camada de fibrilas colágenas, que seria mais facilmente preenchida pelo agente de união. O sistema Gluma 2000 apresentou

união confiável à dentina de dentes decíduos, caracterizada pela consistente formação de uma camada híbrida uniforme.

MAZZEO et al., em 1995, avaliaram a resistência da união ao cisalhamento de 3 sistemas de união (Scotchbond Multi Purpose, Prisma Universal Bond 3 e Optibond) em dentes decíduos. Foram selecionados 111 dentes, dos quais foram obtidas 96 superfícies planas em dentina. As amostras foram distribuídas em 6 grupos (n=16) de acordo com sistema de união utilizado e o tratamento realizado (com ou sem aplicação do primer). Os 15 dentes remanescentes foram distribuídos em 3 grupos (n=5), de acordo com o sistema de união utilizado, para determinar a resistência da união ao esmalte. Os sistemas de união utilizados e os respectivos compósitos (Z100, Prisma TPH e Herculite XRV) foram aplicados de acordo com as instruções dos fabricantes. Os espécimes foram armazenados em água destilada por 12h e termociclados por 2000 ciclos entre 5 e 55°C. Em seguida, foram submetidos ao ensaio mecânico de cisalhamento (Instron) à velocidade de 1mm/min. Os resultados foram submetidos à análise estatística e revelaram que o sistema de união Optibond apresentou maiores valores de resistência comparado aos demais sistemas de união e comparado aos valores obtidos em esmalte. Os autores sugeriram que esta diferença poderia estar relacionada à extensão da penetração do primer na dentina, resultado da técnica de aplicação do primer no sistema de união Optibond. Os autores concluíram que o uso do primer foi eficaz no aumento dos valores de resistência da união para o Optibond e Scotchbond Multi Purpose, entretanto não apresentou diferença para o Prisma Universal Bond 3 e que os sistemas de união utilizados podem alcançar valores de resistência em dentina comparáveis àqueles encontrados em esmalte ou dentina de dentes permanentes, facilitando a restauração de dentes decíduos anteriores severamente comprometidos.

UNO & FINGER, em 1995, investigaram o efeito da dissolução do colágeno após o condicionamento ácido na micromorfologia da interface, resistência da união e adaptação marginal de restaurações de compósito em cavidades dentinárias. Os materiais usados neste estudo foram uma solução de ácido fosfórico a 20% (SAF), gel de ácido fosfórico a 20% (GAF) contendo 5% de dióxido de silicone como agente espessante, Gluma 3 Primer, Gluma 4 Adesivo, Compósito Pekafill e hipoclorito de sódio a 10%. Uma amostra aleatória de molares humanos foi utilizada. Os dentes foram embutidos em resina epóxica, e uma área plana em dentina foi exposta. A resistência da união ao cisalhamento entre Pekafill e dentina foi determinada em 3 grupos (n=5), sendo: G1 – GAF + Gluma; G2 - GAF + NaOCl a 10% por 60s + Gluma e G3 - SAF + NaOCl a 10% por 60s + Gluma. O sistema de união Gluma foi aplicado e fotoativado de acordo com as instruções do fabricante. Então uma matriz cilíndrica de teflon foi adaptada e o compósito foi inserido e fotoativado por 60s. Após 24h de armazenagem os espécimes foram submetidos ao ensaio mecânico de cisalhamento à velocidade de 1mm/mim até a ruptura. Os resultados dos 3 grupos foram analisados à análise de variância (ANOVA one-way). Para a análise da micromorfologia em MEV, os espécimes foram preparados para investigar as superfícies em dentina condicionadas com SAF e com GAF e subsequentemente tratadas com NaOCl. A influência da dissolução do colágeno foi também estudada em cavidades

dentinárias cilíndricas. Seguida à exposição de uma superfície plana dentinária, as cavidades foram preparadas com uma broca cilíndrica. Os espécimes foram armazenados em água a 23°C por 24h. O excesso de resina foi removido com discos de acabamento e as margens da cavidade foram observadas em microscópio com um aumento de 800X. A avaliação microscópica de cada dente foi realizada através da mensuração das fendas e dimensão da camada híbrida. De acordo com os resultados, não houve diferenças nos valores de resistência da união entre os grupos. Nas imagens de MEV a superfície condicionada mostrouse suavemente lisa, e os túbulos dentinários estavam abertos em forma de funil. O tratamento com hipoclorito de sódio removeu o colágeno superficial, deixando uma superfície irregular erodida com aberturas tubulares alargadas. A dentina apresentava algumas porosidades. A remoção do colágeno pelo NaOCI após a desmineralização da dentina produziu uma superfície com bom molhamento com o sistema de união. Baseados na ausência de diferenças entre os 2 tipos de agente condicionador (gel ou solução), os autores concluíram que o agente espessante não tem efeito adverso. A adaptação marginal obtida com o sistema Pekafill/Gluma foi significativamente influenciada pelo tipo de condicionamento. A qualidade marginal foi levemente melhorada no grupo controle (com camada híbrida), isto ocorreu porque a camada híbrida tem um módulo de Young (elasticidade) mais baixo do que o compósito e assim a camada híbrida age como um amortecedor elástico inerente, hábil para absorver as tensões geradas pela contração de polimerização dos compósitos. Em contrapartida, a ausência da camada híbrida resultaria em alta tensão de contração na superfície da hidroxiapatita livre de colágeno (interface), que devido a alta rigidez é pouco

flexível, o que resultaria na falha da união. Uma técnica que recomenda a remoção do colágeno não pode ser indicada genericamente. Os resultados deste estudo revelaram que a resistência da união unicamente é um indicador inadequado da eficácia da união e que este teste pode ser desapropriado para avaliação da eficácia de sistemas de união.

ARAUJO et al., em 1995, através de uma revisão da literatura relataram os aspectos da dentina em geral e as diferenças existentes entre dentes decíduos e permanentes. A dentina é composta por 70% em peso de material inorgânico (cristais de hidroxiapatita), 18% de material orgânico (principalmente colágeno) e 12% de água. A dentina é o componente mineralizado do complexo dentina/polpa; caracteriza-se por ser permeada por túbulos dentinários (10% do volume total da dentina coronária). Quanto às diferenças entre decíduos e permanentes observase: diferenças morfológicas, variações de espessura, permeabilidade, dureza e alterações estruturais dentinárias e pulpares. Os dentes decíduos são menores, as coroas são menos mineralizadas, a câmara pulpar e condutos radiculares geralmente maiores do que os permanentes. Os dentes decíduos possuem uma permeabilidade maior, devido ao maior diâmetro dos túbulos dentinários. Em relação ao comportamento frente à dinâmica des-remineralização, nos dentes decíduos a progressão da lesão cariosa é mais rápida em condições semelhante aos permanentes. As formações de defesa (dentina reparadora ou terceária e dentina esclerosada) são de menor intensidade do que nos permanentes. Frente ao procedimento de união os dentes decíduos apresentam resistência da união algumas vezes menor ou comparável à apresentada pelos dentes permanentes.

Para o sucesso clínico das restaurações em compósito nos dentes decíduos devese seguir os mesmos cuidados com o substrato e com a aplicação dos materiais que nos dentes permanentes.

HOSOYA et al., em 1996, avaliaram a eficácia do agente condicionador, a resistência da união ao cisalhamento e o padrão de fratura de 3 sistemas de união em dentes permanentes e compararam seu desempenho com dentes decíduos. Foram selecionados 92 dentes bovinos. As superfícies vestibulares foram lixadas até a exposição de uma área plana em dentina. As amostras foram distribuídas em 3 grupos, de acordo com o sistema de união utilizado: G1 – All Etch, Primer A e B, Agente de União Dentin/Enamel (Bisco Inc.); G2 – Solução 10-3, Superbond primer, Superbond D Liner (Sunmedical Co.); G3 – agente condicionador CA, AS primer, Clearfil Photo Bond, Protect Liner (Kuraray). O G3 foi subdividido em 2 sub-grupos: no G3A o agente condicionador foi aplicado por 10s e G3B por 1min. Para avaliação da eficácia do agente condicionador foram utilizadas 4 amostras para cada grupo. O agente condicionador foi aplicado pelo tempo recomendado pelo fabricante, lavado e seco, e as amostras preparadas para observação em MEV. Utilizou-se 80 amostras para avaliação da resistência da união. As superfícies vestibulares planificadas foram tratadas com os sistemas de união e os respectivos compósitos inseridos nas matrizes e colocados sobre as superfícies tratadas. Em seguida, as amostras foram mantidas expostas ao ar por 30 min e então armazenadas em água destilada a 37°C por 24 h. Após o armazenamento, metade das amostras foram termocicladas por 10.000 ciclos (4°C e 60°C) para que então, todas as amostras fossem submetidas ao ensaio mecânico de

cisalhamento à velocidade de 0,5mm/min. Os padrões de fratura foram observados em MEV para classificação quanto ao tipo mais freqüentemente encontrado. De acordo com os resultados e comparando-os com os trabalhos realizados previamente em dentes decíduos, os autores observaram e concluíram que tanto em dentes decíduos quanto em permanentes a eficácia dos agentes condicionadores do All-Etch foi similar à solução 10-3, porém maior do que o agente condicionador CA. Nos grupos 1 e 2 o número de falhas coesivas em compósito foi significativamente maior em permanentes do que em decíduos. Para todos os grupos e sistemas de união, a resistência da união em decíduos foi maior do que em permanentes, exceto para o G3B. Os autores sugerem que esta diferença esteja relacionada a diferenças na metodologia (área da união), idade dos dentes e grau de calcificação.

NÖR et al., em 1996, compararam a espessura da camada híbrida produzida com 2 sistemas de união, em dentes decíduos e permanentes. Foram extraídos 20 dentes hígidos (10 dentes decíduos e 10 permanentes) e distribuídos em 4 grupos com 5 dentes cada. Para uma melhor reprodução das condições "in vivo", os procedimentos foram realizados simulando-se a pressão pulpar. Os sistemas avaliados foram All Bond/Bisfil P System (ácido fosfórico a 10%) e Scotchbond Multi Purpose/ Z100 (ácido maleico a 10%), em dois diferentes tempos de condicionamento (7 e 15s). O condicionamento ácido das áreas, embora aleatoriamente localizadas, foi feito em uma seqüência padrão. A primeira área a ser condicionada foi a que recebeu condicionamento por 15s. Quando a primeira área tinha sido condicionada por 8s, o ácido foi aplicado na segunda área

(7s de condicionamento). Todas as amostras foram lavadas em água destilada por 30s. Por esta següência, todos os procedimentos de condicionamento foram feitos de uma só vez, e consequentemente, todas as áreas receberam a mesma quantidade de irrigação de água, em seguida os dentes foram secos por 1 ou 2s, e só então o primer foi aplicado em 5 camadas para All Bond e 1 camada para SBMP, e com isso a dentina foi seca por 5 segundos, em ambos os grupos. Uma fina camada de adesivo foi aplicada e a polimerização feita por 20s. O compósito foi colocado em incrementos e fotoativado por 60s. Depois de 24h de simulação de pressão intra-pulpar, os dentes foram removidos da resina acrílica e preparados para fratura. Após o ensaio mecânico os espécimes foram preparados para avaliação em MEV. A medida da espessura da camada híbrida foi realizada em MEV em um aumento de 13.000X. Os resultados mostraram que a camada híbrida produzida foi significativamente mais espessa em decíduos do que em permanentes, sugerindo que os decíduos são mais reativos ao condicionamento ácido. Nenhuma diferença foi observada na camada híbrida produzida pelos 2 sistemas de união. O aumento da espessura da camada híbrida em decíduos (25 a 30%) e subsequente penetração incompleta do adesivo dentro da dentina desmineralizada, pôde contribuir com a mais baixa resistência adesiva. Se uma camada híbrida mais estreita e mais uniformemente difundida é o ideal de união dentinária, conclui-se, então, que um diferente protocolo deveria ser usado para produzir camada híbrida em decíduos.

PERDIGÃO et al., em 1996, avaliaram a interação de seis sistemas de união com a dentina in vivo através da avaliação do aspecto morfológico da

31

interface compósito/dentina quando da utilização deste sistemas. Neste estudo os autores descrevem a técnica para o processamento das amostras para avaliação em MEV. As amostras foram fixadas em solução de Glutaraldeido a 2,5% tamponada com tampão cacodilato de sódio, pH 7,4, por 12 horas a 4°C. Após a fixação, as amostras foram imersas em 20mL de tampão cacodilato de sódio pH 7,4 por 1h com 3 trocas da solução, seguida de lavagem com água destilada por 1min. Em seguida, as amostras foram desidratadas em soluções ascendentes de etanol (25% por 20 min, 50% por 20min, 75% por 20min, 95% por 30min e 100% por 60min). Após a última solução de etanol, as amostras foram secas por imersão em HMDS por 10min, colocadas sobre um papel de filtro, cobertas com um vidro, e então, deixadas a temperatura ambiente. Para a realização do procedimento de desmineralização e desproteinização, as amostras foram imersas em solução de ácido clorídrico 6N por 30s e então desproteinizadas em solução de NaOCI a 1% por 10 min. Após a secagem os espécimes foram posicionados nos stubs e metalizados para observação em MEV.

TAY et al., em 1996, avaliaram o aspecto micromorfológico da interface compósito/dentina quando dois sistemas de união à base de acetona (One-Step (OS) e Prime & Bond 2.1(PB)) foram aplicados na dentina condicionada sob diferentes condições de umidade. Quarenta e oito discos de dentina de 1mm foram condicionados com ácido fosfórico a 10% por 20s e lavados por 20s. Os dentes foram aleatoriamente distribuídos em 4 grupos de acordo com as condições de umidade da dentina antes da aplicação do sistema de união, sendo: G1 – seca por 30s; G2 – seca por 3s; G3 – relativamente úmida e G4 – umidade

excessiva. Em seguida os sistemas de união (OS e PB) foram aplicados de acordo com as instruções dos fabricantes. Os pares de discos de dentina tratados foram unidos com compósito, obtendo-se 2 tiras de 2mm de largura, que foram preparadas para observação da interface em MEV. De acordo com os resultados, o aspecto micromorfológico dos dois sistemas de união foi essencialmente similar. Ambos foram afetados com o processo de secagem excessiva ou umidade excessiva, em ambos não houve infiltração adequada do agente de união na dentina condicionada. O padrão ideal de infiltração foi encontrado para o grupo onde as fibras de colágeno expostas foram mantidas úmidas, porém, sem o excesso de umidade. Concluindo, os autores relatam que para a obtenção de uma ótima integridade interfacial com a infiltração do agente de união na dentina desmineralizada, utilizando os sistemas à base de acetona, é necessária a obtenção de um substrato adequadamente úmido, além da evaporação completa do excesso de água remanescente antes da fotoativação do agente de união.

ARAÚJO et al., em 1997, determinaram a resistência da união ao cisalhamento de 3 sistemas de união, bem como a presença ou ausência da camada híbrida na dentina de dentes decíduos. As superfícies de 40 molares decíduos recentemente extraídos, hígidos, foram lixadas até a exposição de uma superfície plana em dentina. Os sistemas de união utilizados foram All Bond (AB), Scotchbond Multi Purpose (SBMP) e Amalgambond. Os dentes foram aleatoriamente distribuídos em 8 grupos de 5 dentes cada (10 superfícies), os quais foram distribuídos da seguinte maneira: 1- dentina não condicionada e seca + AB; 2- dentina não condicionada e úmida + AB; 3- dentina condicionada por 15s

com ácido fosfórico a 10% e seca + AB; 4- dentina condicionada como no grupo 3 e deixada úmida +AB: 5- dentina condicionada com ácido maleico a 10% por 15s e seca + SBMP: 6- dentina condicionada como no grupo 5 e deixada úmida + SBMP: 7- dentina condicionada com ácido cítrico e seca +Amalgambond; 8dentina condicionada como no grupo 7 e deixada úmida + Amalgambond. Todos os espécimes foram armazenados em água destilada por 48h e então termociclados por 1000 ciclos (banhos de 5°C e 55°C, 30s cada) e a resistência da união ao cisalhamento testada em uma máquina de ensaio universal (Instron) à velocidade de 0,5 mm/min. Os locais de fratura foram examinados visualmente e espécimes foram selecionados para análise em MEV. Para cada grupo, 1 dente adicional foi utilizado para preparar duas cavidades classe V, que foram restauradas de acordo com as especificações de cada grupo, seccionadas e examinadas em MEV. Os resultados não mostraram nenhuma diferença estatisticamente significativa entre os grupos, para os valores de resistência da união ao cisalhamento. De acordo com os resultados, os autores concluíram que não houve diferença estatística significativa nos valores de resistência da união à dentina dos dentes decíduos com os produtos e as técnicas utilizadas, entretanto, houve uma tendência de maiores valores na dentina úmida. Não houve relação entre o tipo de falha e os valores de resistência da união. A avaliação em MEV mostrou que a smear layer foi removida em todos os grupos expondo os túbulos dentinários infiltrados com agente de união e que houve a presença da camada híbrida em todos os espécimes.

CADROY et al., em 1997, avaliaram a resistência da união ao cisalhamento e a micromorfologia da interface compósito/dentina em dentes decíduos utilizando sistemas de união hidrofílicos. Foram selecionados 66 molares decíduos hígidos. Os dentes foram limpos e tiveram suas superfícies vestibulares lixadas até a exposição de uma área plana em dentina. Após o preparo das superfícies, as amostras foram aleatoriamente distribuídas em 4 grupos (n=16) de acordo com o sistema de união utilizado: G1 - Dentastic; G2 - One-Step; G3 - Prime & Bond 2.0; G4 – Compoglass SCA. Os sistemas de união foram aplicados de acordo com as instruções dos fabricantes. As amostras foram restauradas com o compósito Z100 e então, armazenadas em água destilada por 48 horas. Em seguida, foram termocicladas por 500 ciclos (5° C e 55°C), e submetidas ao ensaio mecânico de cisalhamento (Instron) à velocidade de 0,5 mm/min. As superfícies desunidas foram observadas em microscópio estereoscópico e 3 espécimes de cada grupo foram selecionados para avaliação do padrão de fratura em MEV. Para avaliação da micromorfologia da interface compósito/dentina em MEV, foram selecionados 3 espécimes de cada grupo, que foram termociclados e não cisalhados. De acordo com a análise estatística, os autores observaram que os sistemas de união Dentastic, Prime & Bond e Compoglass não diferiram entre si, entretanto foram estatisticamente superiores ao sistema One-Step. Os autores atribuíram esta diferença às diferentes técnicas de aplicação dos materiais. Para todos os grupos a maioria das falhas foi do tipo coesiva em compósito ou em dentina. Além disso, todos as amostras apresentaram formação da camada híbrida com presença de prolongamentos resinosos. Os autores concluíram que somente as médias de resistência da união não serviriam como uma informação viável na seleção de materiais, já que todos os sistemas de união utilizados neste estudo tiveram um desempenho semelhante, com formação de uma camada híbrida uniforme.

FRITZ et al., em 1997, avaliaram a resistência da união, bem como o mecanismo de união do sistema Gluma CPS, quando aplicado em esmalte e dentina de dentes decíduos. Para a avaliação da resistência da união, foram selecionados 20 molares decíduos, armazenados em solução de cloramina a 1%. Suas superfícies vestibulares foram lixadas até a exposição de área em dentina ou esmalte (n=10 amostras para cada substrato). O sistema de união foi aplicado de acordo com as instruções do fabricante, e as amostras armazenadas em água destilada (n=5 - esmalte e dentina) a 37°C por 24 h. As amostras restantes foram termocicladas (2000 ciclos, entre 5º e 55°C, com banhos de 15 seg). Em seguida, todas foram submetidas ao teste de resistência ao cisalhamento. Os padrões de fraturas foram determinados em Microscópio Estereoscópico (60X). Para a avaliação da adaptação marginal das cavidades em dentina, as superfície vestibulares de 10 molares decíduos foram lixadas até a exposição de dentina. As cavidades tratadas com Gluma CPS e Pekafill como descrito para a análise de resistência da união, e armazenadas em água destilada por 15 min e 24 h (n=5). As margens foram observadas em aumento de 500X, sendo que quando se observou fenda, sua amplitude máxima foi medida. Amostras adicionais foram confeccionadas para observação em MEV da interface compósito/dentina. A espessura da camada híbrida foi mensurada em 4 locais. O efeito do condicionamento com Gluma CPS, também foi analisado. Os dados demonstraram diferença significativa em relação ao fator esmalte/dentina e

nenhuma diferença significativa quanto ao armazenamento ou termociclagem. Em relação à adaptação marginal das cavidades em dentina, não houve diferença estatística significativa entre os grupos (15 min e 24 h), o mesmo foi observado para a espessura da camada híbrida. A avaliação das superfícies de esmalte abrasionada, em relação aos padrões de condicionamento, foi uniforme e mais profunda quando comparada com amostras polidas. Os autores concluíram que a termociclagem não altera os valores de resistência em esmalte ou dentina, porém observou-se diferença estatística significativa quando os valores foram comparados entre esmalte e dentina. A amplitude máxima da fenda, quando observada, não foi significativa entre os grupos armazenados por 15 min ou 24h. Todas as amostras apresentaram fraturas do tipo coesiva.

GORDAN et al., em 1997, avaliaram a resistência da união ao cisalhamento de 2 sistemas de união contendo monômeros ácidos no primer (Clearfil Liner Bond 2V – CLB2V e Denthesive II – DTII), comparando ao controle (Scotchbond Multi Purpose Plus). Os sistemas foram aplicados em superfícies de esmalte e dentina com ou sem a realização do condicionamento ácido, de acordo com as instruções dos fabricantes. Após o procedimento de união, o compósito Silux Plus foi aderido à superfície e os espécimes foram então armazenados em água destilada por 48h. Em seguida, foram termociclados (500 ciclos) e então submetidos ao ensaio de cisalhamento à velocidade de 5mm/min. Os resultados mostraram que houve diferença significativa entre os grupos. Os valores de resistência da união ao esmalte foram maiores para os sistemas DTII com condicionamento ácido e CLB2V sem condicionamento, comparados aos demais grupos. Em dentina, os

37

valores de resistência da união foram maiores para os sistemas CLB2V com ou sem condicionamento comparados ao sistema DTII sem condicionamento. Concluindo, o condicionamento ácido deve ser aplicado antes da utilização do sistema DTII. O sistema CLB2V apresentou valores de resistência da união adequados e comparáveis ao grupo controle, com ou sem o condicionamento ácido da superfície do esmalte ou dentina.

HOSOYA et al., em 1997, compararam a resistência da união ao cisalhamento de dois sistemas de união para dentina de dentes decíduos e permanentes. Os sistemas escolhidos para avaliação foram: All Bond 2 (grupo AB2) ou Superbond D Liner (grupo SDL). A superfície vestibular de 40 incisivos decíduos e permanentes foram lixadas até a exposição da dentina. Uma fita adesiva de 3 mm de diâmetro foi colocada na superfície para delimitar a área de união. O primer e o adesivo foram aplicados, da seguinte maneira: grupo AB2 condicionamento com ácido fosfórico a 10% por 15 segundos, aplicação do sistema de união de acordo com as instruções do fabricante e a inserção do compósito em um anel de aço (3mm x 2mm) foi feita por incrementos e fotoativado por 40s; para o grupo SDL – o condicionamento foi feito com solução 10-3, aplicação do sistema de união de acordo com as instruções do fabricante e a inserção do compósito em incrementos e fotoativação. Depois do procedimento terminado, as amostras ficaram imersas em água a 37°C, por 24 horas (para os grupos não termociclados), e os demais grupos foram termociclados (10.000 ciclos, a 4°C e 60°C). A resistência foi avaliada em uma máquina de ensaio universal à velocidade de 0,5 mm/min e os dados submetidos à análise estatística

(ANOVA). Os tipos de fratura foram avaliados em MEV. Os resultados mostraram que a resistência em dentina para dentes decíduos foi significativamente mais alta do que em permanentes, quando ambos os grupos não foram termociclados, e em relação aos grupos que foram termociclados, com exceção do grupo SDL. No grupo SDL termociclado, não houve diferença significativa entre os valores da resistência em dentina de dentes decíduos e permanentes. A resistência da união à dentina em dentes decíduos foi significativamente mais alta do que em permanentes, quando usado All Bond 2 ou Superbond D Liner.

Em uma revisão da literatura sobre a microestrutura do substrato dental e propriedades relacionadas ao processo de união, MARSHALL et al., em 1997, definiram a dentina como um compósito complexo hidratado composto por 4 elementos: o túbulo dentinário, a dentina peritubular altamente mineralizada, a dentina intertubular composta por colágeno e hidroxiapatita e o fluido dentinário. A organização estrutural e variações na microestrutura são reflexo de influências formativas, como o tamanho e a forma dental, além de alterações causadas pela idade, injúria ou doenças. Porém, apesar de grande variabilidade existente, de uma maneira geral, a dentina tem 50% de seu volume representado por hidroxiapatita, 30% matriz orgânica (essencialmente colágeno tipo I) e 20% fluido dentinário. Os componentes, estrutura e propriedades da dentina variam de acordo com sua localização dentro do órgão dental. A resistênica da união ao cisalhamento difere de acordo com a proximidade da polpa e é dependente da orientação dos túbulos. Características estruturais e mecânicas das formas normal e alterada da dentina (dentina esclerótica) em relação ao seu impacto nos

procedimentos de união também foram discutidas. Os autores enfatizaram a necessidade do mecanismo de união tornar-se devidamente esclarecido, para que a união entre o material restaurador e a dentina seja efetiva, aumentando a resistência da união e a longevidade da restauração. Para tanto, o conhecimento das propriedades mecânicas do esmalte, dentina e material restaurador são requisitos essenciais para prever o comportamento da interface denterestauração. Outro pré-requisito de igual importância para uma união adequada é a necessidade de uma íntima relação entre o substrato e o agente de união, sendo a umidade inerente da dentina considerada um problema, devido ao fluxo hidrostático através dos túbulos que possuem uma pressão pulpar positiva, dificultando a união. Nesse ponto, relataram os problemas advindos da manutenção da smear layer, cuja fragilidade inerente permite a obtenção de valores de união à superfície dentinária muito baixos. Por isso, atualmente preconiza-se a remoção dessa camada através de condicionamento ácido, que gera também desmineralização da dentina inter e peritubular permitindo efetiva penetração de monômeros e formação de camada híbrida. Concluíram que uma maior compreensão do substrato dentinário é de fundamental importância para o desenvolvimento dos procedimentos restauradores adesivos.

NOR et al., em 1997, compararam o efeito de 2 condicionadores dentinários na micromorfologia da dentina de decíduos e permanentes. Foram selecionados molares extraídos, hígidos, distribuídos em 4 grupos, de acordo com o sistema utilizado, All Bond 2 e Scotchbond Multi Purpose, e o tempo de tratamento (sem condicionamento, 7, 15 e 30s). Neste estudo a pressão intra-pulpar foi utilizada

para simular a pressão tecidual. A dentina foi condicionada com ácido fosfórico e maleico a 10%, para os 4 diferentes tempos de condicionamento. As amostras foram lavadas em água destilada, secas por 5s e armazenadas em um dissecador. Em todas as amostras realizou-se análise em MEV, feita por 3 examinadores. Os critérios de avaliação foram: número de túbulos que permaneceram abertos ou completamente obliterados pela smear layer, condição da dentina peritubular na abertura dos túbulos (removida ou intacta) e a topografia da dentina intertubular (uniforme ou irregular). Os dados foram analisados pelo método ANOVA, para avaliar a relação entre tempo de condicionamento, tipo de dente e agente condicionador. Os resultados indicaram que a smear layer foi removida mais facilmente dos dentes decíduos do que dos dentes permanentes, o que sugere maior reatividade ao agente condicionador. Os autores também acharam que um longo tempo de aplicação removeu mais smear layer. Em comparação entre decíduos e permanentes, os resultados indicaram que se requer menos tempo para o apropriado condicionamento ácido em deciduos. Um protocolo diferenciado para união em decíduos resultou em uma morfologia característica semelhante a do permanente.

PASHLEY & CARVALHO, em 1997, realizaram uma revisão de literatura com o objetivo de elucidar a relação entre permeabilidade dentinária e a união compósito/dentina. A difusão do agente de união na dentina foi classificada como permeabilidade dentinária intertubular, a qual é amplamente aumentada pelo condicionamento ácido devido à remoção da *smear layer* e *smear plugs*, além da remoção de conteúdo mineral da dentina intertubular subjacente a uma

41

profundidade de 2 a 7μm. Os espaços deixados por essa remoção ao redor das fibrilas colágenas podem então ser preenchidos por monômeros para formar a camada híbrida. Os autores atribuem a essa camada e aos prolongamentos resinosos a responsabilidade pela resistência da união à dentina. Consideram ainda que a camada híbrida é o maior e mais efetivo método para união do compósito à dentina, e que quando formada adequadamente, promove alta resistência da união e ótimo selamento da dentina condicionada, além de atuar na absorção de tensões decorrentes da contração de polimerização. Apesar do condicionamento ácido promover a remoção do conteúdo mineral da smear layer, o seu conteúdo orgânico ainda atua como barreira à penetração dos monômeros, reduzindo a permeabilidade dentinária. Um outro fator capaz de reduzir a permeabilidade intertubular e, portanto, a penetração de monômeros é o colapso das fibrilas colágenas causado pela secagem excessiva da dentina desmineralizada. Esse fato pôde ser comprovado pela redução da resistência da união nas condições secas em comparação com condições úmidas. Apesar disso, o sobreumedecimento também gera enfraquecimento da união, uma vez que o excesso de água interfere no processo de união, isso porque a água pode preencher a superfície e suas porosidades impedindo fisicamente a penetração de monômeros, além disso, a água pode diluir a concentração de monômeros hidrofílicos interferindo quimicamente na adesão. Os autores concluem ressaltando a importância do conhecimento sobre a permeabilidade dentinária nas diversas condições em que a dentina pode se apresentar (dentina superficial,

média e profunda), sendo crucial para tornar efetiva a união do compósito à estrutura dental.

VARGAS et al., em 1997a, analisaram se sistemas de união de frasco único produzem valores de resistência da união e formação de camada híbrida com valores semelhantes aos sistemas convencionais (múltiplos componentes). Foram selecionados 120 dentes humanos, cujas superfícies em dentina foram expostas. Os dentes foram distribuídos em 8 grupos (n=12): G1 (Bond 1), G2 (One-Step), G3 (OptiBond Solo Plus), G4 (Prime & Bond 2.1), G5 (Scotchbond Multi-Purpose Plus), G6 (Single Bond), G7 (Syntac Single-Component) e G8 (Tenure Quick with Fluoride). Todos os procedimentos de união foram realizados de acordo com as instruções do fabricante, para então serem submetidos ao ensaio mecânico de cisalhamento. Analisou-se também, a micromorfologia e espessura da camada híbrida através de MEV. Os resultados demonstraram que não houve diferença estatística entre os grupos 1, 2, 3, 5 e 6, sendo os valores do G6 mais elevados numericamente. Em relação à formação de camada híbrida, todos os sistemas removeram a smear layer, sendo que sistemas de frasco único produziram camada híbrida similares em profundidade quando comparadas aos sistemas convencionais, porém variações da espessura puderam ser observadas não somente entre os produtos, mas também entre as amostras do mesmo grupo e em diferentes áreas de uma mesma amostra. Esta diferença na espessura pode ser devido a vários fatores, como diferentes viscosidades dos materiais, presença ou não de partículas de carga, número de camadas e técnicas de aplicação recomendadas pelos fabricantes. Os autores concluíram que todos os sistemas de

união de frasco único (*primerl*adesivo), exceto o Syntac, obtiveram valores de resistência similares àqueles do sistema convencional, e que todos apresentaram a presença de camada híbrida distinta. Entretanto, pequenas variações na morfologia da interface foram encontradas para os diferentes sistemas. Além disso, não houve correlação entre a resistência da união e a morfologia da interface, sendo assim sugerido que estudos *in vivo* sejam realizados para determinar a eficácia e desempenho clínico a longo prazo.

VARGAS et al., em 1997b, avaliaram o efeito da exposição ao hipoclorito de sódio a 5% por 2min, seguido do condicionamento ácido da dentina através da avaliação da resistência da união ao cisalhamento utilizando-se 2 sistemas de união (Scotchbond Multi Purpose - SBMP e All Bond 2 - AB2) e examinaram a ultraestrutura da interface compósito/dentina em MEV. Foram extraídos 28 terceiros molares e suas superfícies proximais foram lixadas até a exposição de uma área plana em dentina. Os dentes foram aleatoriamente distribuídos em 4 grupos (n=14) e então receberam os seguintes tratamentos: SBMP - as amostras foram condicionadas com ácido fosfórico a 37%, enxaguadas e deixadas úmidas, o primer e o adesivo do SBMP foram aplicados de acordo com as instruções do fabricante, e restaurados com Z100. O grupo SBMP/NaOCI – tiveram suas amostras tratadas com os mesmos procedimentos do grupo de SBMP, exceto pelo tratamento das superfícies que foi feito com hipoclorito de sódio a 5% por 2 min, após o condicionamento ácido. O grupo All Bond2 - as amostras seguiram a mesma técnica para SBMP, usando All Bond 2 de acordo com as instruções do fabricante. Para o grupo All Bond2/NaOCI - os procedimentos foram os mesmos

do grupo SBMP/NaOCI porém usando AB2. Os espécimes foram termociclados 300 vezes (com banhos de 5º - 55ºC), e então submetidos ao ensaio mecânico de cisalhamento. A análise de variância ANOVA e teste de Duncan foram realizados com os dados obtidos. Os resultados da análise mostraram que uma exposição de 2 minutos da dentina ao hipoclorito de sódio seguido do condicionamento não teve diferença significativa na resistência de união ao cisalhamento para o SBMP, mas foi significativamente aumentada para os grupos tratados com All Bond2. A estrutura da interface para os dois tratamentos de dentina e os 2 sistemas de união foram estudados morfologicamente em MEV. Pôde-se observar uma camada híbrida convencional, quando a superfície foi tratada com ácido fosfórico a 37%. Observou-se a ausência agente de união impregnado ao colágeno nos espécimes tratados com ácido fosfórico a 37% e NaOCI. Os autores concluíram que a resistência da união ao cisalhamento da compósito/dentina e a ultraestrutura avaliadas pela remoção do colágeno suporta a teoria de que a camada de colágeno pode não ser crucial no mecanismo de união entre compósito/dentina. Sabe-se que a camada de colágeno pode inibir a penetração do agente de união dentro do substrato dentinário, limitando a durabilidade da união compósito/dentina. Talvez, a remoção completa do colágeno possa facilitar a difusão do agente de união dentro da dentina parcialmente desmineralizada.

EL KALLA & GARCIA-GODOY (1998) avaliaram a resistência da união ao cisalhamento em dentina utilizando 3 sistemas de união comercialmente disponíveis e um sistema de união "convencional"; além de avaliarem a micromorfologia da interface agente de união/compósito/dentina, em molares

permanentes e decíduos, para evidenciar a diferença dos tipos de união entre compósito/dentina. Foram selecionados 32 molares decíduos e permanentes. As amostras foram aleatoriamente distribuídas em 4 grupos (n=8, sendo 16 superfícies). Selecionaram-se os seguintes sistemas de união: Scotchbond Multi-Purpose Plus (SBMP), One-Step (OS), Prime & Bond 2.1 (PB) e EBS. As instruções dos fabricantes foram seguidas para os procedimentos de união. O agente condicionante do sistema SBMP, ácido fosfórico a 35%, e compósito Z100 foram utilizados em todos os grupos. Após a aplicação dos sistemas de união e realização do procedimento restaurador, todas as amostras foram armazenadas em água destilada, em temperatura ambiente, por 72h, e então termocicladas em água destilada a 4°C e 60°C (30s cada), por 1.000 ciclos. Em seguida, submetidas ensaio mecânico. Cada corpo-de-prova fraturado foi examinado em Microscópio Estereoscópico, para avaliação do padrão de fratura. Dentre estes, 6 amostras (3 de cada grupo - decíduos e permanentes) com diferentes padrões de fratura foram analisadas em MEV. Para análise da morfologia 4 amostras (2 de cada grupo - decíduos e permanentes) foram fraturadas longitudinalmente e processadas para análise em MEV. De acordo com os resultados, a resistência da união foi significativamente menor para o SBMP do que para todos os outros sistemas, tanto para dentes decíduos quanto para permanentes. Não houve diferença significativa, para os valores de resistência, entre dentina decídua e permanente, para os grupos SBMP, P&B 2.1 e EBS, porém os valores de resistência da união do OS foram significativamente maiores em permanentes. Houve uma tendência de menores valores de resistência em dentes decíduos, exceto para o grupo SBMP. Todas as amostras revelaram falhas do tipo coesiva,

sendo mais frequente para o grupo SBMP. Em MEV, a falha demonstrou existir, entretanto, dentro do agente de união, sendo os túbulos dentinários infiltrados. Quanto à micromorfologia da interface, a dentina unida com SBMP retratou a formação de camada híbrida tanto em dentes decíduos quanto em permanentes, porém sua espessura foi menor em dentina decídua. Nas amostras unidas com OS, houve a formação de camada híbrida bem definida, espessa, com profunda penetração nos túbulos dentinários, especialmente em dentina permanente. Para o grupo P&B 2.1 houve a formação de camada híbrida contínua e mais espessa em dentina permanente. Já para o grupo EBS houve a presença de camada híbrida contínua, fina, especialmente em dentina decídua, com diferentes padrões de penetração nos túbulos dentinários. Desta forma, os autores concluíram que todos os produtos testados podem ser clinicamente eficientes; que a resistência da união não depende inteiramente da formação da camada híbrida; a adaptação dos prolongamentos resinosos nas paredes dos túbulos melhora a resistência da união ao cisalhamento e, que novos avanços tecnológicos são necessários para a evolução da técnica adesiva.

INAI et al., em 1998, avaliaram o efeito do tratamento com hipoclorito de sódio na resistência da união ao cisalhamento e as características morfológicas de 5 sistemas de união (Prime & Bond 2.1, One-Step, Scotchbond MP Plus, Single Bond e TMG – 8). Foram selecionados terceiros-molares que tiveram as superfícies vestibular, lingual ou palatina desgastadas até a obtenção de uma área plana em dentina com 3mm de diâmetro. Para cada sistema de união utilizado, os dentes foram distribuídos em 3 grupos de acordo com os seguintes tratamentos da

47

superfície: G1 – foi realizado o procedimento segundo as instruções do fabricante; G2 – tratados com NaOCI a 13% sem condicionamento ácido prévio; G2 –tratados com NaOCI a 13% após o condicionamento ácido da superfície. O sistema TMG – foi utilizado após o tratamento com o NaOCI por ser um sistema autocondicionante. As amostras do grupo 2 e 3 foram lavadas por 15s após a aplicação do NaOCl a 13% por 2 minutos. Em seguida, foi confeccionado um corpo de compósito (AP-X) de 2,5-3mm. Os espécimes foram então armazenados em estufa a 37°C e 100% de umidade relativa por 24 horas. Então, foram submetidos ao ensaio de cisalhamento (Instron) à velocidade de 5mm/min. Os dados foram submetidos à análise estatística (ANOVA e Student – Newman-Keuls p<0,05). Foram avaliadas em Microscópio Eletrônico de Varredura de campo de</li> emissão (FE-MEV) as superfícies dentinárias tratadas com cada um dos procedimentos realizados previamente à união. As imagens representativas da interface compósito/dentina foram também observadas em MEV. De acordo com os resultados os sistemas de união à base de acetona apresentaram maiores valores de resistência ao cisalhamento com a aplicação do NaOCI após o condicionamento ácido (G3). Já para os sistemas à base de água houve uma redução nos valores de resistência ao cisalhamento com a aplicação do hipoclorito de sódio. De acordo com as imagens de microscopia a aplicação do hipoclorito de sódio após o condicionamento ácido produz uma dentina mais porosa e rugosa, com muitos túbulos pequenos na dentina intertubular. Observando os resultados, os autores concluíram que uma união aceitável foi obtida na dentina tratada com hipoclorito de sódio após o condicionamento ácido, quando utilizados sistemas de

união à base de acetona. Entretanto, o tratamento realizado com o hipoclorito de sódio foi extremo (13% por 2 min) para uma utilização clínica.

JACOBSEN & SODERHOLM, em 1998, avaliaram a resistência da união ao cisalhamento de sistema de união à base de água ou acetona aplicados com ou sem agitação durante a aplicação em dentina seca ou úmida. As superfícies oclusais de 48 pré-molares foram lixadas até a exposição de uma área plana em dentina. Os dentes foram distribuídos em 8 grupos (n=6). As superfícies dentinárias foram condicionadas com ácido fosfórico por 30s, lavadas e secas com papel (técnica úmida) ou com ar comprimido por 3s (técnica seca). Após a secagem, um primer contendo HEMA/água ou HEMA/acetona foi aplicado na superfície e deixado sem mexer por 30s ou aplicado e manualmente agitado pelo mesmo tempo. Em seguida, foi aplicado o adesivo e então um cilindro de compósito (Spectrum) foi unido à superfície e fotoativado por 40s. Os espécimes foram armazenados em água por 30 dias e então submetidos ao ensaio de cisalhamento à velocidade de 0,5 mm/min. Os dados foram submetidos à análise estatística e revelaram que o primer à base de acetona apresentou maiores valores de resistência na dentina seca ou úmida aplicado sem agitação. Não houve diferença para o sistema à base de água aplicado sobre a dentina seca ou úmida. A agitação melhorou os resultados do sistema à base de água, mas diminuiu a resistência da união do sistema à base de acetona. Concluindo, o sistema à base de acetona apresenta maior resistência da união quando aplicado através da técnica úmida. Já os sistemas à base de água são menos vulneráveis às variações na umidade da dentina, promovendo uma união à dentina mais aceitável clinicamente.

Em 1998, KANCA III & SANDRIK examinaram o efeito na resistência da união ao cisalhamento da presença ou ausência de uma zona de dentina desmineralizada em superfícies úmidas ou secas. As superfícies vestibulares de 80 dentes foram lixadas até a exposição de uma área plana em dentina. As foram então distribuídas aleatoriamente em 8 grupos: amostras condicionamento com ácido fosfórico a 37% por 10s (CA), seguido pela lavagem por 3s e foi deixada uma camada fina de água sobre a superfície; G2 - CA, lavagem por 3 s e secagem por 3s com jato de ar a 1cm da amostra; G3 – CA, lavagem e secagem suave, aplicação de NaOCl a 5,25% por 2 min, lavagem por 2 min deixando a superfície úmida; G4 - CA, lavagem por 3s e secagem suave, aplicação do NaOCI por 2min, lavagem por 2min e secagem por 3s a 1cm; G5 igual G1, exceto que não houve o condicionamento ácido; G6 – igual G2, mas sem condicionamento ácido; G7 – igual G3, mas sem condicionamento ácido; G8 – igual G4 , mas sem o condicionamento ácido. Em seguida foi realizada a aplicação do sistema de união (One-Step) de acordo com as instruções do fabricante. Uma matriz de teflon foi adaptada às amostras e preenchida com um incremento de compósito (Bis-Fil) e fotoativado por 40s. Em seguida, as amostras foram armazenadas em água a 37º C por 24h e então submetidas ao ensaio mecânico (Instron) à velocidade de 5mm/min. Para avaliação em MEV 4 tipos de superfície dentinária foram analisadas: 1- controle (sem condicionamento), 2 condicionamento com ácido fosfórico a 37% por 10s, 3 - sem condicionamento e

aplicação de NaOCl a 5,25% por 2min e lavagem, e 4 – CA e aplicação de NaOCl por 2min, lavagem por 2 min e secagem. Os espécimes foram preparados para observação em MEV. Os dados do ensaio mecânico foram submetidos à análise estatística. De acordo com os resultados os autores observaram que os espécimes condicionados com ácido obtiveram maiores valores de resistência do que aqueles não condicionados, e que a remoção da camada rica em colágeno da zona desmineralizada não teve efeito significativo na resistência da união tanto na dentina úmida ou seca. Além disso, o adesivo colocado nos espécimes úmidos apresentou maiores valores de resistência da união do que aqueles colocados sobre o substrato seco. Já na análise de MEV os espécimes não condicionados apresentaram smear layer característica e que os espécimes tratados com ácido fosfórico a 37% por 10s e secos não mostraram diferença na morfologia do que o do grupo controle. Quando a superfície dentinária foi tratada com NaOCI e deixada úmida as fibrilas colágenas foram claramente visualizadas e os túbulos dentinários abertos também puderam ser vistos. Nos espécimes não condicionados e tratados com o hipoclorito de sódio a característica morfológica foi muito diferente da do controle sem condicionamento, com a presença de uma superfície rugosa com túbulos dentinários abertos ocasionais. Já os espécimes condicionados e tratados com hipoclorito de sódio tanto em condições de umidade ou secos, apresentaram uma característica similar livre de fibras de colágeno e com uma aparência micromorfologicamente porosa. Os autores concluíram que existe a necessidade de manter a superfície dentinária condicionada úmida quando da aplicação dos agentes de união contendo acetona como solvente e que o tratamento da dentina com ácido fosfórico é necessário para obter altos valores de resistência da união.

Além disso, sugerem que a formação da camada híbrida não contribui para a resistência da união ao cisalhamento. Assim, até mesmo quando a camada de dentina desmineralizada é removida, a hidratação é ainda necessária para uma ótima interdifusão do agente de união e uma alta resistência da união.

PIOCH et al., em 1998, analisaram a influência de diferentes tempos de condicionamento ácido na formação da camada híbrida e resistência da união à tração. Foram selecionados 775 molares hígidos, preparados removendo-se a superfície oclusal para exposição do terço médio da dentina. Cinco sistemas de união e seus respectivos compósitos foram utilizados (Gluma CPS/Pekafill, Syntac/Tetric, Scotchbond Multi-Purpose/Z100, Scotchbond 1/Z100 e Prime & Bond 2.0/Prisma TPH) seguindo-se as instruções dos fabricantes. Somente o tempo de condicionamento variou. Para as medidas da espessura da camada híbrida em Microscopia de Varredura com Laser Confocal (MVLC), 325 molares foram utilizados e distribuídos em 5 grupos (n=65) de acordo com os diferentes materiais. A superfície dentinária foi condicionada com ácido fosfórico (15, 30, 60 e 120s, n=5 cada), ou mantida sem condicionamento (n=5). Os componentes do primer ou primer com agente de união, respectivamente, foram misturados com um corante fluorescente. As superfícies foram cobertas com uma camada fina de compósito e fotoativada por 20s. Cada dente preparado foi embutido em resina e seccionado em 2 metades. Após o armazenamento por 24h em água a 20° C, as amostras foram examinadas em MVLC. As medidas foram realizadas em 10 localizações da interface compósito/dentina. Para avaliar a resistência da união, 450 molares foram divididos em 5 grupos (n=90). As amostras foram armazenadas

em água a 20°C por 24h e então submetidas ao ensaio mecânico de tração. Pódese observar presença da camada híbrida em todos as amostras que foram condicionados. Além disso, notou-se que quanto maior foi o tempo de condicionamento, maior a espessura da camada híbrida. No entanto, o SBMP que apresentou camada híbrida relativamente pouco espessa, obteve altos valores de resistência. Sendo assim, concluiu-se que a espessura da camada híbrida não é tão importante para os valores de resistência da união, e sim sua qualidade. Para os resultados de resistência da união, houve diferenças significativas entre todos os fatores em estudo, sendo que longos períodos de condicionamento ácido aumentam a espessura da camada híbrida, mas diminuem a resistência da união. Assim, sabendo que o tempo ótimo para condicionamento do esmalte é de 15-30s e que a dentina deve ser condicionada por no máximo 15s, o gel de ácido fosfórico deve ser aplicado primeiramente no esmalte e em seguida na dentina por no máximo 15s para a obtenção de melhores valores de resistência da união.

Em 1998, PUPPIN-RONTANI, avaliou o desempenho clínico de restaurações em compósito odontológico realizadas em dentes decíduos após 18 meses. Foram selecionados para este estudo 41 molares decíduos de crianças de 4 a 9 anos de idade. Os dentes foram restaurados com o sistema de união Scotchbond Muiltipurpose Plus e compósito Z100. As restaurações foram avaliadas no início do estudo, e aos 6, 12 e 18 meses seguintes, empregando-se o critério de Cvar e Ryge (1971), para análise clínica direta, e para análise indireta, modelos em gesso obtidos nos mesmos períodos. As restaurações foram também avaliadas radiograficamente nos mesmos períodos. Para a análise morfológica da

interface foram utilizados 7 dentes exfoliados, observados em MEV. Os resultados mostraram que 100% (n=40) das restaurações avaliadas aos 6 meses receberam escore A (Alpha) para forma anatômica, cor, alteração de cor e degradação marginal, e cáries secundárias. Aos 12 meses, 96,4% (n=28) das restaurações receberam escore A e 3,4% C (Charlie) para os mesmos critérios avaliados. Aos 18 meses foram avaliadas 27 restaurações, sendo que todas receberam escore A para os mesmos critérios. Foram avaliadas indiretamente 23 restaurações aos 6, 12 e 18 meses após o início do experimento. Não foi observado desgastes ou fraturas nas restaurações. Na avaliação da interface compósito/dentina, observouse a formação de camada híbrida consistente e adaptada à estrutura da dentina. A autora concluiu que os materiais analisados Scotchbond Multipurpose Plus e Z100, aplicados pela técnica do condicionamento ácido total, apresentaram excelente desempenho clínico/radiográfico com relação à forma anatômica, cor, alteração de cor e degradação marginal, e cáries secundárias. Entretanto, deveriam ser aplicados com critério em dentes decíduos devido a alta resistência ao desgaste apresentada pelo compósito Z100, prejudicando o desgaste fisiológico apresentado pelos dentes decíduos.

Em 1998, OLMEZ et al. compararam a espessura da camada híbrida formada "in vivo" em dentes decíduos e permanentes, com a aplicação de 2 sistemas de união: Syntac e Syntac Single Component e diferentes tempos de condicionamento do esmalte. Foram selecionados 14 molares decíduos e 14 permanentes, que estavam indicados para extração por razões ortodônticas, e distribuídos equitativamente em 4 grupos e restaurados de acordo com o tipo de

54

dente e material. Os dentes foram distribuídos por grupos: grupos 1 e 2 - foram condicionados com ácido fosfórico a 37% por 15s em dentina e 30 segundos em esmalte, enxaguados por 20s, e secos suavemente para que a superfície se mantivesse úmida, e o sistema Syntac Single Component foi aplicado; grupos 3 e 4 – condicionados com ácido fosfórico por 15s em esmalte e dentina, enxaguados por 20s, secos, e o sistema de união Syntac foi aplicado. Todos os dentes foram restaurados com Tetric Ceram. Todas as amostras foram mantidas em função na cavidade oral por 30 dias, até serem submetidas a exodontia. Em seguida, foram submetidos à análise em MEV e Microscopia Eletrônica de Transmissão (MET). A medida da camada híbrida foi realizada em MEV, e 2 dentes de cada grupo foram avaliados em MET para confirmar a união compósito/dentina. Os resultados indicaram que a camada híbrida era significativamente mais espessa em decíduos do que em permanentes. Nenhuma diferença foi observada na camada híbrida produzida pelos 2 sistemas de união. As razões para esta diferença não são bem conhecidas. Entretanto, diferenças na composição química, micromorfologia e reatividade química da dentina podem contribuir para maior espessura. Concluindo, os autores sugerem que o uso de condicionadores ácidos por um tempo menor pode ser benéfico no desempenho das restaurações em compósito em dentes decíduos.

WILDER et al., em 1998, compararam a resistência da união ao cisalhamento de sistemas de união convencionais e simplificados. Foram utilizados 100 dentes bovinos, embutidos em resina acrílica com a face vestibular paralela ao solo. As superfícies vestibulares foram desgastadas e polidas com

lixas de granulação 600 até a obtenção de 90 superfícies planas em dentina e 10 superfícies planas em esmalte. Os espécimes em dentina foram distribuídos em 9 grupos (n=10). Três grupos compostos por sistemas convencionais (3 componentes): All-Bond 2, OptiBond FL e Scotchbond Multi-Purpose Plus. Seis grupos compostos por sistemas de união simplificados (2 componentes): Clearfil Liner Bond 2, Fuji Bond LC, One-Step, OptiBond Solo, Prime & Bond 2.1 e Ternure Quik com Flúor. Os espécimes em esmalte foram usados como grupo controle com SBMP. Cada superfície desgastada foi primeiramente condicionada de acordo com as instruções dos fabricantes. Após lavagem, a superfície de cada espécime foi deixada visivelmente úmida antes da aplicação do sistema de união, que foram aplicados de acordo com as instruções do fabricante. Os compósitos correspondentes foram aplicados em um molde com 4,4mm de diâmetro e fotoativados em 4 direções. Os espécimes foram então armazenados em água destilada por 48h e então submetidos ao ensaio de cisalhamento em uma máquina de ensaio universal (Instron) à velocidade de 5mm/min. Os dados obtidos foram submetidos a análise estatística. De acordo com os resultados, a diferença entre a resistência da união dos sistemas convencionais, simplificados e do grupo controle não foram significativas. Não houve também diferença significativa entre os sistemas dentro de cada categoria. A maioria das falhas foi adesiva. Duas falhas coesivas em dentina ocorreram nos grupos de sistemas convencionais e três nos grupos com sistemas simplificados. Concluindo, a resistência da união ao cisalhamento compósito/dentina usando sistemas de união convencionais e simplificados foi similar e também não diferiu da resistência da união ao cisalhamento compósito/esmalte (controle).

PAUL et al., em 1999, avaliaram o efeito de vários tempos de condicionamento ácido na resistência da união do Single Bond (SB) utilizando-se ácido fosfórico a 35% e a associação da resistência à infiltração de íons de prata nos espaços microscópicos da camada híbrida. Foram selecionados 9 terceiros molares, cuja superfície oclusal foi desgastada para a exposição de área em dentina. As amostras foram condicionadas com ácido fosfórico a 35% por 15, 30 ou 60s. O sistema de união SB e o compósito odontológico Z100 foram aplicados de acordo com as instruções do fabricante. Os dentes foram armazenados por 24h em água e seccionados em fatias de 0,7mm. Em seguida, amostras em forma de "ampulheta" (1mm² de área de união) foram obtidas. Estas foram então secas por 30min no ar, mantidas úmidas ou cobertas com esmalte de unha, exceto em uma área de 0,5mm ao redor da área de união. Somente as amostras cobertas com esmalte foram imersas em nitrato de prata (AgNO<sub>3</sub>). Em seguida, foram submetidas ao ensaio de microtração, enquanto as amostras imersas em AgNO<sub>3</sub> foram embutidas em resina e polidas para observação em MEV. A nanoinfiltração dos íons de prata foi determinada pela exposição ao laser e pela análise elementar da dispersão de elétrons. De acordo com os resultados, não houve diferença nos valores de resistência à microtração para os diferentes tempos de condicionamento ácido. Entretanto, houve um aumento na nanoinfiltração de íons de prata com o aumento no tempo de condicionamento. Os autores concluíram que a resistência da união não depende do tempo de condicionamento ácido, mas a nanoinfiltração é aumentada com o aumento no tempo de condicionamento. Porém, estudos sobre o efeito do armazenamento em água por um longo tempo

podem revelar informações sobre a estabilidade hidrolítica do compósito e do colágeno na camada híbrida em espécimes condicionados por um tempo maior.

Através de uma revisão da literatura, PERDIGÃO & LOPES, em 1999, discutem a importância da camada híbrida quanto à sua presença e espessura. Diferentes espessuras de camada híbridas encontradas podem ser devidas à profundidade de desmineralização e penetração do monômero resinoso, ou a um artefato de técnica produzido por uma angulação incorreta durante o corte do espécime. Quanto à importância da camada híbrida, deve-se analisar a quantidade de infiltração do adesivo na dentina (túbulos dentinários e dentina intertubular). Os autores reportam também que a camada de colágeno, exposta pelo condicionamento ácido, não garante melhores resultados quantitativos na resistência da união. Além disso, os autores citam que a remoção da camada de colágeno previamente à utilização dos sistemas de união pode ou não aumentar a resistência da união, na dependência do sistema de união utilizado, demonstrado pela utilização de um gel de NaOCl comercial (AD Gel). Consideram ser o NaOCl um agente desproteinizante, com capacidade de alterar a dentina não afetada, com consequências imprevisíveis a longo prazo, sendo que seu emprego clínico até então deveria ser desencorajado.

PERDIGÃO *et al.*, em 1999, avaliaram a ultramorfologia da dentina superficial e profunda após o condicionamento com ácido fosfórico e desproteinização com hipoclorito de sódio a 5%. Foram obtidos 2 discos (um da dentina superficial e um da profunda) de cada um dos 10 terceiros-molares hígidos

selecionados para o estudo. As amostras foram lixadas para simular a smear layer, em seguida as superfícies planas em dentina foram condicionadas com ácido fosfórico a 35% por 15s e lavadas vigorosamente por 10s com água deionizada. Os espécimes foram deixados em água deionizada por 5min e observados em microscopia de força atômica (MFA). Após a análise em MFA, metade dos espécimes (5 dentina superficial e 5 dentina profunda) foram submetidos ao tratamento de desproteinização, com a aplicação do NaOCI a 5% lavagem por 30s. Os discos de dentina desproteinizada foram por 2min e reposicionados e analisados em MFA. Em seguida, os espécimes foram preparados para observação em FE-MEV. Os discos foram montados em stubs, metalizados e observados em secção transversal ou longitudinal em FE-MEV com aumento de 1000x e 40000x. Através das imagens obtidas os autores observaram que os espécimes foram desmineralizados a uma espessura de 2 a 26 em dentina superficial e 2,5 a 3,0 µm em dentina profunda. Sob MFA, a dentina superficial condicionada mostrou menos túbulos (18-23 aberturas tubulares para um campo de 50x50 µm), do que a dentina profunda com 51 a 62 aberturas tubulares por campo de 50x50 µm. O maior úmero de túbulos resultou em uma superfície mais irregular na dentina profunda condicionada. A desproteinização removeu as fibras de colágeno expostas tanto na dentina superficial quanto na profunda. O diâmetro tubular foi aumentado com o tratamento com NaOCI e um extenso labirinto de canais secundários laterais e anastomoses puderam ser observados. Este fenômeno diminuiu a área de dentina intertubular. Com isso, os autores concluíram que a aplicação de uma substância desproteinizadora alterou a ultramorfologia da superfície da dentina condicionada expondo uma rede de

canais secundários laterais na dentina superficial, aumentando o diâmetro dos túbulos na dentina superficial e profunda, o que levaria a formação de prolongamentos resinosos mais resistentes. Os túbulos maiores visualizados na dentina desproteinizada permitiriam que mais agente de união infiltrasse na dentina, aumentando teoricamente a resistência da união compósito/dentina.

PRATI et al., em 1999, avaliaram o efeito do hipoclorito de sódio na remoção do colágeno através da análise da morfologia da camada híbrida e a mensuração da resistência da união ao cisalhamento depois de diferentes tratamentos. Discos de dentina foram tratados com: (1) ácido fosfórico a 35% por 20 segundos; (2) ácido fosfórico seguido de NaOCI a 1,5% por 2 min; (3) ácido fosfórico seguido pela imersão em NaOCl a 10% por 120h. A MEV foi utilizada para analisar a morfologia da dentina e a interface compósito/dentina. Todos os espécimes foram fraturados em duas partes: uma parte foi analisada em MEV, e a outra parte colocada sequencialmente em ácido fosfórico a 10%, NaOCI a 12,5% por 70h, para remover toda dentina da interface. Os autores observaram em MEV que o colágeno foi completamente removido pelo tratamento com NaOCI. O diâmetro, o tamanho dos túbulos e o número de canais laterais aumentou depois do tratamento com NaOCl. O NaOCl aplicado na smear layer da dentina não modificou significativamente sua morfologia. Os prolongamentos resinosos exibiram-se com diâmetro maior depois do tratamento com ácido fosfórico e NaOCI do que somente depois do tratamento com ácido fosfórico. As camadas híbridas foram somente observadas depois do tratamento com ácido fosfórico, não sendo observadas depois do tratamento combinado de ácido fosfórico/NaOCI. As

amostras condicionadas/NaOCI mostraram a mais baixa resistência adesiva usando Scotchbond MP e Single Bond, mas foram mais altas do que Optibond FL e Prime & Bond 2.1 quando comparadas com o grupo controle. O tratamento com NaOCI por 120 horas produziu um tipo de infiltração não freqüente do agente de união na dentina mineralizada subjacente que pode ser chamada de "camada híbrida reversa" a qual pode explicar o mecanismo de união do compósito à dentina tratada com NaOCI. Se um condicionamento ácido é seguido de um tratamento com NaOCI, alta resistência adesiva pode ser conseguida via formação de uma "camada híbrida reversa", uma proposta de um novo mecanismo de retenção micromecânica. Este mecanismo não é ainda recomendado para uso clínico, mas demonstra um novo tipo de retenção do compósito.

Em 1999, TOLEDANO et al. determinaram mudanças na rugosidade dentinária e umedecimento (medidas do ângulo de contato) após o condicionamento ácido e desproteinização da dentina humana superficial e profunda. Foram utilizados 20 terceiros-molares humanos hígidos, embutidos em resina acrílica deixando 2/3 da coroa exposta. A superfície oclusal foi seccionada expondo uma superfície plana em dentina. Os espécimes foram distribuídos em 2 grupos (n=10): G1 — 10 gotas consecutivas de água deionizada, 0,3 microlitros, foram colocadas na superfície da dentina desgastada (coberta com *smear layer*) com um *eppendorf* (micropipeta), e o ângulo de contato foi medido. A superfície foi então condicionada com ácido fosfórico a 35% por 15s e lavada por 10s. Outras 10 gotas foram colocadas na superfície da dentina condicionada e o ângulo de contato foi medido. Após 1 gota do *primer* do Scotchbond Multi Purpose (SBMP)

61

foi deixada na superfície da dentina condicionada e o ângulo de contato foi medido: G2 - Similar ao G1, exceto que após o condicionamento ácido e medida do ângulo de contato a dentina condicionada foi desproteinizada com hipoclorito de sódio(NaOCI) a 5% por 2min, lavada por 10s e as 10 gotas de água foram colocadas na superfície e o ângulo de contato foi medido. Uma gota do primer do SBMP foi deixada na superfície da dentina condicionada e desproteinizada e o ângulo de contato foi medido. Uma técnica para análise do diâmetro do contato de uma gota com forma assimétrica (ADSA-CD) foi utilizada para medir o ângulo de contato. Em seguida, os molares foram secionados 800 ± 100 µm além do nível original para obter uma superfície de dentina profunda e os mesmos procedimentos foram realizados como descrito anteriormente. Após a dentina superficial e profunda terem sido expostas, polidas, condicionadas e desproteinadas como descrito, a rugosidade superficial de cada amostra foi medida com um profilômetro antes das medidas dos ângulos de contato. Os dados foram submetidos à análise estatística. Observando os resultados, os autores notaram que o condicionamento ácido resultou em um aumento na rugosidade superficial e molhabilidade tanto da água quanto do primer. Para a dentina profunda, a remoção do colágeno não influenciou a variação da rugosidade, mas resultou em um grau de molhabilidade significativamente maior. O grau de molhabilidade da dentina profunda foi maior que o da dentina superficial, devido ao maior número e diâmetro dos túbulos dentinários. Os autores concluíram: 1 - O condicionamento ácido produziu um aumento na molhabilidade da dentina devido ao aumento na rugosidade superficial da dentina e abertura e alargamento dos túbulos dentinários; 2 - A desproteinização da dentina condicionada aumentou

sua molhabilidade, sem contudo aumentar a rugosidade; 3 – As mudanças foram especialmente evidentes na dentina profunda, porque ela é mais facilmente umedecida do que a dentina superficial devido a diferenças químicas e morfológicas. Estas diferenças foram mantidas após o condicionamento e desproteinização.

AL-EHAIDEB & MOHAMMED, em 2000, avaliaram a resistência da união ao cisalhamento de 5 sistemas de união dentinários de quinta geração. Foram selecionados 72 molares permanentes humanos. Os dentes foram embutidos em resina e suas superfícies oclusais desgastadas até a obtenção de uma área plana em dentina. Seis sistemas de união foram avaliados: Bond 1, One-Step, Prime & Bond 2.1, Single Bond, Ternure Quick e Ternure All-Surface (controle -4ª geração). Foram preparados vinte espécimes para cada material. A área de união foi demarcada com um adesivo, com diâmetro de 3mm e condicionada. Os materiais foram aplicados de acordo com as instruções dos fabricantes. O compósito Z100 foi inserido em uma matriz adaptada à superficie em dois incrementos e fotoativado por 40s. Após 24h de armazenagem em água os espécimes foram submetidos ao ensaio mecânico de cisalhamento à velocidade de 0,5mm/min. Os sítios de fratura foram observados em MEV. Os resultados foram submetidos à análise estatística (ANOVA) e demonstraram que houve diferença significativa nos valores de resistência entre os grupos, entretanto todos os sistemas de 5ª, geração apresentaram valores de união adequados, similares ao grupo controle. Em relação ao tipo de falha, 80% dos espécimes apresentaram falha adesiva na interface dentina/sistema de união. Concluindo, os sistemas de 5ª. geração apresentaram valores de resistência da união satisfatórios e similares ao grupo controle. Entretanto, estes sistemas ainda possuem múltiplos passos e são susceptíveis à falhas na técnica de aplicação, com relação à umidade e manipulação.

BEDRAN DE CASTRO et al., em 2000, analisaram o efeito da remoção do colágeno na resistência da união ao cisalhamento de 3 sistemas de união de frasco único hidrofílicos na superfície da dentina. Foram utilizados 120 incisivos bovinos, dos quais foram obtidos quadrados da superfície vestibular e que foram embutidos em resina poliestirênica e tiveram suas superfícies desgastadas e polidas para expor uma área plana e padronizada de dentina com 1,5mm de espessura. Os espécimes foram distribuídos aleatoriamente em 6 grupos (n=20): G1 – condicionamento ácido (CA) + hipoclorito de sódio a 10% (NaOCI) + Bond 1; G2 – CA + Bond 1; G3 – CA + NaOCI + OptiBond Solo; G4 – CA + OptiBond Solo; G5 - CA + NaOCI + Single Bond; G6 - CA + Single Bond. Em todos os grupos o condicionamento foi realizado com ácido fosfórico a 37% por 15s, lavado por 2s e seco com papel absorvente. Nos grupos 1, 3 e 5 foi aplicada uma solução de hipoclorito de sódio a 10%, pH 12, por 60s, seguido de lavagem por 30s e secagem com papel absorvente. Todos os sistemas foram aplicados e fotoativados de acordo com as instruções dos fabricantes. Em seguida, o compósito Z-100 foi inserido em uma matriz de teflon e fotoativado. Os espécimes foram armazenados em ambiente de umidade a 37°C por 7 dias e então submetidos ao ensaio de cisalhamento em um máquina de ensaio universal (EMIC) à velocidade de 0,5 mm/min. Os dados foram submetidos a análise de variância e teste de Tukey (p=0,05). Amostras adicionais foram preparadas para demonstrar a morfologia da dentina condicionada e desproteinizada. Estas amostras foram preparadas, metalizadas e observadas em MEV. Observando os resultados os autores notaram que houve um aumento nos valores de resistência da união com a aplicação do hipoclorito de sódio para todos os sistemas exceto para OptiBond Solo. De acordo com o tratamento realizado não houve diferença entre os sistemas de união aplicados sem a presença do NaOCI. A associação do NaOCI e o sistema de união não mostrou diferença entre os sistemas Single Bond e Bond 1. Já os valores para o OptiBond Solo foram menores do que os demais sistemas. Assim, os autores concluíram: 1 – todos os sistemas de união utilizados neste estudo obtiveram um desempenho similar; 2 - a remoção do colágeno aumentou significativamente os valores de resistência da união ao cisalhamento dos sistemas de união sem partículas de carga; 3 – a presença de partículas de carga no OptiBond Solo poderia ser a razão para os menores valores de resistência da união encontrados para este material.

Em 2000, FERRARI *et al.*, avaliaram a contribuição da camada híbrida no selamento de cavidades Classe V *in vivo* e a resistência da união obtida *in vitro*. Foram selecionados 20 dentes anteriores severamente comprometidos periodontalmente. Em cada dente, uma cavidade Classe V circular com 3 mm de diâmetro e 2 mm de profundidade foi preparada na superfície vestibular através da junção cemento-esmalte. As amostras foram aleatoriamente distribuídas em 2 grupos (n=10), sendo: G1 – o sistema Scotchbond Multi Purpose Plus – SBMP foi aplicado de acordo com as instruções do fabricante e a cavidade foi restaurada

com o compósito Z-100; G2 – igual ao G1, exceto que após o condicionamento ácido a superfície dentinária foi tratada com solução de NaOCI a 5% por 2 min. Seguido um período clínico de 60-90 dias, os dentes foram cuidadosamente extraídos e processados para avaliação da microinfiltração. Para o teste da resistência da união foram selecionados 20 terceiros-molares hígidos e extraídos, nos quais foi realizada uma cavidade Classe I. Foram realizados então os mesmos procedimentos de união descritos acima. Os espécimes foram armazenados em água destilada a 23°C por 7-10 dias. Em seguida foram obtidos discos de 2 mm de espessura de cada cavidade. Os discos foram posicionados em uma placa de alumínio que possuía uma cavidade cilíndrica no meio, e submetidos ao ensaio de extrusão à velocidade de 0,5 mm/min. De acordo com os resultados, os autores observaram que nas margens em esmalte, 30% das amostras do G1 e 70% do G2 apresentaram penetração do corante. Nas margens em dentina, 50% das amostras do G1 apresentaram infiltração, enquanto as amostras do G2 foram severamente infiltradas. Houve diferença estatística na infiltração entre o esmalte e a dentina (maior infiltração em dentina). Quanto à avaliação da resistência da união, os espécimes tratados com NaOCI após o condicionamento ácido apresentaram maiores valores de resistência da união (p<0,05). Além disso, os autores não observaram a presença da camada híbrida nos espécimes tratados com NaOCI. Os autores concluíram que embora a aplicação do hipoclorito de sódio aumenta a resistência da união ela não melhora o selamento marginal das restaurações em compósito. Desta forma, a camada híbrida, formada na ausência do tratamento com NaOCI, representa um papel significante no processo de união entre o compósito e a estrutura dental.

Em 2000, FRANKENBERGER et al. compararam a resistência da união e adaptação marginal compósito/dentina com ou sem o tratamento com NaOCl após o condicionamento ácido do substrato. Foram selecionados 165 terceiros-molares, dos quais foram obtidos discos de 2 mm de espessura do terço médio da dentina, perpendicular ao longo eixo do dente. Uma cavidade cônica (2,3mm de diâmetro) foi preparada em 150 discos. Após o preparo os dentes foram embutidos em resina e distribuídos em 11 grupos (n=15). Setenta e cinco espécimes foram tratados com os sistemas de união, Scotchbond MP Plus (SBMP), ESPE Bonding System (EBS), Solid Bond, Prime & Bond 2.1 e Syntac Sprint, de acordo com as instruções dos fabricantes. Setenta e cinco espécimes foram sujeitos ao tratamento adicional com NaOCI a 5% por 60s após o condicionamento ácido. As cavidades foram preenchidas com os compósitos correspondentes (Z100, Pertac II, Solitaire, Spectrum TPH e Tetric Ceram, respectivamente). Como controle positivo, 15 discos foram deixados intactos, sem cavidades. Em seguida, os espécimes foram armazenados por 24h e então termociclados (1150 ciclos – 5°C e 55°C) por 24h. Então, réplicas foram feitas para avaliação da adaptação marginal em MEV e os espécimes foram submetidos ao ensaio mecânico ("Push-Out") à velocidade de 0,5mmm/min. Os dados obtidos foram submetidos à análise estatística e indicaram que, em geral, os sistemas de união de 4ª, geração apresentaram melhores resultados com relação à resistência da união do que os de 5ª. geração (frasco único). Entre os sistemas de 4ª. geração, SBMP e EBS apresentaram maiores valores de resistência da união e margens livres de fenda do que o sistema Solid Bond (p<0.05). O tratamento da superfície com NaOCI

após o condicionamento ácido reduziu significativamente (p<0.05) a resistência da união (-25%) e a adaptação marginal (-30%) em todos os grupos. Os autores concluíram que o tratamento da dentina condicionada com hipoclorito de sódio não aumenta a resistência da união ou adaptação marginal do compósito utilizando os sistemas de união selecionados para este estudo.

HALLER, em 2000, relatou alguns aspectos dos sistemas de união dentinários (SUD) e compósitos odontológicos (CO) que têm sido discutidos no momento, como os sistemas simplificados com 2 ou apenas um frasco, a racionalização e necessidade da união em substrato úmido, a importância da camada de colágeno na união com o compósito e o potencial dos sistemas autocondicionantes. A principal razão para a dificuldade da união em dentina é que esta é um substrato intrinsecamente úmido. A união à dentina é baseada na retenção micro-mecânica, que pode ser conseguida através da remoção da smear layer e desmineralização da dentina subjascente com o condicionamento ácido. Este processo produz um substrato com uma rede de fibrilas colágenas expostas, que podem sofrer um colapso quando secas excessivamente. Para a obtenção de ótima hibridização é necessária a manutenção dos espaços existentes entre as fibras de colágeno para a penetração do agente de união. Isto pode ser realizado com a técnica da união úmida, que é essencial para os sistemas de união à base de acetona. Entretanto, alguns autores acreditam que a união à dentina após a remoção da camada de colágeno pode ser melhorada, provando que o colágeno e a camada híbrida formada entre colágeno e compósito não é um pré-requisito para o sucesso da união. Quanto aos sistemas simplificados, com redução do número

de passos ou incorporação de mais de um componente no mesmo frasco, pode-se conseguir resultados de resistência da união, adaptação marginal, microinfiltração e durabilidade semelhantes aos sistemas convencionais (3 frascos). Um sistema de união simplificado que previne o colapso do colágeno evitando a exposição da rede de colágeno não protegida por hidroxiapatita é sistema autocondicionamente. Neste sistema são utilizados monôneros ácidos que realizam o condicionamento, ao invés do condicionamento ácido normal. Estes monômeros estão contidos no mesmo frasco do primer. Tais sistemas estão sendo amplamente utilizados e também apresentam resultados de resistência da união, microinfiltração, adaptação marginal e durabilidade semelhantes ao dos sistemas convencionais que utilizam o passo de condicionamento ácido. Concluindo, os autores sugeriram que a seleção dos materiais e das técnicas durante os procedimentos restauradores deve ser orientada para a obtenção de uma ótima hibridização. Quando o condicionamento ácido total é realizado, o protocolo da união úmida deve ser seguido, principalmente para os sistemas de união à base de acetona.

HARADA *et al.*, em 2000, avaliaram o desempenho do sistema de união Clearfil SE Bond (CSEB) em vários substratos e compararam com sistemas autocondicionantes desenvolvidos anteriormente, Clearfil Liner Bond II (CLBII) e Clearfil Liner Bond 2V (CLB2V). Para o teste de tração convencional foram utilizados substratos dentais (dentina e esmalte – bovino), cerâmica e liga de Au-Ag-Pd. O teste de microtração foi realizado em substrato humano (dentina). Foram preparadas superfícies planas em todos os substratos. A área de união foi

demarcada com fita adesiva em 4 mm de diâmetro e cada sistema de união foi aplicado de acordo com as instruções do fabricante. Em seguida, o compósito (Clearfil AP-X) foi unido às superfícies e fotoativado por 40s. Os espécimes foram armazenados por 24h e então submetidos ao ensaio de tração à velocidade de 2 mm/min. Para o teste de microtração, os espécimes foram confeccionados com uma área de união de 1 mm<sup>2</sup>. Em seguida, foram submetidos ao ensaio de microtração à velocidade de 1 mm/min. O resultado do teste de tração convencional para o substrato dental não apresentou diferença significativa entre os materiais. Todos os espécimes apresentaram falha do tipo coesiva em dentina. Para o ensaio de microtração, os valores de resistência da união para o sistema CSEB foram maiores do que para o sistema CLBII, e a maior porcentagem dos espécimes apresentaram falha do tipo adesiva. Para os substratos cerâmica e liga metálica, o sistema CSEB apresentou resultados semelhantes ao sistema CLB2V. Os autores concluíram que o sistema CSEB tem boas propriedades nos diversos substratos utilizados, embora só possa ser usado como material fotoativado. Além disso, este sistema é de fácil aplicação e menos susceptível à falhas na técnica.

PERDIGÃO et al., em 2000, determinaram o efeito de uma marca comercial de gel de hipoclorito de sódio na resistência de união ao cisalhamento e na ultramorfologia da interface compósito/dentina de 2 sistemas de união de frasco único contendo diferentes solventes. As superfícies vestibulares de 80 dentes bovinos foram lixadas até a exposição do terço médio da dentina. Os espécimes foram aleatoriamente distribuídos em 2 grupos de acordo com o sistema de união utilizado (Single Bond – SB, ou Prime & Bond NT – NT) e subdivididos em 4

grupos de acordo com a seqüência de tratamento, como a seguir: G1 e G5 (Controle NT e SB, respectivamente) – aplicação do sistema de união (NT ou SB) de acordo com as instruções dos fabricantes. G2 e G6 - iguais aos G1 e G5 exceto que após o condicionamento ácido uma gota do gel de hipoclorito de sódio a 10% foi aplicada por 15s, em seguida o dente foi lavado por 60s e o excesso de água retirado com papel absorvente. G3 e G7 – iguais aos grupos 2 e 6, exceto que o NaOCI foi aplicado por 30s. E por fim, G4 e G8 – iguais aos grupos 2 e 6, exceto que o NaOCl foi aplicado por 60s. Em seguida, os respectivos compósitos (Surefil para NT e Z100 para SB) foram unidos às superfícies preparadas. Após 24h em água destilada a 37° C, os espécimes foram termociclados por 500 ciclos e submetidos ao ensaio de cisalhamento à velocidade de 0,5cm/min até a fratura. Os dados foram submetidos à análise estatística. Amostras adicionais foram preparadas para observação em MET. De acordo com os resultados, a aplicação do NaOCl a 10% resultou em uma diminuição na resistência da união para ambos os sistemas de união. O aumento no tempo de aplicação do hipoclorito de sódio resultou em uma diminuição progressiva na resistência ao cisalhamento para ambos sistemas de união. Para SB, a aplicação do AD Gel por 60s resultou numa redução da resistência adesiva em 38% e para o NT, esta redução foi de 31%. Para os 4 tempos de desproteinização, o SB apresentou resultados maiores de resistência de união do que o NT. Quanto às características morfológicas principais da interface compósito/dentina para os diferentes grupos, a aplicação do AD Gel resultou em uma morfologia distinta para cada um dos 2 sistemas de união utilizados. Para o SB, a morfologia geral da rede de colágeno foi mantida, independente do tempo de desproteinização. Para o NT, a aparência geral da

71

camada híbrida (CH) foi mantida nos tempos de desproteinização de 15 e 30s. Quando o gel de hipoclorito de sódio foi aplicado por 60s, a aparência morfológica da camada híbrida perdeu seu arranjo fibrilar. A profundidade de desmineralização pode não ser um fator importante para união dentinária, entretanto, a qualidade e/ou integridade do colágeno disponível para infiltração pelo agente de união pode ser de fundamental importância. Como um resultado de mudanças previstas nas fibrilas colágenas com a aplicação do NaOCI, a resistência da união à dentina diminuiu significativamente para ambos sistemas de união. Em MET, a aplicação do AD Gel por 60s não removeu a camada de colágeno, mas alterou as características morfológicas e configuração espacial das fibrilas colágenas na CH. Os autores concluíram que a aplicação de hipoclorito de sódio induz mudanças na morfologia além da área correspondente a penetração profunda do gel de ácido fosfórico. Até este ponto, não estão claros quais são os efeitos da aplicação do hipoclorito de sódio na dentina condicionada *in vivo*. Contudo, seu uso na clínica é ainda largamente desencorajado.

Em 2000, PHRUKKANON et al. determinaram o efeito do tratamento da dentina desmineralizada com o hipoclorito de sódio a 12,5% ou a colagenase tipo I a 0,1% na resistência da união à tração, na morfologia da superfície e interface de dois sistemas de união. O NaOCI foi aplicado na dentina condicionada por 30s, 1 min, ou 2 min e a colagenase por 1, 3 ou 6 horas. Um grupo controle foi realizado para comparações. Antes da aplicação do agente de união, as superfícies tratadas foram examinadas em MFA. Uma área de 2,3mm de diâmetro foi condicionada, tratada e os sistemas One Coat Bond e Single Bond foram aplicados de acordo

com as instruções dos fabricantes, e o compósito foi aderido. Os espécimes foram submetidos ao ensaio mecânico à velocidade de 1mm/min, os sítios de fratura foram examinados em aumento de 20X. Os resultados foram submetidos a análise estatística (múltipla regressão e teste LSD). Os resultados da MFA revelaram que o tratamento da superfície com NaOCI ou colagenase provocaram mudanças progressivas na superfície de colágeno com o aumento no tempo de aplicação. Para ambos os sistemas de união, a resistência à tração dos espécimes tratados com NaOCI por 1min ou colagenase por 3h foi significativamente maior do que para os outros grupos. Os autores concluíram que o mecanismo de união não depende somente das fibras de colágeno, mas também da rugosidade da superfície, penetração do agente de união na dentina tratada, dos cristais de hidroxiapatita projetados na matriz de colágeno e da possibilidade de uniões químicas na interface compósito/dentina, ou seja, na qualidade da camada híbrida formada.

Em 2000, REIS et al. avaliaram o efeito da remoção do colágeno exposto pelo condicionamento ácido na resistência da união à dentina em substrato úmido ou seco. Quarenta molares hígidos foram incluídos em resina epóxica e lixados até a obtenção de uma superfície plana em dentina. A área de união foi delimitada em 3mm, e os dentes foram distribuídos aleatoriamente em 4 grupos, sendo: G1 - o sistema de união Single Bond (3M) foi aplicado segundo as instruções do fabricante, deixando-se uma superfície úmida; G2 – após o condicionamento ácido e lavagem, secou-se a dentina com jato de ar (20s) e aplicou-se o adesivo; G3 – após o condicionamento ácido e lavagem, a dentina foi tratada com NaOCI a 10%

(60s) e lavada (15s). A superfície dentinária foi levemente seca com papel absorvente, deixando-se uma superfície úmida. Em seguida o adesivo foi aplicado; G4 — procedeu-se da mesma forma que no grupo anterior, porém, após a desproteinização com NaOCI, realizou-se uma secagem com jato de ar por 20s antes da aplicação do adesivo. A seguir, confeccionou-se um cone de compósito (Z-100, 3M) com matriz de teflon. Os espécimes foram submetidos ao teste de tração (Mini Instron) à velocidade de 0,5 mm/min, e os resultados em MPa foram: G1- 13,85; G2 – 8,87; G3 – 12,24; G4 – 11,85. De acordo com a análise estatística (ANOVA e Tukey) os grupos 1, 3 e 4 tiveram valores semelhantes e maiores do que o grupo 2 (p<0,001). Baseando-se nos resultados, os autores concluíram que o tratamento com hipoclorito de sódio não altera a resistência da união para o sistema de união utilizado (a base de água e álcool), tornando-o insensível à condição do substrato (úmido ou seco). No entanto, quando o colágeno é mantido, deve-se realizar a técnica da união úmida em dentina.

SABOIA et al., em 2000, avaliaram o efeito de um minuto de exposição do hipoclorito de sódio (NaOCI) a 10% seguido ao condicionamento ácido da dentina na resistência da união ao cisalhamento (RC) de 2 sistemas de união de frasco único: um a base de acetona (Prime & Bond 2.1 - PB) e um a base de etanol/água (Single Bond - SB). Além disso, foi examinada a ultraestrutura da interface compósito/dentina utilizando MEV. Foram selecionados 40 terceiros-molares, que tiveram suas raízes seccionadas a 1mm da junção cemeto-esmalte e suas coroas seccionadas no sentido mésio-distal. Os oitenta fragmentos foram embutidos em resina poliestirênica, e lixados até a obtenção de secções planas em dentina. Os

espécimes foram distribuídos aleatoriamente em 4 grupos de acordo com o tratamento realizado: G1 – o sistema de união PB foi aplicado após o condicionamento ácido de acordo com as instruções do fabricante e o compósito Z100 foi unido à superfície dentinária; G2 – foi realizado o mesmo procedimento do grupo 1, exceto que após o condicionamento a superfície dentinária foi tratada com NaOCl a 10% por 1 minuto; G3 - o sistema de união SB foi aplicado de acordo com as instruções do fabricante; G4 - foi realizado o mesmo procedimento do grupo 2, usando o sistema de união SB. Após os procedimentos restauradores os espécimes foram armazenados em água destilada a 37°C por 24h e então submetidos ao ensaio de cisalhamento (Emic) à velocidade de 0,5mm/min. Os dados foram submetidos ao teste Kruskal-Wallis e ao teste de Múltipla Comparação, indicando que um minuto de exposição da dentina condicionada ao NaOCI a 10% resultou em um aumento nos valores de resistência da união ao cisalhamento para o sistema PB. O mesmo tratamento resultou na redução da resistência da união ao cisalhamento do sistema SB. Os grupos 1 e 3 não foram estatisticamente diferentes. Através da análise de MEV observou-se que a presença do colágeno resultou na formação da camada híbrida e valores de união foram similares para ambos os sistemas. Estes resultados sugerem que a remoção do colágeno melhora a RC para estes sistemas à base de acetona, entretanto mais pesquisas devem ser realizadas com outros sistemas de união.

DI RENZO et al., em 2001, analisaram os efeitos do NaOCI na composição química da dentina cortada, bem como na dentina tratada com ácido maleico, em função do tempo. As modificações químicas foram caracterizadas pela

espectroscopia infravermelha fotoacústica transformada de Fourrier (PA-FTIRS). Foram obtidos discos de dentina de molares permanentes que foram lavados. secos e os espectros registrados. As amostras foram então imersas em solução de NaOCI a 12% por 30min, lavadas e secas sob vácuo. Este processo foi seqüencialmente repetido em intervalos de 0, 0,5, 1, 2, 6, 18, 30, e 48 horas. Uma amostra de dentina foi condicionada com ácido maleico por 2 min, lavada, seca, e o espectro foi registrado. A superfície condicionada foi então exposta ao NaOCI a 12% por 0, 10 e 30s, 1, 2, 5, e 15min. Após cada intervalo, a amostra foi lavada. seca e o espectro registrado. O espectro do hidroxiapatita sintética foi também registrado para comparação com a dentina desproteinizada com os materiais referidos. De acordo com os resultados, o efeito do NaOCI é dependente do tempo. O espectro da superfície tratada com NaOCI mostra uma lenta e heterogênea remoção da fase orgânica, deixando a hidroxiapatita sem modificações. O espectro da superfície desproteinizada lembra o da apatita sintetizada a baixa temperatura, tendo uma ampla área de superfície. A combinação do tratamento da dentina por 2min com ácido maleico e NaOCI indica que este tratamento pode produzir uma superfície que não é significativamente desmineralizada e desproteinizada, ou seja, muito próxima da dentina não tratada (natural). Este tratamento pode ser usado para remover a smear layer e restaurar a superfície da dentina à sua composição natural. Além disso, a combinação de ácido e NaOCI permite a criação de uma superfície que pode levar a uma flexibilidade maior de união química para os futuros sistemas de união.

Em 2001, GIANNINI et al. determinaram a correlação entre densidade tubular (DT) e área ocupada pela dentina sólida (ADS) e a resistência da união de um sistema de união convencional (Prime & Bond 2.1 - PB) e um autocondicionante (Clearfil Liner Bond 2V - CLB2V). As coroas de 19 terceiros molares humanos foram seccionadas transversalmente até a exposição das três regiões da dentina (superficial, média e profunda). Estes 3 grupos de superfície foram distribuídos e os sistemas de união foram aplicados de acordo com as instruções dos fabricantes. Coroas de compósito foram construídas em incrementos e então armazenadas em água destilada por 24h. Em seguida, foram seccionadas nas direções x e y até a obtenção de espécimes com 0,7 mm<sup>2</sup> de área de secção transversal, e submetidos ao ensaio de microtração à velocidade de 0,5 mm/min. Após o teste os espécimes foram lixados, condicionados com ácido fosfórico, e preparados para observação em MEV, onde foram calculadas a densidade tubular (número de túbulos /mm²) e a porcentagem da área de dentina sólida na região da fratura. A correlação entre DT, ADS e resistência da união foi calculada através da regressão linear. Os resultados indicaram que houve uma relação direta entre a ADS e a resistência da união para ambos os materiais. Em relação a DT, a resistência da união do sistema de união PB diminuiu significativamente com o aumento da DT, já o sistema CLB2V não foi afetado. Os valores de resistência do sistema convencional (PB) foram maiores do que o CLB2V na dentina superficial ou média, enquanto não houve diferença entre os sistemas dentina em profunda. Concluindo, resistência а da união compósito/dentina depende da microestrutura do substrato no local da união. Este

77

fato é mais evidente no sistema de união à base de acetona do que para o autocondicionante.

HOSOYA et al., em 2001, avaliaram a influência do Carisolv™ na união do compósito em dentina de dentes decíduos e permanentes. Foram utilizadas as superfícies vestibulares de 64 molares decíduos hígidos e de 74 pré-molares hígidos, as quais foram desgastadas e polidas para obtenção de superfícies planas do terço médio da dentina. Foram utilizados 2 combinações de sistemas de união e compósitos: Super-Bond D Liner Dual (SD)/ Clearfil Photo Anterior e Imperva Flurobond (FB)/ Lite Fil IIA. Os espécimes foram distribuídos em 10 baseados no substrato (decíduo ou permanente), método de condicionamento da dentina e sistema de união. Grupos 1-5 foram utilizadas dentina de dentes decíduos e grupos 6-10 dentina de dentes permanentes. Para os grupos 1 e 6 a dentina foi tratada com Carisolv<sup>TM</sup> por 3min e os sistema SD foi utilizado. Para os grupos 2 e 7 a dentina foi condicionada com solução 10-3 por 10s e os sistema SD foi aplicado. Para os grupos 3 e 8 a dentina foi tratada com Carisolv<sup>TM</sup> por 3 min e então condicionada com solução 10-3 por 10s e os sistema SD foi aplicado. Para os grupos 4 e 9 a dentina foi tratada com Carisolv<sup>™</sup> por 3 min e o sistema FB foi utilizado. Nos grupos 5 e 10 o sistema FB foi utilizado sem qualquer tratamento da superfície. Todos os sistemas de união e respectivos compósitos foram aplicados e manipulados de acordo com as instruções dos fabricantes. Após os procedimentos de união, os espécimes foram armazenados em ambiente úmido por 24h e então submetidos ao ensaio mecânico de cisalhamento à velocidade de 2mm/min. Os dados foram submetidos a ANOVA e

teste de Duncan. Após o ensaio mecânico as superfícies fraturadas foram observadas em MEV. A relação entre falha e resistência da união foi determinada. Os efeitos microestruturais do Carisolv<sup>TM</sup>, solução 10-3 + Carisolv<sup>TM</sup> e solução 10-3 aplicados sobre a dentina de decíduos e permanentes foram analisados em MEV. Além disso, a microestrutura da interface compósito/dentina de cada grupo foi estudada em MEV. De acordo com os resultados os autores puderam concluir que: 1- o efeito do Carisolv<sup>TM</sup> na dentina decídua foi diferente e mais pronunciado do que na dentina permanente: 2- Carisolv<sup>TM</sup> é menos efetivo do que o condicionamento na remoção da smear layer e união do compósito em dentina decídua e permanente; 3- o tratamento com Carisolv<sup>TM</sup> antes do condicionamento com solução 10-3 diminuiu significativamente a resistência da união ao cisalhamento em dentes decíduos, mas não influenciou os resultados em dentes permanentes: 4- o tratamento com Carisolv<sup>TM</sup> antes da aplicação do primer do sistema FB aumentou significativamente os valores de resistência em dentes permanentes, mas não afetou a resistência nos decíduos.

Em 2001, SINHORETI et al., compararam a utilização de diferentes métodos de carregamento (fio ortodôntico, tira de matriz e cinzel) utilizados durante o ensaio mecânico de cisalhamento na resistência da união compósito/dentina. Foram selecionados 48 dentes humanos. Os dentes foram incluídos em resina acrílica e lixados até a obtenção de uma área plana em dentina. Em seguida, a área da união foi delimitada com uma fita adesiva com 4 mm de diâmetro. O sistema de união Scotchbond Multipurpose Plus foi aplicado de acordo com as instruções do fabricante sob a área delimitada. Em seguida, o

compósito Z100 foi inserido em uma matriz de aço-inoxidável em incrementos e fotoativado por 40s cada incremento. Em seguida, as amostras foram armazenadas em água destilada a 37°C por 24h e então distribuídas em 3 grupos (n=16) de acordo com o método de carregamento empregado. Após o armazenamento, metade das amostras de cada grupo foi termociclada por 500 ciclos (5°C, 37°C e 60°C – 30s cada). As amostras foram então submetidas ao ensaio mecânico de cisalhamento à velocidade de 6 mm/min, utilizando os três métodos de carrregamento descritos para cada grupo. Os dados obtidos foram submetidos à análise estatística (teste de Tukey - p<0,05). Os resultados demonstraram que o fio ortodôntico proporcionou a obtenção dos majores valores de resistência da união, seguido pelo cinzel e a tira de matriz, que apresentou os menores valores de resistência da união. Os padrões de fratura foram observados em MEV e revelaram maior porcentagem de falhas adesivas para os grupos cisalhados com a tira de matriz, enquanto que para os demais grupos (cinzel e fio ortodôntico) as falhas predominantes foram o tipo mista ou coesiva no compósito. De acordo com o tipo de falha apresentado pelos espécimes, os autores concluíram que a tira de matriz, embora tenha apresentado os menores valores de resistência, apresentou a melhor distribuição das tensões geradas durante o ensaio mecânico de cisalhamento.

Através da hipótese de que o NaOCI não altera as propriedades mecânicas da dentina normal, mas, na dentina desmineralizada poderia remover a matriz de colágeno e alterar a morfologia e as propriedades da camada de dentina subjascente, MARSHALL Jr. et al., em 2001, avaliaram através de Microscopia de

Força Atômica (MFA) o efeito da desproteinização com solução aguosa de NaOCI na dentina desmineralizada ou não. Três terceiros molares foram selecionados e seccionados longitudinalmente. As superfícies seccionadas foram polidas e as duas metades foram novamente unidas com adesivo de cianoacrilato. Após a união dos dentes, eles foram seccionados paralelamente a superfície oclusal expondo a porção central da dentina na forma de um disco com 1,5-2mm de espessura. Cada disco tinha uma área de referência no centro, representada pelo adesivo de cianoacrilato. Uma segunda área de referência foi estabelecida cobrindo-se metade do disco com uma fita adesiva, perpendicular à faixa de cianoacrilato. Ambas as áreas, cobertas ou não, tinham a região central como referência. Os espécimes foram então condicionados com ácido cítrico a 10% por 15s, lavados e observados em MFA sob água. Duas ou três áreas foram examinadas em cada espécime. Após as imagens iniciais, os espécimes foram tratados com solução de NaOCl a 6,5% de 5s à vários minutos, por um tempo cumulativo de 1800s. No final de cada intervalo de aplicação os espécimes eram lavados e as imagens eram realizadas no MFA sob água. O mesmo disco foi examinado em cada intervalo. Pontos de referência foram tomados para permitir que a mesma área de cada espécime fosse avaliada a cada intervalo. Terminadas as imagens foram realizadas identações nos espécimes para determinação das propriedades mecânicas (dureza e módulo de elasticidade) dos espécimes em cada intervalo. Doze identações foram realizadas em cada intervalo de tempo, compreendendo a área desmineralizada ou não, e a área desmineralizada e desproteinizada. De acordo com os resultados, os autores observaram que a área não desmineralizada não foi afetada pela desproteinização. Isto sugere que o

condicionamento ácido inicial é necessário para que a desproteinização promova alterações no substrato. A desmineralização gerou aumento do diâmetro dos túbulos dentinários, através da remoção profunda da dentina peritubular e pequena alteração em profundidade da dentina intertubular, removendo minerais e deixando uma rede de fibrilas colágenas expostas. O tratamento com NaOCI promoveu uma remoção do colágeno, a qual foi maior com o tempo. Fibrilas colágenas individuais puderam ser visualizadas e comparadas durante o processo de desproteinização. Estas não demonstraram alterações visíveis durante o processo, indicando que a desproteinização não provoca alterações permanentes na conformação destas fibras. A dentina mineralizada subjascente mostrou a presença de poros na suferfície contendo numerosos canais que não seriam normalmente visualizados. Portanto, esta supefície poderia ser atrativa para os agentes de união, desde que apresenta uma área de superfície maior e um alto conteúdo mineral. Quanto à determinação das propriedade mecânicas, os autores observaram que o módulo de elasticidade e a dureza alcançaram 75% dos valores originais após a remoção do colágeno exposto. Os autores concluíram que a desproteinização do substrato promove alterações na microestrutura e nas propriedades mecânicas que podem interferir no processo de união, e em alguns casos promover boa união compósito/dentina. O conhecimento da extensão das alterações provocadas pela desproteinização da dentina desmineralizada é importante para a obtenção de um substrato melhor para união.

Em 2002a, CALDO-TEIXEIRA et al. compararam o uso de diferentes formas de carregamento utilizadas durante ensaios mecânicos de cisalhamento in

vitro da interface compósito/dentina. Foram selecionados 30 dentes bovinos, que tiveram suas superfícies vestibulares lixadas até a exposição de uma área plana em dentina. Em seguida, foram distribuídos em 3 grupos, de acordo com o método de carregamento utilizado (cinzel reto, cinzel curvo ou tira de aço). Após o preparo da superfície, a área da união foi delimitada em 3mm de diâmetro, condicionada com ácido fosfórico a 35% por 15s e então o sistema de união Scotchbond Multi-Purpose Plus e o compósito Z-100 foram aplicados de acordo com as instruções do fabricante. Em seguida, as amostras foram armazenadas em água destilada por 72h e então submetidas ao ensaio de cisalhamento à velocidade de 0,5mm/min, utilizando um dos três métodos de carregamento. Os sítios de fratura produzidos pelo ensaio mecânico foram observados em lupa estereoscópica para classificação do tipo de fratura. Os dados obtidos foram submetidos à análise estatística e revelaram que houve diferença nos valores de resistência de acordo com o método utilizado. A tira de aço exibiu os menores valores em relação aos cinzéis, os quais não apresentaram diferenças entre si. Quanto ao padrão de fratura, os espécimes cisalhados com a tira de aço e o cinzel curvo apresentaram 100% de falhas adesivas, enquanto o grupo com cinzel reto apresentou falhas adesivas e mistas. Concluindo, o método de carregamento com tira de aço apresentou maior uniformidade na distribuição das tensões durante os esforços de cisalhamento e menor coeficiente de variação, embora tenha apresentado os menores valores de resistência da união, acredita-se ser o mais indicado para avaliar a ação biomecânica do sistema de união.

CALDO-TEIXEIRA et al., 2002b, avaliaram a influência do tempo de condicionamento ácido e de dois sistemas de união na espessura da camada híbrida formada em dentes decíduos. Foram selecionados 15 molares decíduos hígidos, distribuídos de acordo com o tempo de condicionamento ácido (7, 15 e 20s) e subdivididos de acordo com o sistema de união utilizado (Scotchbond Multi Purpose Plus e Prime & Bond 2.1). Os dentes foram lixados, na superfície oclusal até a obtenção de uma área plana em dentina. Após a realização do procedimento de união, de acordo com as instruções dos fabricantes (exceto pelos tempos de condicionamento ácido), a superfície dentinária foi restaurada com o compósito Z-100. Terminado o procedimento restaurador, as amostras foram seccionadas longitudinalmente pelo centro da restauração, e em seguida processadas para avaliação em MEV. A avaliação em MEV foi realizada a partir da obtenção de 3 medidas em micrometros da camada híbrida, para cada amostra, resultando em 15 mensurações por grupo. Os dados foram submetidos à análise estatística (ANOVA e Tukey). De acordo com os resultados obtidos, pôde-se observar que não houve diferença estatística significativa na espessura da camada híbrida utilizando-se os tempos de condicionamento ácido de 15 ou 20s, enquanto que para o tempo de 7s a espessura da camada híbrida foi menor, diferindo estatisticamente dos demais tempos de condicionamento. Além disso, não se observou diferença estatística significativa entre os sistemas de união utilizados. De acordo com os resultados, os autores concluíram que quanto maior o tempo de condicionamento ácido mais espessa é a camada híbrida formada em dentes decíduos, independente do sistema de união utilizado no estudo, sugerindo que os dentes decíduos são mais reativos ao condicionamento ácido comparado aos

permanentes, uma vez que houve a formação de uma camada híbrida uniforme com o condicionamento ácido da dentina por apenas 7s.

CALDO-TEIXEIRA et al., em 2002c, avaliaram o efeito do tempo de condicionamento ácido na resistência da união compósito/dentina de dentes decíduos ao cisalhamento, de dois sistemas de união (Scotchbond Multi Purpose Plus - SBMP e Prime & Bond 2.1 – PB). Foram selecionados 48 molares decíduos hígidos extraídos de crianças de 4 a 9 anos. Os dentes foram seccionados ao meio, pelo sulco central, embutidos em resina epóxica, com a superfície vestibular, lingual ou palatina externamente. Em seguida, as amostras foram lixadas em politriz horizontal até a obtenção de uma área plana em dentina. As amostras foram aleatoriamente distribuídas em 2 grupos de acordo com o sistema de união utilizado e subdivididas em 3 grupos de acordo com o tempo de condicionamento ácido (7, 15 e 20s), sendo: G1 – 7s e aplicação do SBMP; G2 – 15s e aplicação do SBMP; G3 – 20s e aplicação do SBMP; G4 – 7s e aplicação do PB; G5 – 15s e aplicação do PB; G6 – 20s e aplicação do PB. Então, uma matriz de teflon foi adaptada na superfície dentinária e preenchida em incrementos com o compósito Z-100 que foi fotoativado por 40s cada incremento. Terminado o procedimento de união as amostras foram armazenadas em água destilada a 37°C por 72h e então submetidas ao ensaio mecânico de cisalhamento (Instron) à velocidade de 0,5mm/min. Os dados obtidos foram submetidos à análise estatística (ANOVA e Tukey) e revelaram que o tempo de condicionamento de 7s apresentou os maiores valores de resistência da união (p<0,05), independente do sistema de união utilizado. Os autores concluíram que quanto maior o tempo de condicionamento ácido menor a resistência da união em dentes decíduos, e que o tempo de condicionamento ácido de 7s pode ser efetivo para obtenção de uma união efetiva em dentes decíduos, independente do sistema de união utilizado neste estudo.

GIBILINI et al., em 2002, avaliaram a microestrutura dentinária de dentes decíduos em MEV. Foram selecionados 3 molares decíduos hígidos extraídos. Os dentes foram seccionados na junção cemento-esmalte e as raízes foram descartadas. As coroas foram seccionadas longitudinalmente no sentido mésiodistal, resultando em 2 amostras para cada dente. As amostras foram lixadas até a obtenção de uma área plana em dentina. A seguir, as superfícies foram condicionadas com ácido fosfórico a 35% por 15s e lavadas por 15s. Então as amostras foram processadas para avaliação em MEV. As avaliações foram realizadas através da obtenção de 3 fotomicrografias de cada terço (G1 – oclusal; G2 – médio; G3 – cervical), para cada amostra, resultando em 15 imagens por grupo. Os dados foram analisados de acordo com: densidade e diâmetro tubular, e dentina intertubular, e submetidos à análise estatística. Observaram-se os seguintes valores para as variáveis: 1- diâmetro tubular (G1 - 2,51µm; G2 -2,41µm; G3 – 2,44µm); 2 – densidade tubular (G1 – 8,84; G2 – 9,30; G3 – 9,76 mil túbulos/mm<sup>2</sup>); 3 – dentina intertubular (G1 – 91,88; G2 – 91,42; G3 –90,95 mm<sup>2</sup>). De acordo com os resultados obtidos, para os fatores em estudo, não houve diferença estatística significativa entre os grupos 1, 2 e 3 (p>0,05). Baseado nos resultados os autores concluíram que a dentina de dentes decíduos apresentou-se com distribuição uniforme de túbulos dentinários, com diâmetros similares e área

de dentina intertubular constante nos diferentes terços estudados (oclusal, médio e cervical).

MUNKSGAARD, em 2002, avaliou a efetividade da técnica de vários sistemas de união através da mensuração e comparação da resistência da união entre compósito/dentina mediante a aplicação dos sistemas de união em dentina condicionada úmida ou seca, e dentina condicionada e desproteinizada úmida ou seca. Molares humanos foram selecionados e distribuídos em 4 X 8 grupos (n=6), de acordo com o tratamento da superfície e sistema de união utilizado (Clearfil Liner Bond 2V (CL), Excite (EX), Optibond FL (OF), Optibond Solo Plus (OS), PQ-1 (PQ), Pirme & Bond NT (PB), Scotchbond 1 (SB) e um sistema experimental A01 (A0)), respectivamente. As superfícies dos molares foram lixadas até a obtenção de uma área plana em dentina, e foram tratadas da seguinte maneira: A) condicionada com ácido fosfórico a 35% por 20s, lavada e seca por 1s com papel absorvente (= úmida); B) igual A, mas seca com ar por 10s (=seca); C) igual A, exceto pela aplicação do NaOCl a 0,5% por 1h, lavada e seca com papel por 1s (=úmida); D) igual C, mas seca com ar por 10s (=seca). Em seguida, todos os sistemas de união foram aplicados de acordo com as instruções dos fabricantes e um compósito experimental foi inserido em uma matriz de teflon adaptada à superficie da amostra e fotoativado por 40s cada incremento. Os espécimes foram armazenados em água destilada a 37°C por 1-3 dias e então submetidos ao ensaio mecânico de cisalhamento (Instron) à velocidade de 1mm/min. Os dados foram submetidos à análise estatística e revelaram que a remoção do colágeno aumentou significativamente a resistência da união para 5 sistemas de união

quando aplicados ao substrato seco (D versus A – EX, OF, PQ, PB e SB). Quando aplicados ao substrato úmido, a remoção do colágeno aumentou a resistência de apenas 3 sistemas de união (C versus A – EX, OF e A0). Houve uma redução nos valores de resistência para 3 sistemas de união nos espécimes condicionados e secos em relação aos úmidos ( B versus A - PQ, PB e SB). Para um sistema de união não houve diferença entre todos os tratamentos (CL). Os autores concluíram que os sistemas de união capazes de molhar, penetrar e unir-se à rede de fibrilas condicionamento colágenas expostas pelo à dentina subjacente. independentemente das condições do substrato, seriam menos suceptíveis às falhas na técnica de aplicação. Os maiores valores de resistência obtidos por cada sistema de união utilizado dependeriam das condições do substrato (úmido ou seco, condicionado ou condicionado e desproteinizado).

88

# 3 - PROPOSIÇÃO

O propósito deste trabalho foi avaliar *in vitro* sistemas de união aplicados à dentina de dentes decíduos, submetida ou não ao tratamento com hipoclorito de sódio, através da:

- avaliação da resistência da união compósito/dentina ao cisalhamento;
- análise do aspecto morfológico da região da fratura na superfície da dentina
   em Microscópio Estereoscópico e Eletrônico de Varredura;
- análise do aspecto morfológico da união compósito/dentina em Microscópio
   Eletrônico de Varredura.

## 4 - MATERIAIS E MÉTODOS

#### 4.1 - Materiais

Para realização deste estudo foram selecionados um compósito odontológico e três sistemas de união (FIG. 1). As marcas comerciais, composições, fabricantes e lotes estão descritas nas TAB. 1 e QUADRO 1.

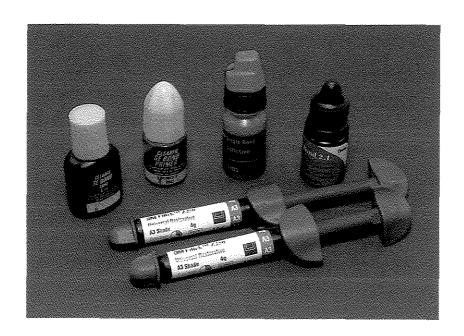


FIGURA 1 – Materiais utilizados no estudo: sistemas de união (Clearfil SE Bond, Single Bond e Prime & Bond 2.1) e compósito odontológico (Filtek Z250).

Além dos sistemas de união e do compósito odontológico, foi utilizada neste estudo solução aquosa de hipoclorito de sódio a 10%<sup>Φ</sup>. (FIG.2)

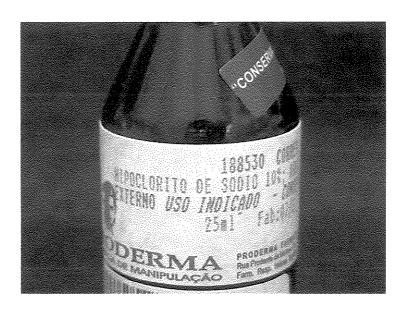


FIGURA 2 - Solução de hipoclorito de sódio a 10%<sup>©</sup> utilizada para desproteinização substrato dental (fórmula manipulada).

TABELA 1 - Descrição do compósito restaurador utilizado neste estudo.

Compósito	Composição <sup>*</sup>	Fabricante	
Filtek Z250 (A3)	Bis-GMA <sup>1</sup> ; Bis-EMA <sup>2</sup> ; UDMA <sup>3</sup> ; Carga inorgânica – Zircônia/Sílica (60% em volume).	3M Dental Products, St. Paul, MN Lote: 1370A3	

<sup>\*</sup> Informação obtida do fabricante

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup> Bisfenol-Glicidil-dimetacrilato <sup>2</sup> Bisfenol-polietileno-diéter-dimetacrilato

<sup>&</sup>lt;sup>3</sup> Uretano dimetacrilato

QUADRO 1 – Descrição dos sistemas de união utilizados neste estudo\*.

Sistema de união	Agente condicionador	Primer	Agente de união	Fabricante
Single Bond "frasco único"	Ácido fosfórico a 35%	HEMA <sup>1</sup> ; Bis-GMA <sup>2</sup> ; dimetacrilatos; metacrilatos; copolímeros do ácido poliacrílico e poli-itacônico; etanol; água e fotoiniciadores		3M Dental Products, St. Paul, MN 55144, USA Lote: 1105/7BB
Prime & Bond 2.1 "frasco único"	Ácido fosfórico a 37%	PENTA <sup>3</sup> ; Resinas elastoméricas R5-62-1; BPDM Hidroxitolueno butilado; 4-etil dimetil aminobenzoato; Hidrofluoreto de Cetilamina; acetona, fotoiniciadores e estabilizantes		Dentsply Indústria e Comércio Ltda. Petrópolis – RJ Brasil Lote: 64030
Clearfil SE Bond "autocondicionante"	MDP <sup>4</sup> ; HEMA <sup>1</sup> ; Dimetacrilato hidrófilo, Canforoquinona; Água; N, N Dietanol p- toluidina.		MDP <sup>4</sup> ; HEMA <sup>1</sup> ; Bis- GMA <sup>2</sup> : Dimetacrilato hidrófobo, N, N Dietanol p-toluidina; Canforoquinona; Sílica coloidal silanizada	Kuraray America Inc. – New York, NY 10166, USA Lote: 51207 #1975-KA

<sup>\*</sup> Informações obtidas dos fabricantes

#### 4.2 - Métodos

### I – ENSAIO DA RESISTÊNCIA DA UNIÃO AO CISALHAMENTO

### 4.2.1 - Delineamento experimental

Através de secções dentais (cortes mésio-distal) obtidas de 45 molares decíduos hígidos e extraídos por razões clínicas, de crianças na faixa etária de 4 a 9 anos, foram confeccionadas 90 unidades experimentais em dentina, nas quais

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup> 2-hidroxi-etil-metacrilato

<sup>&</sup>lt;sup>2</sup> Bisfenol-Glicidil-dimetacrilato

Monofosfato de dipentaeritritol pentacrilato
 10- metacriloxidecil di-hidrogênio fosfato

os fatores em estudo foram o tratamento da superfície dentinária com hipoclorito de sódio (NaOCI) e diferentes sistemas de união (Single Bond – SB; Prime & Bond 2.1 – PB e Clearfil SE Bond – CSEB) na resistência da união ao cisalhamento.

Todos os dentes utilizados neste estudo foram doados por crianças em atendimento na Clínica Odontológica Infantil da FOP/UNICAMP, após autorização dos responsáveis através do consentimento livre esclarecido, aprovado pelo Comitê de Ética em Pesquisa da FOP/UNICAMP (protocolo nº 036/2001 - ANEXO 1).

#### 4.2.2 - Seleção e Preparo das amostras

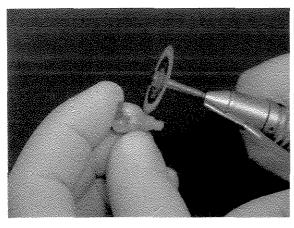
Foram selecionados 45 molares decíduos hígidos, dos quais foram confeccionadas 90 unidades experimentais, cujos fatores de estudo foram sistemas de união e tratamento da dentina com hipoclorito de sódio (como descritos no item 4.2.1).

Após as exodontias, os dentes foram limpos com pasta de pedra-pomes e água, armazenados em solução de Cloramina T a 0,5%\* e congelados, até a época do processamento.

Após a seleção dos dentes, as raízes foram seccionadas na junção cemento-esmalte (FIG. 3 e 4), com discos diamantados de dupla face $^{\Psi}$ , em baixa rotação, sob refrigeração água/ar, sendo descartadas após o corte.

<sup>\*</sup> Riedel-DE Haen AG, D-30926, Seelze - Germany (#8528 KTMG).

Y KG Sorensen Ind. e Com. Ltda, Barueri – 06454-920- São Paulo – Brasil.



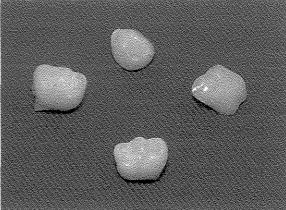


FIGURA 3 – Secção da raiz na junção cemento-esmalte.

FIGURA 4 - Coroas do dentes, selecionados para o estudo, após remoção das raízes.

Em seguida, as coroas foram fixadas com cera pegajosa $^{*}$ , a uma superfície metálica $^{\phi}$  e cortadas no sentido mésio-distal, através do sulco central em máquina ISOMET  $1000^{\Omega}$  (FIG. 5) obtendo-se duas amostras de cada dente (FIG. 6).

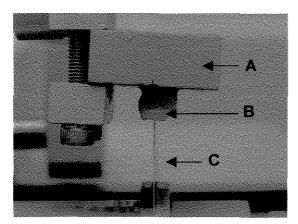


FIGURA 5 - Corte da coroa no sentido mésio-distal, sendo A (suporte metálico); B (amostra) e C (disco diamantado).

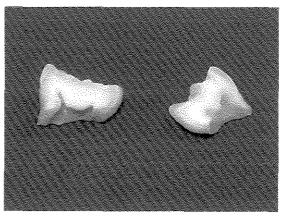


FIGURA 6 – Secções dentais obtidas após corte no sentido mésio-distal da coroa.

sds Kerr Sybron Dental Manufacturing Specialites, CA 92867 – USA.

Acessório da cortadeira metalográfica ISOMET 1000 - Buehler UK Ltd, Lake Bluff, IL 60044 – USA.

 $<sup>^{\</sup>Omega}$  Buehler UK LTD, Lake Bluff, IL 60044 - USA

As amostras foram incluídas com resina de poliestireno<sup>¥</sup>, em cilíndros plásticos (P.V.C.<sup>\*</sup>), com 20 mm de diâmetro externo por 20 mm de altura, com a face vestibular, palatina ou lingual voltada para cima e projetada 2,0 mm além da borda do tubo.

Em seguida, com o auxílio de uma politriz horizontal (Minimet  $1000^{\Omega}$ ) e lixas de carbureto de silício\* (granulação número 240 a 600), a superfície do esmalte dental foi desgastada, sob refrigeração, usando como base um suporte metálico, com leve pressão, até conseguir-se uma área plana de 3mm de diâmetro na superfície dentinária em todas as amostras (FIG. 7).

Após o desgaste, a superfície foi examinada com Microscópio Estereoscópico<sup>ξ</sup> com 25 vezes de aumento, para verificar se todo o esmalte foi removido da superfície.

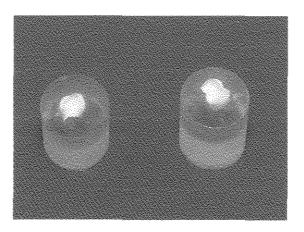


FIGURA 7 – Amostras incluídas com resina de poliestireno e planificadas em politriz horizontal.

<sup>¥</sup> Piraglass Comércio e Indústria de Artigos Ornamentais Ltda 13424-545 - Piracicaba - São Paulo - Brasil

Tigre SA – Tubos e Conexões, Joenville – SC – Brasil 89203-900.

<sup>&</sup>lt;sup>Ω</sup> Buehler UK LTD, Lake Bluff, IL 60044 – USA

<sup>\*</sup> Carbimet Disc Set, #305178180, Buehler UK Ltd, Lake Bluff, IL 60044 - USA.

XLT30, Nova Optical Systems, Novo Tempo Co. e Participações LTDA, Piracicaba, 13414-000 - São Paulo - Brasil.

#### 4.2.3 - Confecção dos corpos-de-prova

Após o preparo da superfície dental, uma fita adesiva circular (Contact®) com um orifício central de 3 mm de diâmetro foi aderida sobre a superfície da dentina, com a finalidade de delimitar a área onde seria efetuada a união dentina-agente de união. (FIG. 8)

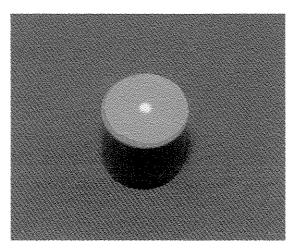


FIGURA 8 – Amostra com fita adesiva (Contact®) para delimitação da área de união (3mm).

Após a delimitação da área de união, as amostras foram distribuídas aleatoriamente em 6 grupos de acordo com o sistema de união utilizado e o tratamento realizado na dentina (aplicação do hipoclorito de sódio <sup>©</sup>). Cada grupo foi constituído por 15 amostras, que foram submetidas aos mesmos procedimentos, até a avaliação da resistência da união, de acordo com a TAB. 2.

Proderma farmácia de manipulação Ltda, Piracicaba – 13416-580 – São Paulo – Brasil.

TABELA 2 – Distribuição das amostras entre os grupos.

Tratamento da	Sistemas de União			
superfície dentinária	Single Bond (3M)	Prime & Bond 2.1 (Dentsply)	Clearfil SE Bond (Kuraray)	
Nenhum	G1	G3	G5	
NaOCI*	G2	G4	G6	

<sup>\*</sup> solução aquosa de hipoclorito de sódio a 10%

Após a distribuição em grupos, seguiu-se o seguinte protocolo para os procedimentos de união, realizados sobre a área delimitada nas amostras:

#### Procedimentos de união

- Protocolo para os grupos 1 e 2 (Single Bond SB)
- 1 Condicionamento com ácido fosfórico a 35% por 15 s;
- 2 Enxágüe com água destilada em pisseta, por 10s;
- 3 Remoção do excesso de água com papel absorvente mantendo a superfície úmida (aspecto brilhante);
- 4 Aplicação do sistema de união Single Bond ("frasco único"), duas camadas consecutivas;
- 5 Remoção dos excessos com papel absorvente por 2-5s;
- 6 Fotoativação com aparelho Elipar Tri-Light, por 10s;

### Protocolo para os grupos 3 e 4 (Prime & Bond 2.1 - PB)

- 1 Condicionamento com ácido fosfórico a 37% por 15s;
- 2 Enxágüe com água destilada em pisseta por 15s e remoção do excesso com papel absorvente mantendo a superfície úmida (aspecto brilhante);
- 3 Aplicação do sistema de união por 30s;
- 4 Remoção dos excessos com papel absorvente;
- 5 Fotoativação com aparelho Elipar Tri-Light por 10s;
- 6 Aplicação de uma segunda camada do sistema de união;
- 7 Remoção dos excessos com papel absorvente por 5s;
- 8 Fotoativação com aparelho Tri-Light por 10s.

### Protocolo para os grupos 5 e 6 (Clearfil SE Bond - CSEB)

- 1 Aplicação do primer, com auxílio de pincel, na superfície por 20s;
- 2 Remoção dos excessos com papel absorvente;
- 3 Aplicação do agente de união e remoção dos excessos com papel absorvente deixando a superfície brilhante;
- 4 Fotoativação com aparelho Elipar Tri-Light por 10s.

As amostras dos grupos 2 e 4 foram submetidas à aplicação de NaOCI a  $10\%^{\Phi}$  por 60 segundos (FIG. 9) após o condicionamento ácido e lavagem da dentina, lavadas por 30s com água destilada, secas com papel absorvente, e a seguir submetidas à mesma seqüência de procedimentos dos grupos 1 e 3, respectivamente. Já as amostras do grupo 6 foram desproteinizadas com NaOCI

99

Proderma farmácia de manipulação Ltda, Piracicaba – 13416-580 – São Paulo – Brasil.

a 10%<sup>Φ</sup> por 60 segundos, lavadas por 30s e secas com papel absorvente, previamente ao procedimento de união, tendo em vista que se trata de um sistema de união "autocondicionante", e em seguida submetidas ao mesmo procedimento do grupo 5.

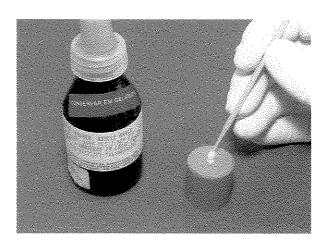


FIGURA 9 – Aplicação da solução de NaOCl a 10%<sup>4</sup>.

Após a fotoativação do adesivo, uma matriz bipartida confeccionada em silicona polimerizada por adição (Express – 3M) com perfuração central de 3mm de diâmetro e 5mm de altura foi adaptada a um posicionador metálico (FIG. 10), para padronizar a inserção do compósito odontológico Filtek Z-250 na cor A3 sobre a área delimitada das amostras.

O compósito foi inserido em incrementos de 2 mm no interior da matriz de silicona, através de uma espátula<sup>c</sup> (FIG. 11) e fotoativado com luz halógena, por 20 segundos, após cada inserção, emitida pelo aparelho fotoativador Elipar Tri-Light<sup>A</sup> (FIG. 12) – cuja intensidade de luz foi aferida antes do início do procedimento restaurador, em 470mW/cm<sup>2</sup>, e verificada a cada 8 fotoativações.

Proderma farmácia de manipulação Ltda, Piracicaba – 13416-580 – São Paulo – Brasil.

<sup>&</sup>lt;sup>¢</sup> 3M Dental Products, St. Paul, MN 55144, USA

<sup>&</sup>lt;sup>5</sup> Thompson – Dental MFG, CC USA #1

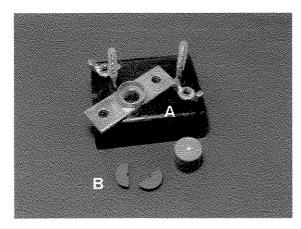


FIGURA 10 – Dispositivo metálico (A) e matriz de silicona (B) para confecção do corpo-deprova.

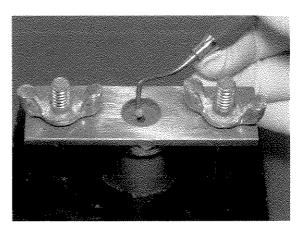
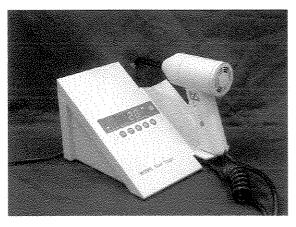


FIGURA 11 – Confecção do cilindro de compósito para o ensaio de cisalhamento.



**FIGURA 12** - Aparelho fotoativador Elipar Tri-Light<sup>\(\lambda\)</sup>

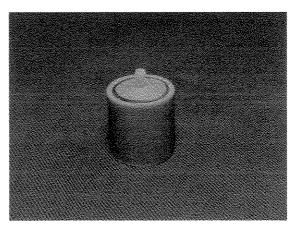


FIGURA 13 – Corpo-de-prova preparado para ensaio mecânico de cisalhamento.

Então, o conjunto foi retirado do adaptador e a matriz separada cuidadosamente com o auxílio de um bisturi<sup>φ</sup> com a finalidade de não induzir tensões na área da união durante sua remoção, obtendo-se os corpos-de-prova (5mm de altura x 3mm de diâmetro). (FIG. 13)

<sup>&</sup>lt;sup>^</sup> ESPE – America Co., Seefeld 82229, Germany

<sup>&</sup>lt;sup>φ</sup> Duflex – SSWhite Group, Gloucester, GLI5SG - UK

Em seguida, os corpos-de-prova foram armazenados em água destilada a 37°C em estufa Heraeus\* (Alemanha), durante 24 horas, sendo então, submetidos ao ensaio de resistência da união ao cisalhamento.

### 4.2.4 - Ensaio da resistência da união ao cisalhamento

Para a realização do ensaio de cisalhamento, um corpo-de-prova de cada grupo foi sorteado, em seqüência, e então submetido ao teste.

Os corpos-de-prova foram submetidos ao ensaio de cisalhamento em uma Máquina de Ensaio Universal (Instron<sup>IO</sup> – modelo 4411) à velocidade de 0,5 mm/min. Para isso, o corpo-de-prova foi alojado horizontalmente em uma luva metálica, com 20,5 mm de diâmetro interno por 20 mm de altura, fixada ao mordente superior da Máquina de Ensaio Universal. No mordente inferior foram fixadas as extremidades de uma tira metálica de aço inoxidável com 5 mm de largura por 10cm de comprimento, formando uma alça que envolveu a face superior do cilindro confeccionado em compósito (Filtek Z250), aderido à superfície da dentina, para a realização do esforço de cisalhamento (SINHORETI et al., 2001; CALDO-TEIXEIRA et al., 2002a). (FIG. 14).

102

<sup>&</sup>lt;sup>KO</sup> Modelo 4411 - Canton, MA 02021-1089 - USA

<sup>\*</sup> Hanau, D-63450, Germany

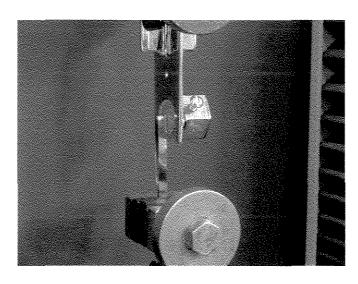


FIGURA 14 – Corpo-de-prova posicionado na máquina de ensaio universal (modelo Instron 4411).

Os valores obtidos após a ruptura dos corpos-de-prova (em quilograma força – kgf – ANEXO 2), foram anotados para posterior cálculo da resistência da união em Mega Pascal (MPa), de acordo com a seguinte fórmula matemática:

$$R = \frac{Forca (kgf)}{Area (cm^2)} \div 9.8$$

#### sendo:

- √ área do corpo-de-prova em mm² dividido por 100 = Área em cm²
- √ valor da resistência em kgf dividido por cm² = valor em kgf/cm²
- √ o valor obtido em kgf/cm² dividido por 9,8 = valor da resistência em MPa.

#### 4.2.5 - Delineamento Estatístico

Os dados obtidos no ensaio da resistência da união ao cisalhamento (ANEXO 2) foram submetidos ao tratamento estatístico em um delineamento inteiramente casualizado em esquema fatorial 3 x 2. A Análise de Variância dos

103

dados originais (ANEXO 3) apresentaram heterogeneidade de variância e na escala da variável, indicando a necessidade da transformação matemática dos dados originais, através da aplicação do logaritmo.

Procedeu-se então a Análise da variância e aplicou-se o teste de Tukey, considerando-se  $\alpha$  = 0,05 como nível de significância.

## II – ANÁLISE DO PADRÃO DE FRATURA

Os padrões de fratura produzidos pelo ensaio de cisalhamento foram observados inicialmente em Microscópio Estereoscópico<sup>§</sup>, com aumento de 25X, para classificação do tipo de fratura (adesiva, coesiva em dentina, coesiva em compósito ou mista – ANEXO 2).

Utilizou-se a estatística descritiva (percentuais) para os resultados da análise dos padrões de fratura.

Em seguida foram selecionadas 3 amostras características do padrão de fratura encontrado em cada grupo para avaliação em Microscópio Eletrônico de Varredura $^{\psi}$  (MEV).

Para análise em MEV realizou-se a desidratação por imersão em etanol<sup>β</sup> com concentrações crescentes, por tempo determinado (etanol a 25% por 20 min; etanol a 50% por 20 min; etanol a 75% por 20 min; etanol a 95% por 30 min; etanol a 100% por 60 min).

<sup>&</sup>lt;sup>‡</sup> XLT30, Nova Optical Systems, Novo Tempo Co. e Participações LTDA, Piracicaba, 13414-000 – São Paulo – Brasil.

<sup>&</sup>lt;sup>Ψ</sup> JSM – 5600 – JEOL USA, Inc., Peabody, MA 01960 - USA

<sup>&</sup>lt;sup>β</sup> F. Maia Ind e Co. Ltda, São Paulo – SP – 01528-000 - Brasil

Os corpos-de-prova desidratados foram imersos em solução de Hexametildisilazane³ (HMDS), por 10 min a temperatura ambiente (PERDIGÃO *et al.*, 1996). Em seguida, descartou-se a solução de HMDS e as superfícies foram colocadas sobre papel filtro<sup>φ</sup>, cobertos por Becker<sup>∞</sup>, para que houvesse a eliminação de excesso desta substância (HMDS), por 24h, dentro de uma capela com aspiração ligada.

Após o processo de secagem, os corpos-de-prova foram fixados sobre stubs de latão\*, com auxílio de fita de carbono<sup>δ</sup> e então cobertos com ouro pelo processo de metalização<sup>ℵ</sup>, a 52mA por 186s.

Os corpos-de-prova preparados foram observados em  $MEV^{\Psi}$ , regulado para 15kV, com distância de trabalho (Work Distance = WD) de 36 mm, spotsize de 25, e aumento de 30X e 1000X.

## III - ANÁLISE DA UNIÃO COMPÓSITO/DENTINA

Através de 9 molares decíduos hígidos e recém-extraídos, de crianças na faixa etária de 4 a 9 anos, foram confeccionadas 18 unidades experimentais em dentina, em que o fator em estudo foi o tratamento da superfície dentinária (com hipoclorito de sódio) e diferentes sistemas de união na morfologia da união compósito/dentina.

Electron Microscopy Sciences, Washington 19034 – USA

Melita do Brasil Ind. eComércio Ltda – Avaré – São Paulo – 18702-000 – Brasil

Laborglass Ind. e Co. de materiais para laboratórios Ltda, São Paulo - SP - 03054-020 -Brasil

Procind Mecânica e Instalações Industriais Ltda, Piracicaba – São Paulo, 13424-550 – Brasil.

<sup>\* #77816,</sup> Electron Microscopy Sciences, Washington 19034 – USA.

<sup>&</sup>lt;sup>10</sup> Balzers - SCD 050 sputter coater, Balzers Union Aktiengesellschaft, Fürstentum Liechtenstein, FL-9496 - Germany.

JSM – 5600 – JEOL USA, Inc., Peabody, MA 01960 - USA

Após as exodontias, os dentes foram limpos com pasta pedra-pomes e água, armazenados em solução tamponada de Glutaraldeído a 2,5% com tampão de cacodilato de sódio 0,1M em pH 7,4, por 4h, em seguida foram lavados e armazenados em tampão de cacodilato de sódio a 0,2M em pH 7,4 até a época do processamento.

Em seguida, as amostras foram lixadas, com auxílio de lixas de carbureto de silício\* (granulação 240 a 600), na superfície vestibular, lingual ou palatina para a obtenção de uma superfície plana, livre de esmalte, em dentina (FIG. 15)

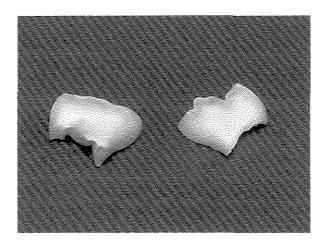


FIGURA 15 – Amostras com a superfície dentinária planificada.

Após a obtenção de uma superfície plana em dentina, os procedimentos de união foram realizados de acordo com o protocolo descrito para o ensaio da resistência da união ao cisalhamento. (páginas 98 e 99)

Em seguida, as superfícies foram restauradas com o compósito Filtek Z250 cor A3 (FIG. 16), em incrementos de 2 mm, fotoativando por 20 segundos, cada

<sup>#117</sup>H0054, Sigma Chemical Co., St. Louis, MO 63178, USA.

<sup>\*</sup> Carbimet Disc Set, #305178180, Buehler UK Ltd, Lake Bluff, IL 60044 - USA.

incremento, com o aparelho de luz Elipar Tri-Light<sup>λ</sup> – cuja intensidade de luz foi aferida antes do procedimento restaurador iniciado, em 470mW/cm<sup>2</sup>, e verificada a cada 8 fotoativações.

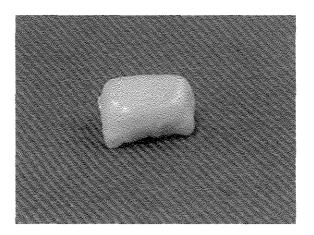


FIGURA 16 – Amostra restaurada após a realização dos procedimentos de união

Terminado o procedimento restaurador, as amostras foram fixadas à cortadeira metalográfica (ISOMET  $1000^{\Psi}$ ; FIG. 17) e seccionadas longitudinalmente, pelo centro da restauração, obtendo-se 2 superfícies para análise de cada amostra, num total de 36 superfícies (n=6) (FIG. 18)

Sendo assim, cada grupo experimental foi constituído de 6 superfícies dentinárias para análise em Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV°).

<sup>&</sup>lt;sup>^</sup> ESPE – America Co., Seefeld, 82229, Germany

Ψ Buehler UK LTD, Lake Bluff, IL 60044 – USA.

Microscópio Eletrônico de Varredura de pressão variável LEO VP 435.

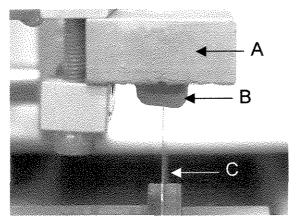


FIGURA 17 – Corte da restauração no sentido mésio-distal, sendo A (suporte metálico); B (amostra) e C (disco adiamantado)

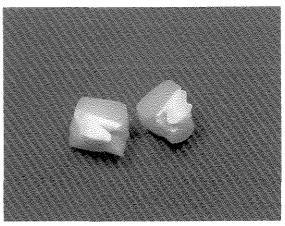


FIGURA 18 - Superfícies dentais obtidas após o corte longitudinal pelo centro da restauração.

Após a obtenção das superfícies, fez-se o polimento, sob constante irrigação com água destilada e lixas de carbureto de silício de granulações  $400^{\chi}$  a  $1200^{\beta}$ .

A cada troca de lixa, ou seja, alteração na granulação, as superfícies foram acondicionadas em *eppendorfs*<sup>®</sup> com água destilada, e colocadas em ultra-som com água destilada (USC1400<sup>δ</sup>), por um período de 30 min. Terminado o desgaste com as lixas, fez-se uso de panos auto-adesivos para polimento metalográfico<sup>\*</sup> e pastas polidoras<sup>®</sup> de granulações 1 e 0,5 μm, sendo as amostras novamente colocadas em ultra-som (USC1400<sup>δ</sup>), por 30 min, no intervalo entre a troca das pastas.

 $<sup>^\</sup>chi$  Carbimet Disc Set, #305178180, Buehler UK LTD, Lake Bluff, IL 60044, USA.

 $<sup>^{\</sup>beta}$  Microcut disc PSA, #30-5170-012-100, Buehler UK LTD, Lake Bluff, IL 60044, USA

<sup>&</sup>lt;sup>ω</sup> Multi-vials, #72659, Electron Microscopy Sciences, Washington 19034 – USA.

Unique Ind. e Co. de Produtos Eletrônicos Ltda, São Paulo - S.P. - 04790-111 - Brasil.

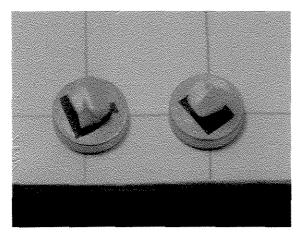
<sup>\*</sup> Microcloth Polishing Cloth, #40-7212, Buehler UK LTD, Lake Bluff, IL 60044, USA.

<sup>&</sup>lt;sup>φ</sup> Buehler UK LTD, Lake Bluff, IL 60044, USA.

Terminado o procedimento de limpeza das superfícies através de ultra-som, realizou-se a desmineralização e desproteinização. Sendo a desmineralização realizada com ácido fosfórico a 50% por 3s e a desproteinização com hipoclorito de sódio a 10% por 5 min. Entre as etapas de desmineralização e desproteinização, as superfícies foram colocadas novamente em ultra-som (USC  $1400^{\circ}$ ) por 30 min.

Em seguida, realizou-se a desidratação das amostras como descrito para a análise do padrão de fratura (item II – Análise do padrão de fratura).

Após o processo de secagem, as superfícies foram fixadas sobre *stubs* de latão<sup>∞</sup>, com auxílio de fita de carbono<sup>ψ</sup> (FIG. 19), e então, cobertas com ouro (FIG. 20) pelo processo de metalização<sup>9</sup>, a 52mA por 186 s.



**FIGURA 19** – Superfície fixada ao *stub*.

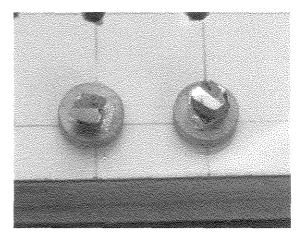


FIGURA 20 – Superfície dental metalizada.

Proderma Farmácia de Manipulação Ltda, Piracicaba. – 13416-580 – São Paulo – Brasil.

Unique Ind. e Co. de Produtos Eletrônicos Ltda, São Paulo - S.P. - 04790-111 - Brasil.

<sup>&</sup>lt;sup>∞</sup> Procind Mecânica e Instalações Industriais Ltda, Piracicaba – São Paulo, 13424-550 – Brasil.

Ψ #77816, Electron Microscopy Sciences, Washington 19034 – USA.

<sup>&</sup>lt;sup>9</sup> Balzers - SCD 050 sputter coater, Balzers Union Aktiengesellschaft, Fürstentum Liechtenstein, FL-9496 - Germany.

As amostras preparadas foram observadas em MEV<sup>®</sup>, regulado para 20kV, com distância de trabalho (Work Distance = WD) de 24 mm, spotsize de 25, e aumento 2000X.

A avaliação qualitativa da união compósito/dentina foi realizada através de um escore, previamente delineado (QUADRO 2) baseado na formação de camada híbrida e prolongamentos resinosos. Os escores obtidos através da análise das fotomicrografias estão contidos no ANEXO 4.

QUADRO 2 – Escores utilizados para avaliação qualitativa da união compósito/dentina.

11	4	Prolongamentos	
Escores	Camada híbrida	resinosos	
0	Ausência	Ausência	
1	Ausência	Presença	
2	Presença	Ausência	
3	Presença	Presença	

m Microscópio Eletrônico de Varredura de pressão variável LEO VP 435

### 5 - RESULTADOS

#### 5.1 - Ensaio da resistência ao cisalhamento

A Análise de Variância (ANOVA) e os respectivos testes de hipóteses estão apresentados na TAB. 3.

TABELA 3 - Análise de Variância para o ensaio de resistência da união ao cisalhamento de sistemas de união aplicados à dentina com ou sem tratamento com NaOCI.

Causa de variação	GL	SQ	QM	F	Valor-p
Material	2	2,06193790	1,03096895	6,21	0,0031 **
NaOCI	1	0,34675604	0,34675604	2,09	0,1523 ns
Material* NaOCI	2	0,07000325	0,03500163	0,21	0,8105 ns
Residuo	84	13,95546226	0,16613646		
Total Corrigido	89	16,43415946			<u>.                                    </u>

<sup>\*\*</sup> significativo estatisticamente (p<0,05) ns não significativo estatisticamente (p>0,05)

A análise da TAB. 3 pode se concentrar nos valores da coluna Valor-p. Estes valores foram comparados com o nível de significância previamente estabelecido, neste caso, como 5%. Dessa forma, observou-se que houve diferença entre as médias originais em MPa de pelo menos dois dentre os materiais comparados. Por outro lado, não houve diferença entre as médias em MPa dos níveis: tratamento do substrato (NaOCI) e da interação material \* tratamento.

Como a Análise de Variância detectou diferença entre os materiais, foi realizado o teste de Tukey para comparações múltiplas das médias, em nível de 5%, cujos resultados estão demonstrados na TAB. 4.

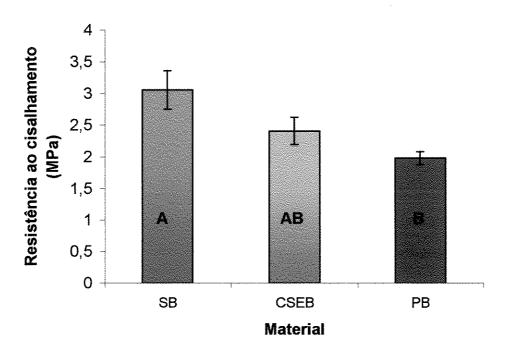
TABELA 4 – Médias originais e desvio padrão do teste de Tukey em nível de significância de 5% (α=0,05), para o ensaio de resisência da união em cisalhamento de acordo com o material utilizado, independente do tratamento realizado no substrato

Material	No. de Obs.	Média (MPa)	Desvio Padrão	Padrão Teste de Tukey		
SB	30	3,053	1,672	A		
CSEB	30	2,407	1,176	A B		
РВ	30	1,978	0,559	В		

<sup>\*</sup> Médias seguidas por letras iguais não diferem entre si para Tukey (p>0,05).

O teste de Tukey demonstrou que houve diferença significativa entre as médias (MPa) dos materiais SB e PB. O sistema CSEB apresentou valores intermediários, não diferindo do grupo SB (melhores resultados) ou do grupo PB (piores resultados), conforme ilustra a FIG. 21.

112



<sup>\*</sup>Barras seguidas pela mesma letra não diferem entre si para o teste de Tukey (p>0,05).

Figura 21 - Gráfico ilustrativo das médias e desvio padrão da média da resistência da união ao cisalhamento de acordo com o material utilizado, independente do tratamento realizado no substrato.

Uma vez que não houve diferença entre o tratamento aplicado à superfície da dentina (NaOCI) ou entre a interação tratamento \* material, não se recomenda a aplicação do teste de Tukey. Sendo assim, somente foi feita uma comparação das médias do fator NaOCI e da respectiva interação. (TAB. 5)

113

**TABELA 5** – Distribuição das médias da resistência ao cisalhamento e desvio padrão segundo materiais utilizados e tratamento do substrato.

84-4	Tratamento da Superficie			
Material	Sem NaOCI	Com NaOCI		
SB	3,172 (1,97) a	2,934 (1,36) a		
CSEB	2,673 (1,22) a	2,142 (1,10) a		
PB	2,044 (0,27) a	1,913 (0,74) a		

<sup>\*</sup>Médias com letras iguais na mesma linha não diferem entre si. Desvio Padrão entre parenteses.

Não houve diferença entre o tratamento do substrato com hipoclorito de sódio, para os três materiais utilizados. Pôde-se observar uma ligeira redução nos valores das médias de resistência ao cisalhamento nas amostras com aplicação do NaOCI (remoção do colágeno), conforme ilustra a FIG. 22.

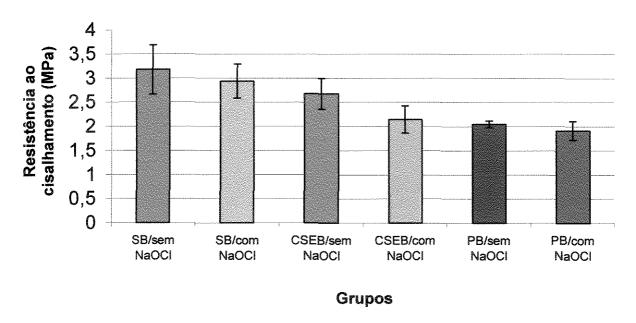


FIGURA 22 – Ilustração das médias (MPa) obtidas através do ensaio da resistência ao cisalhamento segundo materiais utilizados e tratamento do substrato.

# 5.2 – Análise dos padrões de fratura

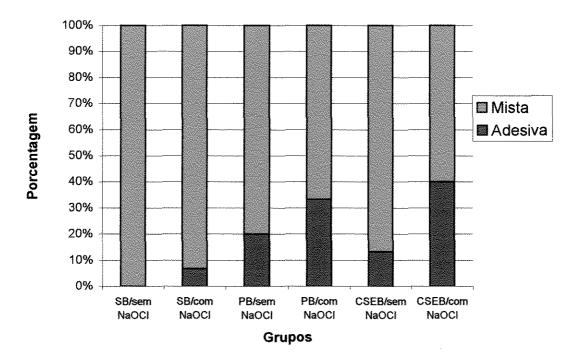


FIGURA 23 – Gráfico ilustrando a distribuição dos padrões de fratura encontrados nas amostras após o ensaio de cisalhamento.

Como evidenciado na FIG. 23, pôde-se observar, nos grupos nos quais o substrato dentinário foi tratado com NaOCI, aumento na frequência (porcentagem) de falhas adesivas.

O tipo de falha mais freqüentemente encontrado para todos os grupos foi a falha mista, considerando-se a presença de porções de compósito e agente de união aderidos ao substrato dentinário e porções de dentina com ausência do agente de união, embora tenha sido observada a presença de prolongamentos resinosos no interior dos canalículos dentinários (FIG. 28, 29, 31, 34, 35, 37, 38, 40 e 41).

As FIG. 24 a 41 ilustram o tipo de falha característico encontrado para cada grupo.

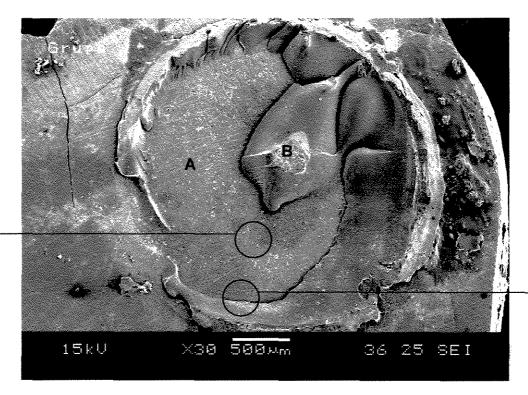


FIGURA 24 - Aspecto morfológico do padrão de fratura do G1 (SB) após ensaio de cisalhamento. Nota-se remanescentes de compósito (B), e dentina aparentemente livre de material (A), caracterizando falha mista.

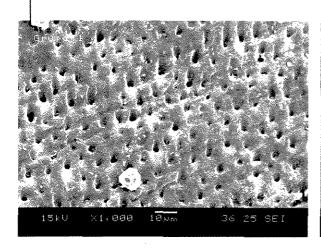


FIGURA 25 - Aspecto morfológico (G1), ilustrando dentina livre de material.

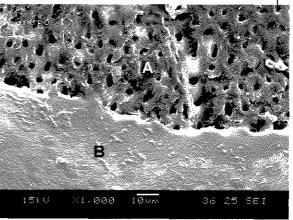


FIGURA 26 - Aspecto morfológico (G1), ilustrando dentina livre de material (A) e remanescentes de compósito (B).

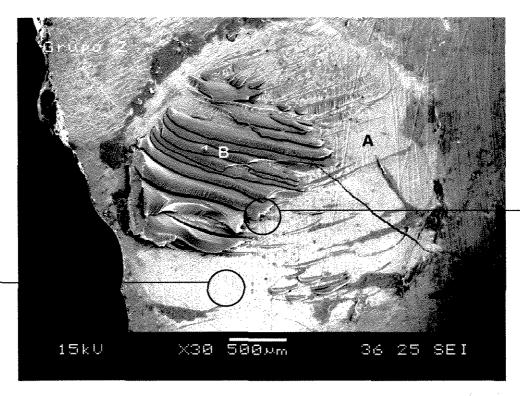


FIGURA 27 - Aspecto morfológico do padrão de fratura do G2 (\$B + NaOCI) após ensaio de cisalhamento. Nota-se remanescentes de compósito (B) e dentina aparentemente livre de material (A), caracterizando falha mista.

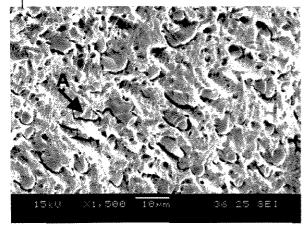


FIGURA 28 - Aspecto morfológico (G2), ilustrando dentina com túbulos preenchidos com o agente de união.

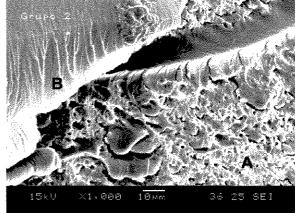


FIGURA 29 - Aspecto morfológico (G2), ilustrando túbulos dentinários preenchidos com agente de união (A) e remanescentes de compósito (B).

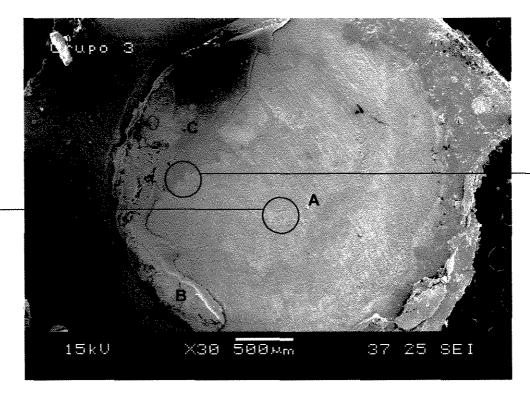


FIGURA 30 - Aspecto morfológico do padrão de fratura do G3 (PB) após o ensaio de cisalhamento. Nota-se dentina aparentemente livre de material (A) e remanescentes de compósito (B) e agente de união (C), caracterizando falha mista.

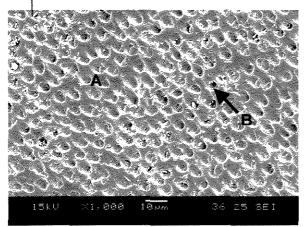
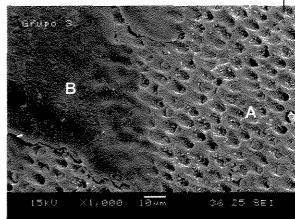


FIGURA 31 - Aspecto morfológico (G3), FIGURA 32 - Aspecto morfológico (G3) ilustrando túbulos dentinários preenchidos (A) ou não (B) com o agente de união.



ilustrando dentina livre de material (A) e remanescentes do agente de união (B).

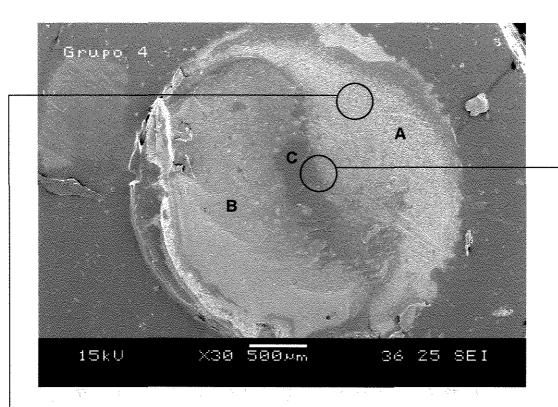


FIGURA 33 - Aspecto morfológico do padrão de fratura do Grupo 4 (PB + NaOCI) após ensaio de cisalhamento. Nota-se dentina aparentemente livre de material (A), remanescente do compósito (B) e do agente de união (C), caracterizando falha mista.

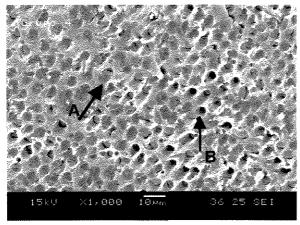


FIGURA 34 – Aspecto morfológico (G4), ilustrando túbulos dentinários preenchidos (A) ou não (B) com o agente de união.

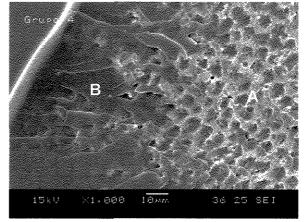


FIGURA 35 - Aspecto morfológico (G4), ilustrando túbulos dentinários preenchidos com agente de união (A) e remanescentes do agente de união (B).

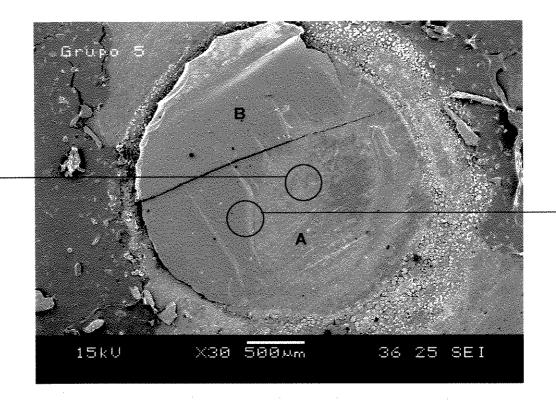


FIGURA 36 - Aspecto morfológico do padrão de fratura do G5 (CSEB) após ensaio de cisalhamento. Nota-se remanescentes de compósito (B) e dentina aparentemente livre de material (A), caracterizando falha mista.

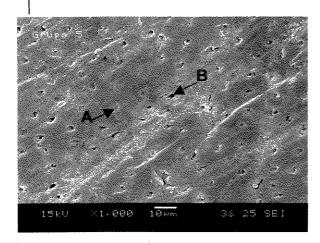


FIGURA 37 – Aspecto morfológico (G5), ilustrando túbulos dentinários preenchidos (A) ou não (B) com o agente de união.

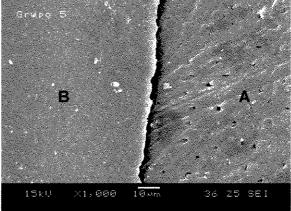


FIGURA 38 – Aspecto morfológico (G5), ilustrando túbulos dentinários preenchidos ou não com o agente de união (A) e remanescente de compósito (B).

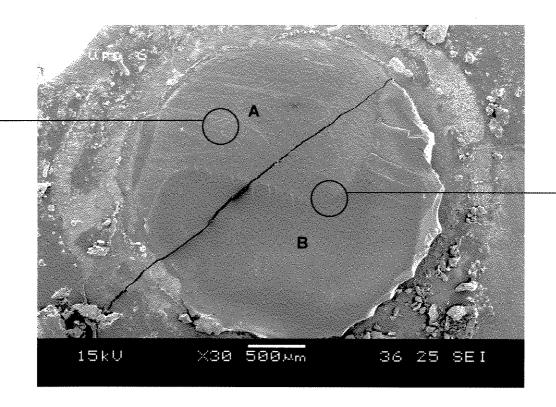
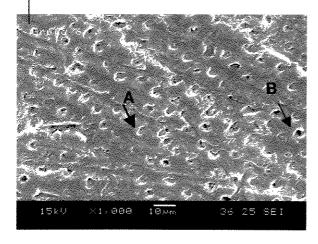


FIGURA 39 - Aspecto morfológico do padrão de fratura do G6 (NaOCI + CSEB) após ensaio de cisalhamento. Nota-se remanescentes de compósito (B) e dentina aparentemente livre de material (A), caracterizando falha mista.



ilustrando túbulos dentinários preenchidos (A) ou não (B) com o agente de união.

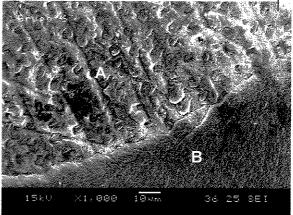


FIGURA 40 - Aspecto morfológico (G6), FIGURA 41 - Aspecto morfológico (G6), ilustrando túbulos dentinários preenchidos com o agente de união (A) e remanescentes de compósito (B).

### 5.3 - Análise qualitativa da união compósito/dentina

O QUADRO 3 ilustra em porcentagem os escores obtidos pela análise qualitativa da união compósito/dentina.

**QUADRO 3** – Porcentagem de escores obtidos pela análise qualitativa da união compósito/dentina.

Grupos					
G1	G2	G3	G4	G5	G6
450	-	na.	_	North Control of the	-
***	100%	-	100%	100%	100%
<b></b>	-	-	-	-	***
100%	-	100%	sw	<b></b>	5m
	***	100% 	G1 G2 G3 100%	G1 G2 G3 G4  100%	G1 G2 G3 G4 G5   - 100% - 100% 100%

As fotomicrografias a seguir (FIG. 42 a 47) ilustram a união compósito/dentina obtida pelos sistemas de união aplicados à dentina submetida ou não ao tratamento com hipoclorito de sódio.

Pôde-se observar a presença da camada híbrida e dos prolongamentos resinosos nas amostras nas quais não foi realizado o tratamento do substrato com hipoclorito de sódio, exceto para as amostras do grupo 5 (CSEB), onde a camada híbrida não pode ser observada neste aumento. Entretanto, nas amostras submetidas ao tratamento do substrato (NaOCI), não se observou a presença da camada híbrida, porém, foram observados os prolongamentos resinosos.

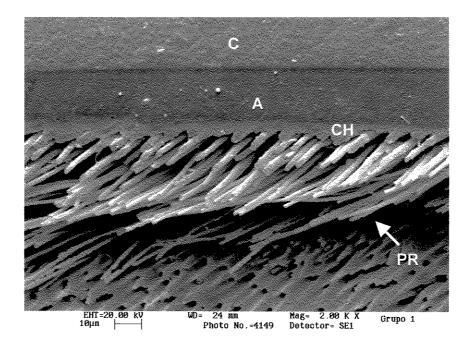


FIGURA 42 – Aspecto morfológico da união compósito/dentina (2000X) encontrada no Grupo 1 (SB). (C – compósito, A – agente de união, CH – camada híbrida, PR – prolongamentos resinosos)

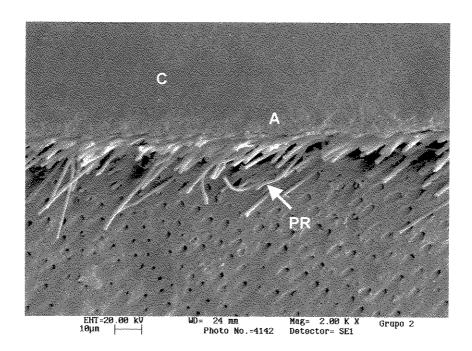


FIGURA 43 – Aspecto morfológico da união compósito/dentina (2000X) encontrada no Grupo 2 (NaOCI + SB). (C – compósito, A – agente de união e PR – prolongamentos resinosos)

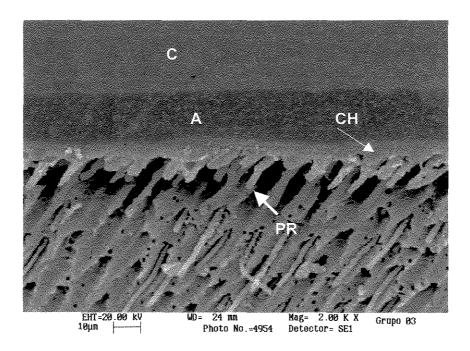


FIGURA 44 – Aspecto morfológico da união compósito/dentina (2000X) encontrada no Grupo 3 (PB). (C – compósito, A – agente de união, CH – camada híbrida, PR – prolongamentos resinosos)

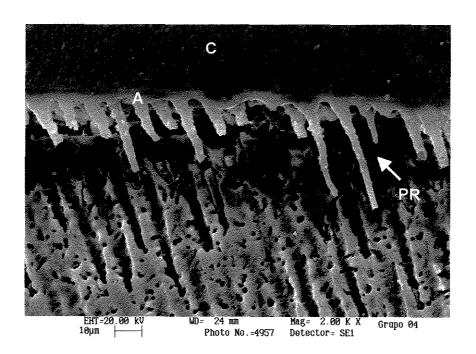


FIGURA 45 – Aspecto morfológico da união compósito/dentina (2000X) encontrada no Grupo 4 (PB + NaOCI). (C – compósito, A – agente de união e PR – prolongamentos resinosos)

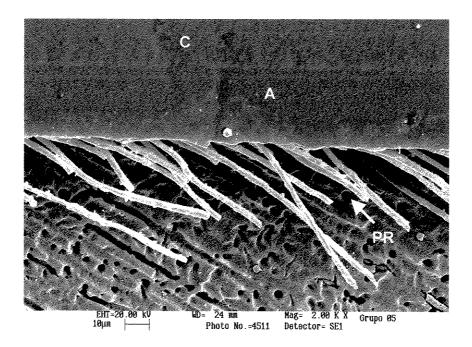


FIGURA 46 – Aspecto morfológico da união compósito/dentina (2000X) encontrada no Grupo 5 (CSEB). (C – compósito, A – agente de união e PR – prolongamentos resinosos)

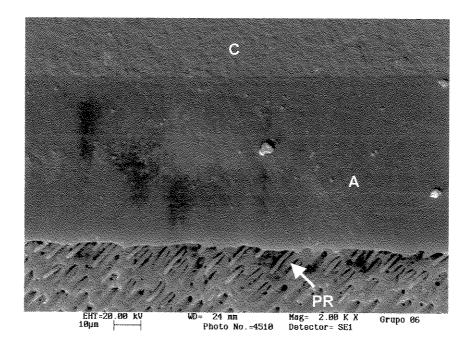


FIGURA 47 – Aspecto morfológico da união compósito/dentina (2000X) encontrada no Grupo 6 (CSEB + NaOCl). (C – compósito, A – agente de união e PR – prolongamentos resinosos)

# 6 - DISCUSSÃO

A restauração de partes dentais perdidas por cárie ou traumatismo apresenta dificuldades inerentes às próprias estruturas dentais, que diferem entre si desde a composição até a morfologia, dificultando o desenvolvimento de materiais que possam reconstituí-las sem prejuízo para qualquer de suas partes.

Os compósitos restauradores têm se mostrados promissores nesse tipo de tratamento, bem como na prevenção da cárie dental (PUPPIN RONTANI, 1998). Entretanto, a dificuldade encontrada reside no fato de que o mesmo material cujas propriedades físicas, químicas e reológicas que caracterizam sua atuação como material restaurador deveria apresentar diferentes desempenhos frente a substratos diferentes, como o esmalte e a dentina.

Assim, o desempenho dos compósitos odontológicos associados aos sistemas de união ao esmalte dental tem se mostrado promissor, desde a introdução do condicionamento ácido por BUONOCORE, em 1955, devido à maior quantidade de mineral, menor quantidade de matéria orgânica e água nessa estrutura Entretanto, com relação à dentina muitas alternativas têm sido propostas com o intuito de otimizar o desempenho dos materiais, principalmente em dentes decíduos, que possuem a função de garantir a adequada transição entre a dentadura decídua e permanente, durante o desenvolvimento da oclusão, através de suas características morfo-fisiológicas. (SALAMA & TAO, 1991; ELKINS & MCCOURT, 1993; SALAMA, 1994; MAZZEO et al., 1995; MALFERRARI et al., 1995; HOSOYA et al., 1996; NÖR et al., 1996; ARAÚJO et al., 1997; CADROY et

al., 1997; FRITZ et al., 1997; HOSOYA et al., 1997; NÖR et al., 1997; el KALLA & GARCIA-GODOY, 1998; CALDO-TEIXEIRA et al., 2002c).

Este estudo demonstrou que os materiais utilizados exibiram desempenho significativamente diferente entre si (independente da interação material\*tratamento). De acordo com os resultados obtidos, o sistema PB (à base de acetona) apresentou significativamente menores valores de resistência da união, que os encontrados para os grupos que utilizaram o sistema de união SB (à base de etanol/água) corroborando os resultados de PERDIGÃO *et al.*, 2000, mesmo utilizando dentes bovinos no experimento, de PRATI *et al.*, em 1999, que comparou os sistemas SB e Prime & Bond 2.0 e de VARGAS *et al.*, 1997.

Entretanto, BEDRAN DE CASTRO et al 2000, AL-EHAIDEB & MOHAMMED 2000 e SABOIA et al. 2000, não encontraram diferença significativa entre os primers à base de etanol/água e acetona. Por outro lado, JACOBSEN & SÖDERHOLM, em 1995 e 1998, estudando, em dentes permanentes bovinos e humanos, respectivamente, a eficiência de primers à base de HEMA/água e HEMA/acetona, observaram que os últimos apresentavam maiores valores de resistência da união que os à base de HEMA/água. Os autores verificaram que tanto a umidade do substrato quanto o tempo e forma de aplicação dos primers podem influenciar diferentemente o resultado da resistência da união, principalmente para os primers à base de HEMA/acetona.

Esta diferença entre os estudos pode ser atribuída a vários fatores, entre eles, a composição do *primer* com solventes mais voláteis (acetona) que se apresentam mais susceptíveis às variações na umidade do substrato (JACOBSEN & SÖDERHOLM, 1998; TAY *et al.*, 1996); a profundidade da dentina, como um

fator de variação tanto da umidade quanto da topografia superficial (PASHLEY & CARVALHO, 1997; GIANNINI et al., 2001) e também quanto à composição do substrato, que favoreceria maior quantidade de desmineralização durante o condicionamento ácido (NÖR et al., 1997), proporcionando maior ou menor quantidade de água residual, após o enxágüe, no interior do substrato. Assim, não somente à variabilidade da interpretação individual do conceito da "técnica úmida", mas também as diferenças nas amostras utilizadas nesta pesquisa (dentes decíduos) poderiam contribuir para as variações dos valores encontrados entre os diferentes estudos.

Tendo em vista que os sistemas à base de HEMA/acetona são mais afetados pelas variações no grau de umidade do substrato (JACOBSEN & SÖDERHOLM, 1998) e que os dentes decíduos têm se mostrado mais susceptíveis ao condicionamento com ácidos inorgânicos (NÖR et al., 1996; NÖR et al., 1997; OLMEZ et al., 1998; CALDO-TEIXEIRA et al., 2002b), determinando maior e mais rápida desmineralização da superfície dentinária, pôde-se inferir que nas amostras deste estudo, onde o condicionamento ácido foi realizado por 15 segundos, com ácido fosfórico a 35% e 37%, a espessura de dentina desmineralizada possivelmente foi maior se comparada à dentina de dentes permanentes submetidos ao mesmo tratamento. Assim, essas condições também teriam favorecido o armazenamento excessivo de água no interior da dentina condicionada ("overwetting") como resultado do método de secagem utilizado.

Se o excesso de água não for adequadamente removido, a água poderá competir com a infiltração dos monômeros no interior da rede de fibrilas colágenas, resultando, possivelmente nos menores valores de resistência da

união compósito/dentina. Nesses casos, como demonstrado por TAY *et al*, 1996, haveria a formação de glóbulos do agente de união não polimerizados, nos prolongamentos resinosos e camada híbrida, em um meio aquoso. Essas regiões provavelmente seriam menos resistentes ("weak zone") e contribuiriam para a redução dos valores da resistência da união como demonstrado pelo padrão de fratura (falhas adesivas – FIG. 23) observado para os grupos que utilizaram PB.

Portanto, esses sistemas seriam mais afetados pelo processo de secagem do substrato do que os sistemas à base de água (JACOBSON & SÖDERHOLM, 1998; TAY et al., 1996). Pode-se inferir, desta forma, que os menores valores de resistência da união encontrados para o PB, em comparação ao SB, poderiam estar relacionados à quantidade de água remanescente no substrato, após a secagem.

Além disso, a diferença da composição monomérica entre os sistemas SB e PB poderia ter induzido diferentes interações entre os sistemas de união e o substrato estudado. A presença dos copolímeros do ácido poliacrílico e politicacônico no sistema SB (QUADRO 1) estaria relacionada à tentativa de induzir interação química com o substrato, similar àquela ocorrida com os cimentos de ionômero de vidro. Pode-se inferir, dessa forma, que a associação desses fatores estaria envolvida com os maiores valores de resistência da união para o SB.

Deve-se considerar que os estudos que demonstraram maior resistência da união quando utilizado *primer* HEMA/acetona (JACOBSON & SÖDERHOLM, 1998) foram realizados em dentes permanentes, que topográfica e estruturalmente diferem dos dentes decíduos.

Estes apresentam menor espessura de dentina, aproximadamente 1/3 da permanente (ARAÚJO et al., 1995), maior diâmetro e densidade tubular, menor área de dentina intertubular (GIBILINI et al., 2002) e menor conteúdo mineral (associado à rápida desmineralização), levando assim, possivelmente, à obtenção de menores valores de resistência da união quando submetidos aos mesmos procedimentos realizados em dentes permanentes.

Este estudo não evidenciou diferença significativa entre o CSEB e os demais materiais. O CSEB apresentou valores de resistência da união intermediários, não diferindo estatisticamente dos grupos que utilizaram os sistema de união de "frasco único" SB ou PB, corroborando os resultados de BARKMEIER *et al.*, 1995; GORDAN *et al.*, 1997 e HARADA *et al.*, 2000.

O sistema de união "autocondicionante" - CSEB utilizado neste estudo preveniria o colapso das fibrilas colágenas da área condicionada, evitando a exposição da rede de colágeno não protegida pelos cristais de hidroxiapatita. Este sistema apresenta monômeros mais ácidos que aplicados sobre a *smear layer* promoveriam o tratamento da mesma e a desmineralização da dentina subjacente, simultaneamente.

Por não necessitar da realização do condicionamento ácido prévio do substrato, o sistema "autocondicionante" é menos susceptível à falhas na técnica de aplicação (HARADA et al., 2000) uma vez que estão suprimidos os procedimentos de lavagem e secagem. Tais procedimentos são extremamente críticos, pois a secagem ou umedecimento excessivo podem prejudicar a penetração do agente de união no substrato.

Além desses fatores, o próprio condicionamento ácido por ser responsável pela quantidade de dentina desmineralizada é um passo importante a ser considerado quando da utilização de sistemas de união "convencionais" em diferentes substratos, principalmente em dentes decíduos. Deve-se ressaltar que esta pesquisa foi realizada seguindo-se as instruções dos fabricantes, quanto ao tempo de condicionamento ácido (15s), lavagem, secagem e aplicação dos sistemas de união.

Com relação ao tipo de falha apresentado pelas amostras, todos os grupos apresentaram predominantemente falha mista (coesiva no compósito + adesiva).

Nenhuma amostra apresentou falha do tipo coesiva na dentina ou no compósito.

(FIG. 24 a 41).

Considerando-se que todos os grupos foram submetidos ao mesmo ensaio mecânico, os diferentes tipos de fratura encontrados podem representar a eficácia da união do material ao substrato.

Dessa forma, comparando-se os materiais utilizados, observou-se que o sistema de união PB apresentou maior freqüência de falhas adesivas, quando comparado ao SB. Isto posto, pode-se inferir que o PB exibiu uma união menos efetiva ao substrato dentinário, evidenciada também pelos menores valores de resistência da união encontrados, embora não diferentes dos apresentados pelo sistema CSEB, que também apresentou alta freqüência de falhas adesivas.

A análise das fotomicrografias das áreas de união compósito/dentina corroborou os resultados da resistência da união, demonstrando a formação de camada híbrida e prolongamentos resinosos (escore 3) ou apenas prolongamentos resinosos (escore 1), em todas as amostras do grupo SB e

132

CSEB, respectivamente, com adaptação adequada da união compósito/dentina (FIG. 42 e 46). Entretanto, quando o sistema PB foi utilizado, apesar das amostras apresentarem camada híbrida e prolongamentos resinosos, coincidentemente com os menores valores de resistência da união, em apenas 20% das amostras avaliadas foi observada união compósito/dentina com adaptação favorável. (FIG. 44)

Apesar da presença do colágeno exposto pelo condicionamento ácido ser essencial para a formação da camada híbrida, pelos resultados deste estudo, esta não parece oferecer contribuição quantitativa direta na resistência da união compósito/dentina. (GWINNETT, 1994; KANCA III & SANDRIK, 1998). A quantidade do agente de união que se difunde no substrato contribuiria em apenas aproximadamente 1/3 da resistência da união. (GWINNETT, 1993).

Além disso, existe uma preocupação quanto à penetração deficiente ou incompleta dos monômeros nas microporosidades da rede de fibrilas colágenas da dentina desmineralizada. A falta do agente de união nesta área próxima à dentina não desmineralizada subjacente, e ao redor das fibras de colágeno expostas pelo condicionamento ácido poderia resultar em uma zona, abaixo da camada híbrida, menos resistente quando submetida a esforços, como demonstrado por SANO et al. 1994, que observaram a penetração de íons de prata mesmo nas amostras que não apresentavam fenda entre o compósito e o sistema de união ou entre o sistema de união e a dentina, o que foi denominado de nanoinfiltração.

Este efeito pode ainda ser aumentado com o acréscimo do tempo de condicionamento ácido. (PAUL et al., 1999). O condicionamento ácido em dentina não deveria exceder 15 segundos, para dentes permanentes, enquanto que esse

tempo para dentes decíduos deveria ser reduzido devido às características já descritas (NÖR et al., 1997; CALDO-TEIXEIRA et al., 2002b), bem como acrescentar tais alterações na bula dos produtos.

Dessa forma, alguns autores têm proposto a aplicação do hipoclorito de sódio como agente de desproteinização sobre a dentina desmineralizada com o intuito de remover as fibrilas colágenas expostas pelo condicionamento ácido, possibilitando a união a um substrato que seria similar ao esmalte condicionado em relação aos aspectos morfológicos. (TANAKA & NAKAI, 1993; WAKABAYASHI et al., 1994; GWINNETT, 1994; INAI et al., 1998; KANCA III & SANDRIK, 1998).

Este estudo não evidenciou diferença estatística entre os grupos quando o substrato foi desproteinizado ou não, independente do sistema de união utilizado, estando de acordo com os resultados encontrados por GWINNETT, 1994; UNO & FINGER, 1995; KANCA III & SANDRIK, 1998 e REIS *et al.*, 2000.

Em dentes decíduos, cujo diâmetro dos canalículos dentinários apresentase maior que em dentes permanentes, consequentemente com menor área de dentina intertubular, talvez o efeito da desproteinização não seja tão evidente a ponto de alterar significativamente a resistência da união compósito/dentina.

Associado a essas considerações topográficas deve-se levar em conta que outro fator que poderia ter contribuído para a não observância de diferença estatística entre os grupos, na resistência da união neste estudo, concernente ainda ao substrato utilizado, é a menor concentração de minerais e a maior quantidade de matéria orgânica, representada pelo colágeno tipo I, em dentes decíduos (ARAÚJO et al., 1997).

Como a concentração do hipoclorito de sódio e o tempo de aplicação ainda não estão estabelecidos, mesmo em dentes permanentes, com respeito a sua eficácia em relação à resistência da união, nesta pesquisa optou-se por seguir a metodologia, quanto à concentração e tempo de aplicação empregados por TANAKA & NAKAI (1993), que o utilizaram em dentes permanentes bovinos.

Pelas considerações apresentadas, outras pesquisas devem ser realizadas explorando-se o efeito da desproteinização em dentes decíduos para verificar sua eficácia e estabelecimento da técnica adequada.

Embora sem diferença significativa, observou-se redução nos valores de resistência da união para os grupos desproteinizados (Grupos 2, 4 e 6) em relação aos grupos nos quais o hipoclorito de sódio não foi aplicado (Grupos 1, 3 e 5).

Essa redução nos valores de resistência da união encontrada neste estudo, ressaltando que embora sem diferença estatística, poderia estar relacionada às possíveis alterações provocadas pelo hipoclorito de sódio no substrato dentinário, como a dissolução e desestabilização do colágeno da dentina intertubular, mudanças no conteúdo mineral e na energia de superfície do substrato, que preveniriam a formação da camada híbrida. A ocorrência destas alterações foi sugerida por PERDIGÃO et al., em 2000, que observaram a diminuição nos valores de resistência da união com a aplicação do hipoclorito de sódio na dentina desmineralizada de dentes permanentes bovinos, utilizando sistemas de união à base de acetona e à base de etanol/água.

A ausência da camada híbrida, observada através das fotomicrografias nas amostras desproteinizadas (FIG. 43, 45 e 47) resultaria em alta tensão gerada pela contração de polimerização na interface compósito/dentina desproteinizada,

devido à alta rigidez deste substrato, demonstrada por MARSHALL Jr. et al., em 2001, através do aumento no módulo de elasticidade e dureza da dentina durante o processo de desproteinização.

Embora UNO & FINGER, em 1995, não tenham encontrado diferença estatística entre os grupos, com ou sem tratamento do substrato com hipoclorito de sódio, quanto aos valores de resistência da união, observaram que a qualidade marginal das restaurações em compósito foi melhorada nos grupos com a presença da camada híbrida (sem remoção do colágeno), atribuindo-a ao fato de que a camada híbrida possui um módulo de elasticidade mais baixo, agindo como uma camada elástica inerente, minimizando as tensões geradas pela contração de polimerização do compósito. Este fato também foi relatado por FRANKENBERGER et al., em 2000.

Este estudo não demonstrou diferença estatística significativa na interação material utilizado \* tratamento do substrato (NaOCI), corroborando os resultados de UNO & FINGER, 1995; KANCA III & SANDRIK, 1998 E REIS et al., 2000 que não encontraram diferença nos valores de resistência da união entre as amostras desproteinizadas ou não, desde que as mesmas fossem mantidas úmidas após a aplicação do hipoclorito de sódio, quando da utilização de um sistema de união à base de acetona, como foi realizado neste estudo.

Entretanto, os resultados obtidos por TANAKA & NAKAI, 1993; WAKABAYASHI et al., 1994; VARGAS et al., 1997a; INAI et al., 1998; PRATI et al., 1999; PHRUKKANON et al., 2000; SABOIA et al., 2000; MUNKSGAARD et al., 2002; FERRARI et al., 2000, demonstraram que o tratamento do substrato com NaOCI aumentou a resistência da união quando utilizados sistemas à base de

acetona. Porém, para as amostras desproteinizadas que utilizaram sistemas de união à base de água ou etanol/água esta diferença não foi observada, comprovando os resultados deste estudo quando utilizado o sistema SB.

Com relação à aplicação do hipoclorito de sódio previamente à utilização do sistema "autocondicionante" (Grupo 6), os valores de resistência não diferiram do grupo controle (sem aplicação do hipoclorito de sódio — Grupo 5), confirmando os resultados de MARSHALL Jr. et al., 2001, que não observaram efeitos do hipoclorito de sódio aplicado sobre a dentina não desmineralizada (smear layer). Entretanto, a redução nos valores de resistência da união observada, poderia estar relacionada à obtenção de um substrato mais irregular, dificultando a remoção do excesso de umidade após a lavagem seguida à aplicação do hipoclorito de sódio.

Controvérsias com referência à aplicação do hipoclorito de sódio após o condicionamento ácido, encontradas na literatura, devido às diferenças nos valores de resistência da união encontrados, poderiam ser atribuídas às diferentes metodologias e/ou composições específicas de cada sistema de união utilizado.

Dessa forma, apenas a obtenção dos valores de resistência não é um indicador adequado da eficácia dos sistemas de união ou dos tratamentos realizados no substrato.

De acordo com os resultados deste estudo, em relação à resistência da união ao cisalhamento e ao aspecto morfológico da união compósito/dentina, pode-se afirmar que o mecanismo de união não dependeria somente da presença ou não da camada híbrida. Além disso, dependeria também da rugosidade da superfície (TOLEDANO et al., 1999), penetração do agente de união na dentina

tratada ou não, dos cristais de hidroxiapatita projetados na matriz de colágeno e principalmente do grau de umidade do substrato, como relatado por PHRUKKANON et al., em 2000.

Sistemas de união capazes de umedecer, penetrar e unir-se à rede de fibrilas colágenas expostas pelo condicionamento ácido e à dentina subjacente, independentemente das condições do substrato, seriam menos susceptíveis à falhas na técnica de aplicação (MUNKSGAARD et al., 2002) e possibilitariam uma união mais resistente e duradoura com o substrato, ou seja, o sucesso da restauração em compósito odontológico tanto em dentes permanentes quanto em decíduos.

Deve-se salientar que embora os resultados deste estudo, confirmados pela literatura, apontem ausência de diferença estatística entre as médias de resistência da união em relação ao tratamento do substrato, o emprego do hipoclorito de sódio como agente desproteinizador da dentina deve ser ainda desencorajado, principalmente em Odontopediatria, uma vez que este tratamento, não oferecendo benefício com relação à resistência da união, promove um aumento dos passos e do tempo clínico, o que é prejudicial no atendimento de pacientes infantis.

Estudos devem ser realizados ainda, para observar se a aplicação do hipoclorito de sódio sobre a dentina influenciaria a microinfiltração e qualidade marginal das restaurações de compósito em dentes decíduos.

# 7 - CONCLUSÃO

De acordo com os resultados, pôde-se concluir que:

- 1 Os diferentes sistemas de união utilizados influenciaram a resistência da união compósito/dentina ao cisalhamento, independente do tratamento realizado no substrato. Observaram-se maiores médias de resistência da união para o sistema SB, diferindo significativamente das médias encontradas para o sistema PB, embora ambos não tenham demonstrado diferença em relação ao sistema CSEB;
  2 O tratamento da dentina com hipoclorito de sódio a 10% por 60s, não afetou a resistência da união compósito/dentina ao cisalhamento, em dentes decíduos, independente do sistema de união utilizado;
- 3 O tipo de falha freqüentemente observado para todos os grupos, foi a falha mista (coesiva no compósito + adesiva), independente dos sistemas de união utilizados. Entretanto, houve aumento na freqüência de falhas adesivas nos grupos desproteinizados;
- 4 O tratamento do substrato com hipoclorito de sódio interferiu no aspecto morfológico da união compósito/dentina. As amostras sem tratamento do substrato apresentaram formação de camada híbrida e prolongamentos resinosos, exceto as amostras do grupo 5 (CSEB). Nas amostras tratadas com hipoclorito de sódio não se observou a presença da camada híbrida, porém foi observada a presença dos prolongamentos resinosos.

# **REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS\***

AL-EHAIDEB, A.; MOHAMMED, H. Shear bond strength of "one-bottle" dentine adhesives. **J Prosthet Dent**, Sant Louis, v.84, n.4, p.408-412, Oct. 2000.

ARAÚJO, F.B.; MORAES F.F.; FOSSATI, A.C.M. A estrutura da dentina do dente decíduos e sua importância clínica. **Rev Bras de Odontol**, Rio de Janeiro, v.52, n.3, p.37-43, Mar. 1995.

ARAÚJO, F.B.; GARCIA-GODOY, F.; ISSÁO, M. A comparison of three resinbonding agents to primary tooth dentin. **Pediatr Dent**, Chicago, v.19, n.4, p.253-257, **May/June** 1997.

BARKMEIER, W.W.; LOS, S.A.; TIOLO JR., P.T. Bond strengths and SEM evaluation of Clearfil liner Bond 2V. **Am J Dent**, San Antonio, v.8, n.6, p.289-293, Dec. 1995.

BEDRAN de CASTRO, A.K.; HARA, A.T.; PIMENTA, L.A.F. Influence of collagen removal on shear bond strength of one-bottle adhesive systems in dentin. **J Adhes Dent**, Berlin, v.2, n.4, p.271-277, Winter 2000.

BUONOCORE, M.G. A simple method of increasing the adhesion od acrylic filling materials to enamel surfaces. **J Dent Res**, Washington, v.34, n.6, p.849-853, Dec. 1955.

CADROY, I.; BOJ, J.R.; GARCIA-GODOY, F. Bond strength and interfacial morphology of adhesives to primary teeth dentin. **Am J Dent**, San Antonio, v.10, n.5, p.242-246, Oct. 1997.

<sup>\*</sup> De acordo com a NBR-6023 de ago. de 2000, da Associação Brasileira de Normas Técnicas (ABTN). Abreviaturas de periódicos em conformidade com o MEDLINE.

CALDO-TEIXEIRA, A.S.; PUPPIN-RONTANI, R.M.; SINHORETI, M.A.C. A comparative study of different methods of loading on shear bond strength test.

Oper Dent, Seattle, 2002a. *In Press* 

CALDO-TEIXEIRA, A.S. *et al.* Influência do tempo de condicionamento ácido e de 2 sistemas de união na espessura da camada híbrida, de dentes decíduos. **Pesqui Odontol Bras**, São Paulo, v.16, Suplemento, p.143, 2002b. Resumo Pa164.

CALDO-TEIXEIRA, A.S. *et al.* Effect of the etching time on the shear bond strength in primary teeth. **Am J Dent**, San Antonio, 2002c. *In Press* 

DI RENZO, M. et al. A photoacoustic FTIRS study of the chemical modifications of human dentin surface: II Deproteination. **Biomaterials**, Oxford, v.22, n.8, p.793-797, Apr. 2001.

EL-KALLA, I.H.; GARCIA-GODOY, F. Bond strength and interfacial micromorphology of four adhesives in primary and permanent molars. **ASDC J Dent Child**, Chicago, v. 65, n.3, p.169-176, May/June 1998.

ELKINS, C.J.; McCOURT, J.W. Bond strength of dentinal adhesives in primary teeth. **Quintessence Int**, Berlin, v.24, n.4, p.271-273, Apr. 1993.

FERRARI, M. et al. Role of hibridization on marginal leakage and bond strength. **Am J Dent**, San Antonio, v.13, n.6, p.329-336, Dec. 2000.

FRANKENBERGER, R. et al. Dentin bond strength and marginal adaption after NaOCI pre-treatment. **Oper Dent**, Seattle, v.25, n.1, p.40-45, Jan./Feb. 2000.

FRITZ, U.; GARCIA-GODOY, F.; FINGER, W.J. Enamel and dentin bond strength and bonding mechanism to dentin of Gluma CPS to primary teeth. **ASDC J Dent Child**, Chicago, v.64, n.1, p.32-38, Jan./Feb. 1997.

FUSAYAMA, T. *et al.* Non-pressure adhesion of a new adhesive restorative resin. **J Dent Res**, Washington, v.58, n.4, p.1364-1370, Apr. 1979.

GIANNINI, M. et al. The influence of tubule density and area of solid dentin on bond strength of two adhesive systems to dentin. **J Adhes Dent**, Berlin, v.3, n.4, p.315-324, Winter 2001.

GIBILINI, C. et al. Análise microestrutural da dentina de dentes decíduos – Estudo em microscopia eletrônica de varredura. *In:* JORNADA ODONTOLÓGICA DE PIRACICABA, 9, 2002, Piracicaba. **Caderno de resumos** Piracicaba: FOP/UNICAMP, 2002. Resumo.

GORDAN, V.V. et al. Evaluation of adhesives systems using acid primers. Am J Dent, San Antonio, v.10, n.5, p.219-223, Oct. 1997.

GWINNETT, A.J. Quantitative contribution of resin infiltration/hibridization to denti bonding. **Am J Dent**, San Antonio, v.6, n.1, p.7-9, Feb. 1993.

GWINNETT, A.J. Altered tissue contribution to interfacial bond strength with acid conditioned dentin. **Am J Dent**, San Antonio, v.7, n.5, p.243-246, Oct. 1994.

HALLER, B. Recent developments in dentin bonding. **Am J Dent**, San Antonio, v.13, n.1, p.44-50, Feb. 2000.

HARADA, N. *et al.* Tensile bond strength of a new developed one-bottle self-etching resin bonding system to various dental substrates. **Dent Jpn (Tokyo)**, Tokyo, v.36, p.47-53, Mar. 2000.

HOSOYA, Y. et al. Influence of CarisolvTM for resin adhesion to sound human primary dentin and young permanent dentin. **J Dent**, Oxford, v.29, n.3, p.163-171, Mar. 2001.

HOSOYA, Y. et al. Comparison of two dentin adhesives to primary vs. permanent dentin. J Clin Pediatr Dent, Chicago, v.22, n.1, p.69-76, Fall 1997.

HOSOYA, Y. *et al.* Comparison of three dentin adhesives to permanent dentin in regard to those of primary dentin. **Pediatr Dent J**, Tokyo, v.6, n.1, p.23-32, 1996.

INAI, N. et al. Adhesion between collagen depleted dentin and dentin adhesives. Am J Dent, San Antonio, v.11, n.3, p.123-127, June 1998.

JACOBSEN, T.; SÖDERHOLM, K.J. Some effects of water on dentin bonding. **Dent Mater**, Washington, v.11, n.2, p.132-136, **Mar**, 1995.

JACOBSEN, T.; SÖDERHOLM, K.J. Effect of primer solvent, primer agitation, and dentin dryness on shear bond strength to dentin. **Am J Dent**, San Antonio, v.11, n.5, p.225-228, Oct. 1998.

KANCA III, J.; SANDRIK, J. Bonding to dentin. Clues to the mechanism of adhesion. **Am J Dent**, San Antonio, v.11, n.4, p.154-159, Aug. 1998.

MALFERRARI, S.; FINGER, W.J.; GARCIA-GODOY, F. Resin bonding efficacy of Gluma 2000 to dentin of primary teeth: an *in vitro* study. **Int J Paediatr Dent**, Oxford, v.5, n.2, p.73-79, June 1995.

MARSHALL JR., G.W. *et al.* The dentin substrate: structure and properties related to bonding. **J Dent**, Oxford, v.25, n.6, p.441-458, June 1997.

MARSHALL JR., G.W. *et al.* Sodium hypochlorite alteration of dentin and dentin collagen. **Surface Science**, Amsterdan, v.491, p.444-455, 2001.

MAZZEO, N.; OTT, N.W.; HONDRUM, S.O. Resin bonding to primary teeth using three adhesives systems. **Pediatr Dent**, Chicago, v.17, n.2, p.112-115, Mar./Apr. 1995.

MUNKSGAARD, E.C. Wet or dry, normal or deproteinized dentin surfaces as substrate for dentin adhesives. **Acta Odontol Scand**, Oslo, v.60, n.1, p.60-64, Jan. 2002.

NAKABAYASHI, N.; KOJIMA, K.; MASUHARA, E. The promotion of adhesion by infiltration of monomers into tooth substrates. **J Biomed Mat Res**, New York, v.13, n.3, p.265-273, May 1982.

NAKABAYASHI, N.; SHIZAWZ, M.; NAKAMURA, M. Identification of a resin-dentin hybrid layer in vital human dentin created *in vivo*: durable bonding to vital dentin. **Quintessence Int**, Berlin, v.23, n.2, p.135-141, Feb. 1992.

NÖR, J.R. *et al.* Dentin bonding: SEM comparison of the resin-dentin interface in primary and permanent teeth. **J Dent Res**, Washington, v.75, n.6, p.1396-1403, June 1996.

NÖR, J.E. *et al.* Dentin bonding: SEM comparison of the dentin surface in primary and permanent teeth. **Pediatr Dent**, Chicago, v.19, n.4, p.246-252, May/June 1997.

OLMEZ, A. et al. Comparison of the resin-dentin interface in primary and permanent teeth. **J Clin Pediatr Dent**, Chicago, v.22, n.4, p.293-298, Summer 1998.

PASHLEY, D.H.; CARVALHO. R.M. Dentin permeability and dentin adhesion. J Dent, Oxford, v.25, n.5, p.355-372, Sept. 1997.

PAUL, S.J. *et al.* Nanoleakage at the dentin adhesive interface vs. μ - tensile bond strength. **Oper Dent**, Seattle, v.24, n. 3, p.181-188, **May/June** 1999.

PERDIGÃO, J. *et al.* Effect of a sodium hypochlorite gel on dentin bonding. **Dent Mater**, Washington, v.16, n.5, p.311-323, Sept. 2000a.

PERDIGÃO, J. et al. An ultra-morphological characterization of collagen-depleted etched dentin. **Am J Dent**, San Antonio, v.12, n.5, p.250-255, Oct. 1999.

PERDIGÃO, J.; LOPES, M. Dentin bonding – state of art 1999. **Compend Contin Educ Dent**, Jamesburg, v.20, n.12, p.1151-1158 Dec. 1999.

PERDIGÃO, J. et al. The interaction of adhesive systems with human dentin. **Am J Dent**, San Antonio, v.9, n.4, p.167-173, Aug. 1996.

PHRUKANNON, S. *et al.* The influence of the modification of etched bovine dentin on bond strengths. **Dent Mater**, Washington, v.16, n.4, p.255-265, July 2000.

PIOCH, T. et al. Influence of different etching times on hybrid layer formation and tensile bond strength. **Am J Dent**, San Antonio, v.11, n.5, p.202-206, Oct. 1998.

PRATI, C.; CHERSONI, S.; PASHLEY, D.H. Effect odf removal of surface collagen fibrils on resin-dentin bonding. **Dent Mater**, Washington, v.15, n.5, p.323-331, Sept. 1999.

PUPPIN-RONTANI, R.M. Avaliação do desempenho clínico de restaurações em resina composta e aspectos morfológicos da interface dentina/resina em dentes decíduos. Piracicaba, 1998. 114p. Tese (Livre-Docência) – Faculdade de Odontologia de Piracicaba, Universidade Estadual de Campinas.

REIS, A. et al. Influência do colágeno na resistência da união à dentina úmida e seca. **RPG Rev Pós Grad**, São Paulo, v.7, n.2, p.133-139, abr./jun. 2000.

SABOIA, V.P.A.; RODRIGUES, A.L.; PIMENTA, L.A.F. Effect od collagen removal on shear bond strength of two single-bottle adhesive systems. **Oper Dent**, Seattle, v.25, n.5, p.395-400, Sept./Oct. 2000.

SALAMA, F.S. Gluma bond strength to the dentin of primary molars. **J Clin Pediatr Dent**, Chicago, v.19, n.1, p.35-40, Fall 1994.

SALAMA, F.S.; TAO, L. Comparison of Gluma bond strength to primary vs permanent teeth. **Pediatr Dent**, Chicago, v.13, n.3, p.163-166, May/June 1991.

SANO, H. et al. Microporous dentin zone beneath resin-impregnated layer. **Oper Dent**, Seattle, v.19, n.2, p.59-64, Mar./Apr. 1994.

SINHORETI, M.A.C. *et al.* Influence of loading types on shear strength of dentinresin interface bonding. **J Mater Sci Mater Med**, London, v.12, n.1, p.39-44, Jan. 2001.

TANAKA, J.; NAKAI, H. Application of root canal cleaning agents having dissolving abilities of collagen to the surface treatment for enhanced bonding of resin to dentin. **Dent Mater J (Tokyo)**, Tokyo, v.12, n.2, p.196-208, Dec. 1993.

TAY, F.R.; GWINNETT, J.A.; WEI, S.H.Y. Micromorphological spectrum form overdrying to overwetting acid-conditioned dentin in water-free, acetone-based, single-bottle primer/adhesives. **Dent Mater**, Washington, v.12, n.4 p.236-244, July 1996.

TOLEDANO, M. et al. Effect of acid etching and collagen removal on dentin wettability and roughness. **J Biomed Mat Res**, New York, v.47, n.2, p.198-203, Nov. 1999.

UNO, S.; FINGER, W.J. Function of hybrid zone as a stress-absorbing layer in resin-dentin bonding. **Quintessence Int**, Berlin, v.26, n.10, p.733-738, Oct. 1995.

VARGAS, M.A.; COBB, D.S.; ARMSTRONG, S.T. Resin-dentin shear bond strength and interfacial ultrastruture with and without a hybrid layer. **Oper Dent**, Seattle, v.22, n.4, p.159-166, July/Aug. 1997a.

VARGAS, M.A.; COBB, D.S.; DENEHY, G.E. Interfacial micromorphology and shear bond strength of single-bottle primer/adhesives. **Dent Mater**, Washington, v.13, n.5, p.316-324, Sept. 1997b.

WAKABAYASHI, Y. *et al.* Effect of dissolution of collagen on adhesion to dentin. **Int J Prosthodont**, Lombard, v.7, n.4, p.302-306, July/Aug. 1994.

WILDER JR., A.D. *et al.* Bond strength of conventional and simplified bonding systems. **Am J Dent**, San Antonio, v.11, n.3, p.114-117, June 1998.

## **ANEXO 1**



## **COMITÉ DE ÉTICA EM PESQUISA**

UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE PIRACICABA

# DE DE ODONTOLOGIA DE PIRACICABA CERTIFICADO



Certificamos que o Projeto de pesquisa intitulado "Efeito da remoção do colágeno na resistência de união ao ciselhamento em dentes decíduos", sob o protocolo nº 036/2001, da Pesquisadora **Gisele Maria Correr**, sob a responsabilidade da Profa. Dra. **Regina Maria Puppin Rontani**, 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, 07 de maio de 2001

We certify that the research project with title "Effect of removal of collagen fibrils on shear bond strength in primary teeth", protocol no 036/2001, by Researcher **Gisele Maria Correr**, responsibility by Prof. Dr. **Regina Maria Puppin Rontani**, 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, May 07 2001

Prof. Dr. Pedro Luiz Rosalen

Secretário CEP/FOP/UNICAMP Prof. Dr. Antonio Bento Alves de Moraes

Coordenador CEP/FOP/UNICAMP

# **ANEXO 2**

Valores em Kilograma/força (Kgf) e Mega Pascal (MPa) obtidos no ensaio da resistência da união ao cisalhamento de sistemas de união aplicados à dentina desmineralizada ou desmineralizada e desproteinizada em dentes decíduos e tipo de falha das amostras submetidas ao ensaio da resistência ao cisalhamento.

**GRUPO 1 - SINGLE BOND** 

G1-SB	KgF	MPa	Tipo de Falha
<b>S</b> 1	1,678	2,446064	M (CR +A)
S2	1,893	2,759475	M (CR +A)
<b>S3</b>	1,96	2,857143	M (CR +A)
<b>S4</b>	1,57	2,28863	M (CR +A)
<b>S</b> 5	1,825	2,66035	M (CR +A)
S6	3,557	5,185131	M (CR +A)
<b>S7</b>	0,9933	1,447959	M (CR +A)
S8	2,027	2,95481	M (CR +A)
S9	6,497	9,470845	M (CR +A)
S10	1,087	1,584548	M (CR +A)
S11	2,859	4,167638	M (CR +A)
S12	1,57	2,28863	M (CR +A)
S13	1,96	2,857143	M (CR +A)
S14	1,503	2,190962	M (CR +A)
S15	1,664	2,425656	M (CR +A)

GRUPO 2 - SINGLE BOND + NaOCI

G2-SB + NaOCI	KgF	MPa	Tipo de Falha
SN1	3,423	4,989796	M (CR +A)
SN2	1,893	2,759475	M (CR +A)
SN3	1,933	2,817784	M (CR +A)
SN4	1,074	1,565598	Α
SN5	0,8054	1,174052	M (CR +A)
SN6	3,987	5,811953	M (CR +A)
SN7	3,463	5,048105	M (CR +A)
SN8	1,315	1,91691	M (CR +A)
SN9	2,094	3,052478	M (CR +A)
SN10	1,477	2,153061	M (CR +A)
SN11	1,785	2,602041	M (CR +A)
SN12	1,436	2,093294	M (CR +A)
SN13	2,47	3,600583	M (CR +A)
SN14	1,302	1,897959	M (CR +A)
SN15	1,732	2,524781	M (CR +A)

GRUPO 3 - PRIME & BOND 2.1

G3 – PB	KgF	MPa	Tipo de Falha
P1	1,168	1,7026	M (CR +A)
P2	1,785	2,602	M (CR +A)
P3	1,53	2,2303	M (CR +A)
P4	1,342	1,9563	M (CR +A)
P5	1,342	1,9563	M (CR +A)
P6	1,302	1,898	M (CR +A)
P7	1,503	2,191	M (CR +A)
P8	1,315	1,9169	M (CR +A)
P9	1,074	1,5656	Α
P10	1,624	2,3673	M (CR +A)
P11	1,329	1,9373	M (CR +A)
P12	1,503	2,191	M (CR +A)
P13	1,544	2,2507	Α
P14	1,168	1,7026	M (CR +A)
P15	1,503	2,191	Α

GRUPO 4 -- PRIME & BOND 2.1 + NaOCI

G4 – PB + NaOCI	KgF	MPa	Tipo de Falha
PN1	0,845	1,2327	Α
PN2	1,248	1,8192	Α
PN3	1,38	2,0117	M (CR +A)
PN4	0,778	1,1341	Α
PN5	1,926	2,8076	M (CR +A)
PN6	0,885	1,2914	Α
PN7	1,919	2,7974	M (CR +A)
PN8	1,396	2,035	M (CR +A)
PN9	0,953	1,3892	Α
PN10	1,06	1,5452	M (CR +A)
PN11	1,275	1,8586	M (CR +A)
PN12	1,852	2,6997	M (CR +A)
PN13	0,671	0,9783	M (CR +A)
PN14	2,443	3,5612	M (CR +A)
PN15	1,047	1,5262	M (CR +A)

**GRUPO 5 - CLEARFIL SE BOND** 

G5 – CSEB	KgF	Мра	Tipo de Falha
C1	1,047	1,5262	M (CR +A)
C2	2,43	3,5423	M (CR +A)
C3	1,718	2,5044	M (CR +A)
C4	0,698	1,0175	Α
C5	3,329	4,8528	M (CR +A)
C6	2,789	4,0656	Α
C7	2,215	3,2289	M (CR +A)
C8	1,799	2,6224	M (CR +A)
C9	1,208	1,7609	M (CR +A)
C10	2,993	4,363	M (CR +A)
C11	0,9933	1,448	M (CR +A)
C12	0,6443	0,9392	M (CR +A)
C13	1,906	2,7784	M (CR +A)
C14	1,383	2,016	M (CR +A)
C15	2,349	3,4242	M (CR +A)

153

GRUPO 6 - NaOCI + CLEARFIL SE BOND

G6 - NaOCI + CSEB	KgF	MPa	Tipo de Falha
CN1	0,953	1,3892	Α
CN2	1,49	2,172	Α
CN3	1,114	1,6239	Α
CN4	1,611	2,3484	Α
CN5	1,315	1,9169	M (CR +A)
CN6	1,047	1,5262	M (CR +A)
CN7	1,315	1,9169	Α
CN8	1,664	2,4257	M (CR +A)
CN9	1,624	2,3673	M (CR +A)
CN10	3,96	5,7726	M (CR +A)
CN11	0,8322	1,2131	M (CR +A)
CN12	1,181	1,7216	M (CR +A)
CN13	0,7383	1,0762	M (CR +A)
CN14	1,678	2,4461	M (CR +A)
CN15	1,517	2,2114	A

## Legenda:

A = falha adesiva

CD = falha coesiva na dentina

CR = falha coesiva na resina

M = falha mista (CR +A)

# **ANEXO 3**

Análise estatística do ensaio de resistência ao cisalhamento de sistemas de união aplicados à dentina desmineralizada e desmineralizada e desproteinizada em dentes decíduos.

#### Análise de Variância

#### The GLM Procedure

#### Class Level Information

Class	Levels	Values
Material	3	CSEB PB SB
NaOCI	2	com sem

#### Número de observações 90

#### Listagem dos dados para conferência

#### Variável dependente: 1\_mpa

Source	DF	Sum of Squares	Mean Square	F value	Pr > F
Model	5	2.47869719	0.49573944	2.98	0.0158
Error	84	13.95546226	0.16613646		
Corrected Total	89	16.43415946			
R-Square		Coeff Var	Root MSE	1_mpa	a Mean
0.150826		50.40437	0.407598	0.80	8657
0	, r-	T 100		<b>.</b> .	
Source	DF	Type I SS	Mean Square	F value	Pr > F
Material	2	2.06193790	1.03096895	6.21	0.0031*
NaOCI	1	0.34675604	0.34675604	2.09	0.1523 <sup>NS</sup>
Material*naoci	2	0.07000325	0.03500163	0.21	0.8105 <sup>NS</sup>

<sup>\*</sup> significativo

NS - não significativo

## Tukey's Studentized Range (HSD) Test for 1\_mpa

Alpha	0.05
Error Degrees of Freedom	84
Error Mean Square	0.166136
Critical Value of Studentized Range	3.37428
Minimum Significant Difference	0.2511

#### Médias com a mesma letra não são significativamente diferentes

Tukey Grouping	Mean	N	Material
Ä	1.0091	30	SB
AB	0.7736	30	CSEB
В	0.6433	30	PB

Alpha 0.05
Error Degrees of Freedom 84
Error Mean Square 0.166136
Critical Value of Studentized Range 2.81232
Minimum Significant Difference 0.1709

#### Médias com a mesma letra não são significativamente diferentes

Tukey Grouping	Mean	N	NaOCI
Ä	0.87073	45	Sem
Α	0.74659	45	Com

#### Least Squares Means

#### Adjustment for Multiple Comparisons: Tukey

Material	NaOCI	1_mpa LSMEAN	LSMEAN Number
CSEB	Com	0.67774159	1
CSEB	Sem	0.86944024	2
PB	Com	0.58049677	3
PB	Sem	0.70613195	4
SB	Com	0.98151824	5
SB	Sem	1.03661216	6

#### Least Squares Means for effect material\*naocl

Pr > It I for HO: LSMEAN (i) = LSMEAN (j)

### Variável dependente: 1\_mpa

l/j	1	2	3	4	5	6
1		0.7907	0.9864	1.0000	0.3284	0.1642
2	0.7907		0.3848	0.8812	0.9744	0.8704
3	0.9864	0.3848		0.9582	0.0871	0.0337
4	1.0000	0.8812	0.9582		0.4398	0.2395
5	0.3284	0.9744	0.0871	0.4398		0.9991
6	0.1642	0.8704	0.0337	0.2395	0.9991	

## Estatística simples dos dados originais

#### The MEANS Procedure

Análise da Variável: mpa MPa

					Lower 95%	Upper 95% CL
Material	N Obs.	Means	Std Dev	Std. Error	CL for mean	for Mean
CSEB	30	2.407	1.176	0.215	1.968	2.846
PB	30	1.978	0.559	0.102	1.770	2.187
SB	30	3.053	1.672	0.305	2.429	3,677

Análise da Variável: mpa MPa

					Lower 95%	Upper 95% CL
NaOCI	N Obs.	Means	Std Dev	Std. Error	CL for mean	for Mean
Com	45	2.329	1.163	0.173	1.980	2.679
Sem	45	2.630	1.400	0.209	2.209	3.050

Análise da Variável : mpa MPa

Material	NaOCI	N Obs.	Means	Std Dev	Std. Error	Lower 95% CL for mean	Upper 95% CL for Mean
CSEB	Com	15	2.142	1.100	0.284	1.533	2.751
	Sem	15	2.673	1.226	0.317	1.994	3.352
PB	Com	15	1.913	0.748	0.193	1.498	2.327
	Sem	15	2.044	0.278	0.0719	1.890	2.198
SB	Com	15	2.934	1.367	0.353	2.177	3.691
	sem	15	3.172	1.973	0.509	2.080	4.265

#### Listagem dos dados para conferência

Obs 1	Material SB	NaOCI Sem	Repetição 1	MPa 2.4461	1_mpa 0.89449
2	SB	Com	1	4.9898	1.60740
3	SB	Sem	2	2.7595	1.01505
4	SB	Com	2	2.7595	1.01505
5	SB	Sem	3	2.8571	1.04981
6	SB	Com	3	2.8178	1.03596
7	SB	sem	4	2.2886	0.82794
8	SB	Com	4	1.5656	0.44827
9	SB	Sem	5	2.6603	0.97844
10	SB	com	5	1.1741	0.16050
11	SB	Sem	6	5.1851	1.64579
12	SB	Com	6	5.8120	1.75992
13	SB	Sem	7	1.4480	0.37018
14	SB	Com	7	5.0481	1.61901
15	SB	Sem	8	2.9548	1.08343

16         SB         Com         8         1,9169         0.65071           17         SB         Sem         9         9,4708         2,24821           19         SB         Sem         10         1,5845         0.46027           20         SB         Sem         10         1,5845         0.46027           21         SB         Sem         11         2,1631         0.76691           21         SB         Sem         11         2,6020         0.95628           22         SB         Com         11         2,6020         0.95628           23         SB         Sem         12         2,2086         0.82794           24         SB         Com         12         2,0933         0.73874           25         SB         Sem         13         3,6006         1,28110           27         SB         Sem         13         3,6006         1,28110           27         SB         Sem         14         2,1910         0,78436           28         SB         Com         14         1,8980         0,64080           29         SB         Sem         15         2,4257<	Obs	Material	NaOCI	Repetição	MPa	1_mpa
17         SB         Sem         9         9         3.0525         1.1158           19         SB         Sem         10         1.5845         0.46027           20         SB         com         10         2.1531         0.76691           21         SB         Sem         11         2.6020         0.95528           22         SB         Com         11         2.6020         0.95528           23         SB         Sem         12         2.2886         0.82794           24         SB         Com         12         2.2933         0.73874           25         SB         Sem         13         2.8571         1.04981           26         SB         Com         13         3.6006         1.28110           27         SB         Sem         14         2.1910         0.78436           28         SB         Com         14         1.8980         0.64080           29         SB         Sem         15         2.2548         0.92616           31         PB         Sem         15         2.2548         0.92616           32         PB         Sem         1						
18         SB         Com         9         3.0525         1.11596           19         SB         Sem         10         1.5845         0.46027           20         SB         com         10         2.1531         0.76691           21         SB         Sem         11         4.1676         1.42734           22         SB         Com         11         2.6020         0.95628           23         SB         Sem         12         2.2886         0.82794           24         SB         Com         12         2.0933         0.73874           25         SB         Sem         13         2.8000         1.04981           26         SB         Com         13         3.6006         1.28110           27         SB         Sem         14         1.8980         0.64080           29         SB         Sem         15         2.4257         0.88612           30         SB         Com         15         2.5248         0.9261           31         PB         Sem         1         1.7026         0.53216           31         PB         Sem         1         1.12327 </td <td></td> <td></td> <td></td> <td></td> <td></td> <td>2.24821</td>						2.24821
20         SB         com         10         2.1531         0.76691           21         SB         Sem         11         4.1676         1.42734           22         SB         Com         11         2.6020         0.95628           23         SB         Sem         12         2.2886         0.82794           24         SB         Com         12         2.0933         0.73874           25         SB         Sem         13         2.8571         1.04981           26         SB         Com         13         3.6006         1.28110           27         SB         Sem         14         2.1910         0.78436           28         SB         Com         14         1.8980         0.64080           29         SB         Sem         15         2.2257         0.88612           30         SB         Com         15         2.5248         0.92616           31         PB         Sem         1         1.7026         0.53216           31         PB         Sem         1         1.7026         0.53216           32         PB         Com         1         1.2327 </td <td></td> <td>SB</td> <td></td> <td></td> <td>3.0525</td> <td>1.11596</td>		SB			3.0525	1.11596
20         SB         com         10         2,1531         0,76691           21         SB         Sem         11         4,1676         1,4273           22         SB         Com         11         2,6020         0,95628           23         SB         Sem         12         2,2886         0,82794           24         SB         Com         12         2,0933         0,73874           25         SB         Sem         13         2,6571         1,04981           26         SB         Com         13         3,6006         1,28110         0,78436           26         SB         Com         14         1,8980         0,64080         0,64080           29         SB         Sem         14         1,8980         0,64080         0,64080           29         SB         Sem         15         2,2548         0,92616         30         1         1,7026         0,53216         30         30         SB         Com         15         2,5248         0,92616         31         1,910         7,788         Sem         1         1,7026         0,53216         33         1,92612         33         2,011         <	19	SB	Sem	10	1.5845	0.46027
22 SB Com 11 2.6020 0.95628 23 SB Sem 12 2.2886 0.82794 24 SB Com 12 2.0933 0.73874 25 SB Sem 13 2.8571 1.04981 26 SB Com 13 3.6006 1.28110 27 SB Sem 14 2.1910 0.78436 28 SB Com 14 1.8980 0.64080 29 SB Sem 15 2.4257 0.88612 30 SB Com 15 2.5248 0.92616 31 PB Sem 1 1.7026 0.55216 31 PB Sem 2 2.6020 0.95628 34 PB Com 2 1.8192 0.59840 35 PB Sem 3 2.2303 0.80214 36 PB Sem 3 2.2303 0.80214 36 PB Sem 4 1.9563 0.67105 37 PB Sem 4 1.9563 0.67105 38 PB Sem 5 1.9563 0.67105 40 PB Com 6 1.2912 0.25573 41 PB Sem 6 1.8980 0.64080 42 PB Com 6 1.2912 0.25573 41 PB Sem 7 2.1910 0.78436 44 PB Com 7 2.7974 1.02869 45 PB Sem 8 1.9169 0.65071 47 PB Sem 9 1.5656 0.44827 48 PB Com 9 1.3892 0.32873 40 PB Sem 9 1.5656 0.44827 41 PB Sem 9 1.5656 0.44827 42 PB Com 9 1.3892 0.32873 43 PB Sem 1 1.99869 0.65071 44 PB Com 7 2.7974 1.02869 45 PB Sem 9 1.5656 0.44827 48 PB Com 9 1.3892 0.32873 59 PB Sem 11 1.9373 0.66130 50 PB Sem 15 2.1910 0.78436 60 PB Sem 15 2.1910 0.78436 61 CSEB Sem 1 1.5262 0.42278 62 CSEB Sem 3 2.5044 0.91806 63 CSEB Sem 3 2.5044 0.91806 64 CSEB Sem 3 2.5044 0.91806 65 CSEB Sem 3 2.5044 0.91806 66 CSEB Com 4 2.3484 0.85373 69 CSEB Sem 5 4.8528 1.57956	20	SB		10	2.1531	0.76691
23         SB         Sem         12         2.2886         0.82794           24         SB         Com         12         2.0933         0.73874           25         SB         Sem         13         2.85571         1.04981           26         SB         Com         13         3.6006         1.28110           27         SB         Sem         14         2.1910         0.78436           28         SB         Com         14         1.8980         0.64080           29         SB         Sem         15         2.4257         0.88612           30         SB         Com         15         2.5248         0.92616           31         PB         Sem         1         1.7026         0.53216           32         PB         Sem         1         1.7026         0.53216           32         PB         Sem         2         2.6020         0.95628           34         PB         Sem         2         2.6020         0.95628           34         PB         Sem         3         2.2303         0.80214           35         PB         Sem         3         2.2303 <td>21</td> <td>SB</td> <td>Sem</td> <td>11</td> <td>4.1676</td> <td>1.42734</td>	21	SB	Sem	11	4.1676	1.42734
24 SB Com 12 2.0933 0.73874 25 SB Sem 13 2.8571 1.04981 26 SB Com 13 3.6006 1.28110 27 SB Sem 14 2.1910 0.78436 28 SB Com 14 1.8980 0.64080 29 SB Sem 15 2.4257 0.88612 30 SB Com 15 2.5248 0.92616 31 PB Sem 1 1.7026 0.53216 32 PB Com 1 1.2327 0.20921 33 PB Sem 2 2.6020 0.95528 34 PB Com 2 1.8192 0.59840 35 PB Sem 3 2.2303 0.80214 36 PB Sem 3 2.2303 0.80214 36 PB Sem 3 2.2303 0.80214 36 PB Sem 4 1.9563 0.67105 38 PB Sem 4 1.9563 0.67105 38 PB Com 4 1.1341 0.12584 39 PB Sem 5 1.9563 0.67105 40 PB Com 5 1.8980 0.64080 42 PB Com 6 1.2912 0.25573 41 PB Sem 6 1.8980 0.64080 42 PB Com 6 1.2912 0.25573 44 PB Com 7 2.7974 1.02869 45 PB Sem 8 1.9169 0.65071 47 PB Sem 9 1.5666 0.44827 48 PB Com 9 1.3892 0.32873 49 PB Sem 9 1.5666 0.44827 48 PB Com 1 1.8982 0.32873 49 PB Sem 10 2.3673 0.86175 50 PB Sem 11 1.9373 0.66130 52 PB Com 11 1.9373 0.66130 53 PB Sem 12 2.1910 0.78436 54 PB Sem 10 1.5452 0.43515 55 PB Sem 11 1.9373 0.66130 55 PB Sem 12 2.1910 0.78436 56 PB Com 13 0.9783 0.02194 57 PB Sem 10 2.36673 0.86175 50 PB Sem 11 1.9373 0.66130 51 PB Sem 12 2.1910 0.78436 53 PB Sem 11 1.9373 0.66130 54 PB Sem 15 2.1910 0.78436 55 PB Sem 15 2.1910 0.78436 56 PB Com 13 0.9783 0.02194 57 PB Sem 10 2.36673 0.86175 59 PB Sem 15 2.1910 0.78436 50 PB Sem 15 2.1910 0.78436 51 PB Sem 10 2.3673 0.86175 50 PB Sem 11 1.9373 0.66130 51 PB Sem 12 2.1910 0.78436 54 PB Sem 15 2.1910 0.78436 55 PB Sem 15 2.1910 0.78436 66 PB Com 15 1.5262 0.42278 67 CSEB Sem 1 1.5262 0.42278 68 CSEB Sem 3 2.5044 0.91805 68 CSEB Sem 3 2.5044 0.91805 68 CSEB Sem 4 1.0175 0.01755 69 CSEB Sem 5 4.8528 1.57956	22	SB	Com	11	2.6020	0.95628
25 SB Sem 13 2.8571 1.04981 26 SB Com 13 3.6006 1.28110 27 SB Sem 14 2.1910 0.78436 28 SB Com 14 1.8990 0.64080 29 SB Sem 15 2.4257 0.88612 30 SB Com 15 2.5248 0.92616 31 PB Sem 1 1.7026 0.53216 32 PB Com 1 1.2327 0.20921 33 PB Sem 2 2.6020 0.95628 34 PB Com 2 1.8192 0.59840 35 PB Sem 3 2.2303 0.80214 36 PB Com 3 2.2117 0.68918 37 PB Sem 4 1.9563 0.67105 38 PB Com 4 1.9563 0.67105 38 PB Com 4 1.9563 0.67105 38 PB Com 5 2.8076 1.03233 41 PB Sem 5 1.9563 0.67105 40 PB Com 6 1.2912 0.25573 43 PB Sem 7 2.1910 0.78436 44 PB Com 6 1.2912 0.25573 43 PB Sem 7 2.1910 0.78436 44 PB Com 6 1.2912 0.25573 43 PB Sem 7 2.1910 0.78436 44 PB Com 8 2.0350 0.71050 47 PB Sem 9 1.5656 0.44827 48 PB Com 9 1.3882 0.32873 49 PB Sem 10 2.3673 0.86175 50 PB Sem 11 1.9373 0.66130 52 PB Sem 11 1.9373 0.86175 50 PB Sem 11 1.9373 0.86175 50 PB Sem 12 2.6997 0.99314 55 PB Sem 11 1.9373 0.66130 52 PB Sem 12 2.6997 0.99314 55 PB Sem 11 1.9373 0.66130 52 PB Sem 12 2.6997 0.99314 55 PB Sem 11 1.9373 0.66130 52 PB Sem 12 2.6997 0.99314 55 PB Sem 12 2.6997 0.99314 55 PB Sem 13 2.2507 0.81124 56 PB Sem 14 1.7026 0.55216 58 PB Sem 15 1.5262 0.42278 61 CSEB Sem 1 1.5262 0.42278 61 CSEB Sem 2 3.5423 1.26478 64 CSEB Com 2 2.1720 0.77565 66 CSEB Com 3 1.6239 0.48483 67 CSEB Sem 4 1.0175 0.01735 68 CSEB Sem 4 1.0175 0.01735 68 CSEB Sem 4 1.0175 0.01735 68 CSEB Sem 4 1.0175 0.01735 69 CSEB Sem 5 4.8528 1.57956	23		Sem	12	2.2886	
26         SB         Sem         14         2.1910         0.78436           27         SB         Sem         14         2.1910         0.78436           28         SB         Com         14         1.8980         0.64080           29         SB         Sem         15         2.4257         0.88612           30         SB         Com         15         2.5248         0.92616           31         PB         Sem         1         1.7026         0.53216           31         PB         Sem         1         1.7227         0.2021           32         PB         Com         1         1.2327         0.20221           33         PB         Sem         2         2.6020         0.95628           34         PB         Com         2         1.8192         0.59840           35         PB         Sem         3         2.2117         0.6988           36         PB         Com         3         2.0117         0.6988           37         PB         Sem         4         1.9563         0.67105           38         PB         Com         3         2.0117	24				2.0933	
27         SB         Sem         14         2.1910         0.78436           28         SB         Com         14         1.8980         0.64080           29         SB         Sem         15         2.4257         0.88612           30         SB         Com         15         2.5248         0.92616           31         PB         Sem         1         1.7026         0.53216           31         PB         Sem         1         1.7026         0.53216           32         PB         Com         1         1.2327         0.20921           33         PB         Sem         2         2.6020         0.95628           34         PB         Com         2         1.8192         0.58840           35         PB         Sem         3         2.2303         0.80214           36         PB         Com         3         2.0117         0.69898           37         PB         Sem         4         1.9563         0.67105           38         PB         Com         4         1.1341         0.12584           39         PB         Sem         5         1.9563			Sem			
28 SB Com 14 1,8980 0,64080 29 SB Sem 15 2,4257 0,88610 30 SB Com 15 2,5248 0,92616 31 PB Sem 1 1,7026 0,53216 31 PB Sem 1 1,7026 0,53216 32 PB Com 1 1,2327 0,20921 33 PB Sem 2 2,6020 0,95628 34 PB Com 2 1,8192 0,59840 35 PB Sem 3 2,2303 0,80214 36 PB Com 3 2,0117 0,69898 37 PB Sem 4 1,9563 0,67105 38 PB Com 4 1,1341 0,12584 39 PB Sem 5 1,9563 0,67105 40 PB Com 5 2,8076 1,03233 41 PB Sem 6 1,8980 0,64080 42 PB Com 6 1,2912 0,25573 41 PB Sem 6 1,9860 0,64080 42 PB Com 6 1,2912 0,25573 44 PB Com 7 2,7974 1,02869 45 PB Sem 8 1,9169 0,65071 46 PB Com 7 2,7974 1,02869 45 PB Sem 8 1,9169 0,65071 46 PB Com 9 1,3892 0,32873 47 PB Sem 9 1,5656 0,44827 48 PB Com 9 1,3892 0,32873 49 PB Sem 10 2,3673 0,86175 50 PB Com 10 1,5452 0,43515 51 PB Sem 11 1,9373 0,66130 52 PB Sem 11 1,9373 0,66130 54 PB Com 12 2,6997 0,99314 55 PB Sem 13 2,2507 0,81124 56 PB Com 14 3,5612 1,27010 57 PB Sem 15 1,5262 0,42578 60 PB Com 15 1,5262 0,42278 61 CSEB Sem 1 1,5262 0,42278 63 CSEB Sem 2 3,5423 1,26478 64 CSEB Com 2 2,1720 0,77566 65 CSEB Sem 4 1,0175 0,01736 66 CSEB Com 3 1,6239 0,48483 67 CSEB Sem 4 1,0175 0,01736 68 CSEB Sem 4 1,0175 0,01736 69 CSEB Sem 5 4,8528 1,57956						
29         SB         Sem         15         2.4257         0.88612           30         SB         Com         15         2.5248         0.92616           31         PB         Sem         1         1.7026         0.53216           32         PB         Com         1         1.2327         0.20921           33         PB         Sem         2         2.6020         0.95624           34         PB         Com         2         1.8192         0.59840           35         PB         Sem         3         2.2303         0.80214           36         PB         Com         3         2.0117         0.6988           37         PB         Sem         4         1.9563         0.67105           38         PB         Com         4         1.1341         0.12584           39         PB         Sem         5         1.9563         0.67105           38         PB         Com         4         1.1341         0.12584           39         PB         Sem         5         1.9663         0.67105           40         PB         Com         5         2.8076						
30 SB Com 15 2.5248 0.92616 31 PB Sem 1 1.7026 0.53216 32 PB Com 1 1.2327 0.20921 33 PB Sem 2 2.6020 0.95628 34 PB Com 2 1.8192 0.59840 35 PB Sem 3 2.2303 0.80214 36 PB Com 3 2.0117 0.69898 37 PB Sem 4 1.9563 0.67105 38 PB Com 4 1.1341 0.12584 39 PB Sem 5 1.9563 0.67105 40 PB Com 5 2.8076 1.03233 41 PB Sem 6 1.8980 0.64080 42 PB Com 6 1.2912 0.25573 43 PB Sem 7 2.1910 0.78436 44 PB Com 7 2.7974 1.02869 45 PB Sem 8 1.9169 0.65071 46 PB Com 8 2.0350 0.71050 47 PB Sem 9 1.5656 0.44827 48 PB Com 9 1.3892 0.32873 49 PB Sem 10 2.3673 0.86175 50 PB Sem 10 2.3673 0.86175 51 PB Sem 10 2.3673 0.86175 50 PB Sem 11 1.9373 0.66130 52 PB Com 12 2.6997 0.99314 55 PB Sem 11 1.9373 0.66130 54 PB Com 12 2.6997 0.99314 55 PB Sem 13 2.2507 0.91316 56 PB Com 13 0.9783 0.02194 57 PB Sem 14 1.7026 0.53216 58 PB Sem 15 2.1910 0.78436 60 PB Com 1 1.5262 0.42278 61 CSEB Sem 1 1.5262 0.42278 62 CSEB Com 2 3.5423 1.26478 64 CSEB Com 3 1.6239 0.48483 67 CSEB Sem 4 1.0175 0.01735 68 CSEB Com 4 2.3484 0.8528						
31         PB         Sem         1         1.7026         0.53216           32         PB         Com         1         1.2327         0.20921           33         PB         Sem         2         2.6020         0.95628           34         PB         Com         2         1.8192         0.59840           35         PB         Sem         3         2.2033         0.80214           36         PB         Com         3         2.0117         0.69898           37         PB         Sem         4         1.9563         0.67105           38         PB         Com         4         1.1341         0.12584           39         PB         Sem         5         1.9563         0.67105           40         PB         Com         5         2.8076         1.03233           41         PB         Sem         6         1.8980         0.64080           42         PB         Com         6         1.2912         0.25573           43         PB         Sem         7         2.1910         0.78436           45         PB         Sem         7         2.1910						
32         PB         Com         1         1,2327         0,20921           33         PB         Sem         2         2,6020         0,95628           34         PB         Com         2         1,8192         0,59840           35         PB         Sem         3         2,2303         0,80214           36         PB         Com         3         2,0117         0,69898           37         PB         Sem         4         1,9563         0,67105           38         PB         Com         4         1,1341         0,12584           39         PB         Sem         5         1,9563         0,67105           40         PB         Com         5         2,8076         1,03233           41         PB         Sem         6         1,8980         0,64080           42         PB         Com         6         1,2912         0,25573           43         PB         Sem         7         2,1910         0,78436           44         PB         Com         7         2,7974         1,02869           45         PB         Sem         8         1,9169						
33         PB         Sem         2         2.6020         0.95628           34         PB         Com         2         1.8192         0.59840           35         PB         Sem         3         2.2303         0.80214           36         PB         Com         3         2.0117         0.69898           37         PB         Sem         4         1.9563         0.67105           38         PB         Com         4         1.1341         0.12584           39         PB         Sem         5         1.9563         0.67105           40         PB         Com         5         2.8076         1.03233           41         PB         Sem         6         1.8980         0.64080           42         PB         Com         6         1.2912         0.25573           43         PB         Sem         7         2.1910         0.78436           44         PB         Com         7         2.7974         1.02869           45         PB         Sem         8         1.9169         0.65071           44         PB         Com         7         2.7974						
35         PB         Sem         3         2.2303         0.80214           36         PB         Com         3         2.0117         0.69898           37         PB         Sem         4         1.9563         0.67105           38         PB         Com         4         1.1341         0.12584           39         PB         Sem         5         1.9563         0.67105           40         PB         Sem         5         2.8076         1.03233           40         PB         Sem         6         1.8980         0.64080           42         PB         Sem         6         1.8980         0.64080           42         PB         Sem         6         1.2912         0.25573           43         PB         Sem         7         2.1910         0.78436           44         PB         Com         7         2.7974         1.02869           45         PB         Sem         8         1.9169         0.65071           46         PB         Com         7         2.7974         1.02869           47         PB         Sem         8         1.9169						
35         PB         Sem         3         2.2303         0.80214           36         PB         Com         3         2.0117         0.69898           37         PB         Sem         4         1.9563         0.67105           38         PB         Com         4         1.1341         0.12584           39         PB         Sem         5         1.9563         0.67105           40         PB         Sem         5         2.8076         1.03233           40         PB         Sem         6         1.8980         0.64080           42         PB         Sem         6         1.8980         0.64080           42         PB         Sem         6         1.2912         0.25573           43         PB         Sem         7         2.1910         0.78436           44         PB         Com         7         2.7974         1.02869           45         PB         Sem         8         1.9169         0.65071           46         PB         Com         7         2.7974         1.02869           47         PB         Sem         8         1.9169				2		
37         PB         Sem         4         1,9563         0,67105           38         PB         Com         4         1,1341         0,12584           40         PB         Sem         5         1,9563         0,67105           40         PB         Com         5         2,8076         1,03233           41         PB         Sem         6         1,8980         0,64080           42         PB         Com         6         1,2912         0,25573           43         PB         Sem         7         2,1910         0,78436           44         PB         Com         7         2,7974         1,02869           45         PB         Sem         8         1,9169         0,65071           46         PB         Com         8         2,0350         0,71050           47         PB         Sem         9         1,5656         0,44827           48         PB         Com         9         1,3892         0,32873           49         PB         Sem         10         1,5452         0,43515           51         PB         Sem         11         1,9373				2		
37         PB         Sem         4         1,9563         0,67105           38         PB         Com         4         1,1341         0,12584           40         PB         Sem         5         1,9563         0,67105           40         PB         Com         5         2,8076         1,03233           41         PB         Sem         6         1,8980         0,64080           42         PB         Com         6         1,2912         0,25573           43         PB         Sem         7         2,1910         0,78436           44         PB         Com         7         2,7974         1,02869           45         PB         Sem         8         1,9169         0,65071           46         PB         Com         8         2,0350         0,71050           47         PB         Sem         9         1,5656         0,44827           48         PB         Com         9         1,3892         0,32873           49         PB         Sem         10         1,5452         0,43515           51         PB         Sem         11         1,9373				3		
38         PB         Com         4         1.1341         0.12584           39         PB         Sem         5         1.9563         0.67105           40         PB         Com         5         2.8076         1.03233           41         PB         Sem         6         1.8980         0.64080           42         PB         Com         6         1.2912         0.25573           43         PB         Sem         7         2.1910         0.78436           44         PB         Com         7         2.7974         1.02869           45         PB         Sem         8         1.9169         0.65071           46         PB         Com         8         2.0350         0.71050           47         PB         Sem         8         1.9169         0.65071           48         PB         Com         8         2.0350         0.71050           47         PB         Sem         9         1.5656         0.44827           48         PB         Com         9         1.3892         0.32873           49         PB         Sem         10         1.5452				3		
39         PB         Sem         5         1.9563         0.67105           40         PB         Com         5         2.8076         1.03233           41         PB         Sem         6         1.8980         0.64080           42         PB         Com         6         1.2912         0.25573           43         PB         Sem         7         2.1910         0.78436           44         PB         Com         7         2.7974         1.02869           45         PB         Sem         8         1.9169         0.65071           46         PB         Com         8         2.0350         0.71050           47         PB         Sem         9         1.5656         0.44827           48         PB         Com         9         1.3892         0.32873           49         PB         Sem         10         2.3673         0.86175           50         PB         Com         10         1.5452         0.43515           51         PB         Sem         11         1.9373         0.66130           52         PB         Com         11         1.8586						
40         PB         Com         5         2.8076         1.03233           41         PB         Sem         6         1.8980         0.64080           42         PB         Com         6         1.2912         0.25573           43         PB         Sem         7         2.1910         0.78436           44         PB         Com         7         2.7974         1.02869           45         PB         Sem         8         1.9169         0.65071           46         PB         Com         8         2.0350         0.71050           47         PB         Sem         9         1.5656         0.44827           48         PB         Com         9         1.3892         0.32873           49         PB         Sem         10         2.3673         0.86175           50         PB         Com         10         1.5452         0.43515           51         PB         Sem         11         1.9373         0.66130           52         PB         Com         11         1.8586         0.61982           53         PB         Sem         12         2.1910						
41         PB         Sem         6         1.8980         0.64080           42         PB         Com         6         1.2912         0.25573           43         PB         Sem         7         2.1910         0.78436           44         PB         Com         7         2.7974         1.02869           45         PB         Sem         8         1.9169         0.65071           46         PB         Com         8         2.0350         0.71050           47         PB         Sem         9         1.5656         0.44827           48         PB         Com         9         1.3892         0.32873           49         PB         Sem         10         2.3673         0.86175           50         PB         Sem         10         2.3673         0.86175           51         PB         Sem         11         1.9373         0.66130           52         PB         Com         11         1.8586         0.61982           53         PB         Sem         12         2.1910         0.78436           54         PB         Com         12         2.6997				5		
42       PB       Com       6       1.2912       0.25573         43       PB       Sem       7       2.1910       0.78436         44       PB       Com       7       2.7974       1.02869         45       PB       Sem       8       1.9169       0.65071         46       PB       Com       8       2.0350       0.71050         47       PB       Sem       9       1.5656       0.44827         48       PB       Com       9       1.3892       0.32873         49       PB       Sem       10       2.3673       0.86175         50       PB       Com       10       1.5452       0.43515         51       PB       Sem       11       1.9373       0.66130         52       PB       Com       11       1.8586       0.61982         53       PB       Sem       12       2.1910       0.78436         54       PB       Com       12       2.6997       0.99314         55       PB       Sem       13       2.2507       0.81124         56       PB       Com       13       0.9783       0.02194 </td <td></td> <td></td> <td></td> <td></td> <td></td> <td></td>						
43         PB         Sem         7         2.1910         0.78436           44         PB         Com         7         2.7974         1.02869           45         PB         Sem         8         1.9169         0.65071           46         PB         Com         8         2.0350         0.71050           47         PB         Sem         9         1.5656         0.44827           48         PB         Com         9         1.3892         0.32873           49         PB         Sem         10         2.3673         0.86175           50         PB         Sem         10         2.3673         0.86175           50         PB         Sem         11         1.9373         0.66130           52         PB         Sem         11         1.9373         0.66130           52         PB         Sem         12         2.1910         0.78436           54         PB         Sem         12         2.1910         0.78436           54         PB         Sem         13         2.2507         0.81124           56         PB         Sem         13         0.9783						
44         PB         Com         7         2.7974         1.02869           45         PB         Sem         8         1.9169         0.65071           46         PB         Com         8         2.0350         0.71050           47         PB         Sem         9         1.5656         0.44827           48         PB         Sem         9         1.5656         0.44827           48         PB         Com         9         1.3892         0.32873           49         PB         Sem         10         2.3673         0.86175           50         PB         Com         10         1.5452         0.43515           51         PB         Sem         11         1.9373         0.66130           52         PB         Com         11         1.8586         0.61982           53         PB         Sem         12         2.1910         0.78436           54         PB         Com         12         2.6997         0.99314           55         PB         Sem         13         2.2507         0.81124           56         PB         Com         13         0.9783				5		
45         PB         Sem         8         1.9169         0.65071           46         PB         Com         8         2.0350         0.71050           47         PB         Sem         9         1.5656         0.44827           48         PB         Com         9         1.3892         0.32873           49         PB         Sem         10         2.3673         0.86175           50         PB         Com         10         1.5452         0.43515           51         PB         Sem         11         1.9373         0.66130           52         PB         Com         11         1.8586         0.61982           53         PB         Sem         12         2.1910         0.78436           54         PB         Com         12         2.6997         0.99314           55         PB         Sem         13         2.2507         0.81124           56         PB         Com         13         0.9783         0.02194           57         PB         Sem         14         1.7026         0.53216           58         PB         Com         14         3.5612 <td></td> <td></td> <td></td> <td></td> <td></td> <td></td>						
46         PB         Com         8         2.0350         0.71050           47         PB         Sem         9         1.5656         0.44827           48         PB         Com         9         1.3892         0.32873           49         PB         Sem         10         2.3673         0.86175           50         PB         Sem         10         1.5452         0.43515           50         PB         Sem         11         1.9373         0.66130           51         PB         Sem         11         1.9373         0.66130           52         PB         Sem         12         2.1910         0.78436           53         PB         Sem         12         2.1910         0.78436           54         PB         Com         12         2.6997         0.99314           55         PB         Sem         13         2.2507         0.81124           56         PB         Com         13         0.9783         0.02194           57         PB         Sem         14         1.7026         0.53216           58         PB         Com         14         3.5612 </td <td></td> <td></td> <td></td> <td></td> <td></td> <td></td>						
47         PB         Sem         9         1.5656         0.44827           48         PB         Com         9         1.3892         0.32873           49         PB         Sem         10         2.3673         0.86175           50         PB         Com         10         1.5452         0.43515           51         PB         Sem         11         1.9373         0.66130           52         PB         Com         11         1.8586         0.61982           53         PB         Sem         12         2.1910         0.78436           54         PB         Com         12         2.6997         0.99314           55         PB         Sem         13         2.2507         0.81124           56         PB         Sem         13         2.2507         0.81124           56         PB         Sem         13         0.9783         0.02194           57         PB         Sem         14         1.7026         0.53216           58         PB         Com         14         3.5612         1.27010           59         PB         sem         15         2.1910<						
48         PB         Com         9         1.3892         0.32873           49         PB         Sem         10         2.3673         0.86175           50         PB         Com         10         1.5452         0.43515           51         PB         Sem         11         1.9373         0.66130           52         PB         Com         11         1.8586         0.61982           53         PB         Sem         12         2.1910         0.78436           54         PB         Com         12         2.6997         0.99314           55         PB         Sem         13         2.2507         0.81124           56         PB         Sem         13         0.9783         0.02194           57         PB         Sem         14         1.7026         0.53216           58         PB         Com         14         3.5612         1.27010           59         PB         Sem         15         2.1910         0.78436           60         PB         Com         15         1.5262         0.42278           61         CSEB         Sem         1         1.389						
49       PB       Sem       10       2.3673       0.86175         50       PB       Com       10       1.5452       0.43515         51       PB       Sem       11       1.9373       0.66130         52       PB       Com       11       1.8586       0.61982         53       PB       Sem       12       2.1910       0.78436         54       PB       Com       12       2.6997       0.99314         55       PB       Sem       13       2.2507       0.81124         56       PB       Com       13       0.9783       0.02194         57       PB       Sem       14       1.7026       0.53216         58       PB       Com       14       3.5612       1.27010         59       PB       sem       15       2.1910       0.78436         60       PB       Com       15       1.5262       0.42278         61       CSEB       Sem       1       1.5262       0.42278         62       CSEB       Com       1       1.3892       0.32873         63       CSEB       Sem       2       3.5423 <td< td=""><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td></td<>						
50         PB         Com         10         1.5452         0.43515           51         PB         Sem         11         1.9373         0.66130           52         PB         Com         11         1.8586         0.61982           53         PB         Sem         12         2.1910         0.78436           54         PB         Com         12         2.6997         0.99314           55         PB         Sem         13         2.2507         0.81124           56         PB         Sem         13         0.9783         0.02194           57         PB         Sem         14         1.7026         0.53216           58         PB         Com         14         3.5612         1.27010           59         PB         sem         15         2.1910         0.78436           60         PB         Com         15         1.5262         0.42278           61         CSEB         Sem         1         1.5262         0.42278           62         CSEB         Sem         2         3.5423         1.26478           64         CSEB         Sem         2         2.						
51         PB         Sem         11         1.9373         0.66130           52         PB         Com         11         1.8586         0.61982           53         PB         Sem         12         2.1910         0.78436           54         PB         Com         12         2.6997         0.99314           55         PB         Sem         13         2.2507         0.81124           56         PB         Sem         13         0.9783         0.02194           57         PB         Sem         14         1.7026         0.53216           58         PB         Com         14         3.5612         1.27010           59         PB         Sem         15         2.1910         0.78436           60         PB         Com         15         1.5262         0.42278           61         CSEB         Sem         1         1.5262         0.42278           62         CSEB         Com         1         1.3892         0.32873           63         CSEB         Sem         2         3.5423         1.26478           64         CSEB         Sem         3         2						
52         PB         Com         11         1,8586         0,61982           53         PB         Sem         12         2,1910         0,78436           54         PB         Com         12         2,6997         0,99314           55         PB         Sem         13         2,2507         0,81124           56         PB         Sem         13         0,9783         0,02194           57         PB         Sem         14         1,7026         0,53216           58         PB         Com         14         1,7026         0,53216           58         PB         Com         14         3,5612         1,27010           59         PB         sem         15         2,1910         0,78436           60         PB         Com         15         1,5262         0,42278           61         CSEB         Sem         1         1,5262         0,42278           62         CSEB         Com         1         1,3892         0,32873           63         CSEB         Sem         2         3,5423         1,26478           64         CSEB         Sem         3         2						
53         PB         Sem         12         2.1910         0.78436           54         PB         Com         12         2.6997         0.99314           55         PB         Sem         13         2.2507         0.81124           56         PB         Com         13         0.9783         0.02194           57         PB         Sem         14         1.7026         0.53216           58         PB         Com         14         3.5612         1.27010           59         PB         Sem         15         2.1910         0.78436           60         PB         Com         15         1.5262         0.42278           61         CSEB         Sem         1         1.5262         0.42278           62         CSEB         Sem         1         1.5262         0.42278           62         CSEB         Com         1         1.3892         0.32873           63         CSEB         Sem         2         3.5423         1.26478           64         CSEB         Com         2         2.1720         0.77565           65         CSEB         Sem         3 <td< td=""><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td></td<>						
54         PB         Com         12         2.6997         0.99314           55         PB         Sem         13         2.2507         0.81124           56         PB         Com         13         0.9783         0.02194           57         PB         Sem         14         1.7026         0.53216           58         PB         Com         14         3.5612         1.27010           59         PB         Sem         15         2.1910         0.78436           60         PB         Com         15         1.5262         0.42278           61         CSEB         Sem         1         1.5262         0.42278           62         CSEB         Sem         1         1.3892         0.32873           63         CSEB         Sem         2         3.5423         1.26478           64         CSEB         Sem         2         2.1720         0.77565           65         CSEB         Sem         3         2.5044         0.91805           66         CSEB         Com         3         1.6239         0.48483           67         CSEB         Sem         4 <t< td=""><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td></t<>						
55         PB         Sem         13         2.2507         0.81124           56         PB         Com         13         0.9783         0.02194           57         PB         Sem         14         1.7026         0.53216           58         PB         Com         14         3.5612         1.27010           59         PB         sem         15         2.1910         0.78436           60         PB         Com         15         1.5262         0.42278           61         CSEB         Sem         1         1.5262         0.42278           62         CSEB         Sem         1         1.3892         0.32873           63         CSEB         Sem         2         3.5423         1.26478           64         CSEB         Sem         2         2.1720         0.77565           65         CSEB         Sem         3         2.5044         0.91805           66         CSEB         Com         3         1.6239         0.48483           67         CSEB         Sem         4         1.0175         0.01735           68         CSEB         Com         4         <						
56         PB         Com         13         0.9783         0.02194           57         PB         Sem         14         1.7026         0.53216           58         PB         Com         14         3.5612         1.27010           59         PB         Sem         15         2.1910         0.78436           60         PB         Com         15         1.5262         0.42278           61         CSEB         Sem         1         1.5262         0.42278           62         CSEB         Sem         1         1.3892         0.32873           63         CSEB         Sem         2         3.5423         1.26478           64         CSEB         Sem         2         2.1720         0.77565           65         CSEB         Sem         3         2.5044         0.91805           66         CSEB         Com         3         1.6239         0.48483           67         CSEB         Sem         4         1.0175         0.01735           68         CSEB         Com         4         2.3484         0.85373           69         CSEB         Sem         5						
57         PB         Sem         14         1.7026         0.53216           58         PB         Com         14         3.5612         1.27010           59         PB         sem         15         2.1910         0.78436           60         PB         Com         15         1.5262         0.42278           61         CSEB         Sem         1         1.5262         0.42278           62         CSEB         Com         1         1.3892         0.32873           63         CSEB         Sem         2         3.5423         1.26478           64         CSEB         Sem         2         2.1720         0.77565           65         CSEB         Sem         3         2.5044         0.91805           66         CSEB         Com         3         1.6239         0.48483           67         CSEB         Sem         4         1.0175         0.01735           68         CSEB         Com         4         2.3484         0.85373           69         CSEB         Sem         5         4.8528         1.57956						
58         PB         Com         14         3.5612         1.27010           59         PB         sem         15         2.1910         0.78436           60         PB         Com         15         1.5262         0.42278           61         CSEB         Sem         1         1.5262         0.42278           62         CSEB         Com         1         1.3892         0.32873           63         CSEB         Sem         2         3.5423         1.26478           64         CSEB         Com         2         2.1720         0.77565           65         CSEB         Sem         3         2.5044         0.91805           66         CSEB         Com         3         1.6239         0.48483           67         CSEB         Sem         4         1.0175         0.01735           68         CSEB         Com         4         2.3484         0.85373           69         CSEB         Sem         5         4.8528         1.57956						
59         PB         sem         15         2.1910         0.78436           60         PB         Com         15         1.5262         0.42278           61         CSEB         Sem         1         1.5262         0.42278           62         CSEB         Com         1         1.3892         0.32873           63         CSEB         Sem         2         3.5423         1.26478           64         CSEB         Com         2         2.1720         0.77565           65         CSEB         Sem         3         2.5044         0.91805           66         CSEB         Com         3         1.6239         0.48483           67         CSEB         Sem         4         1.0175         0.01735           68         CSEB         Com         4         2.3484         0.85373           69         CSEB         Sem         5         4.8528         1.57956						
60         PB         Com         15         1.5262         0.42278           61         CSEB         Sem         1         1.5262         0.42278           62         CSEB         Com         1         1.3892         0.32873           63         CSEB         Sem         2         3.5423         1.26478           64         CSEB         Com         2         2.1720         0.77565           65         CSEB         Sem         3         2.5044         0.91805           66         CSEB         Com         3         1.6239         0.48483           67         CSEB         Sem         4         1.0175         0.01735           68         CSEB         Com         4         2.3484         0.85373           69         CSEB         Sem         5         4.8528         1.57956						
61         CSEB         Sem         1         1.5262         0.42278           62         CSEB         Com         1         1.3892         0.32873           63         CSEB         Sem         2         3.5423         1.26478           64         CSEB         Com         2         2.1720         0.77565           65         CSEB         Sem         3         2.5044         0.91805           66         CSEB         Com         3         1.6239         0.48483           67         CSEB         Sem         4         1.0175         0.01735           68         CSEB         Com         4         2.3484         0.85373           69         CSEB         Sem         5         4.8528         1.57956						
62         CSEB         Com         1         1.3892         0.32873           63         CSEB         Sem         2         3.5423         1.26478           64         CSEB         Com         2         2.1720         0.77565           65         CSEB         Sem         3         2.5044         0.91805           66         CSEB         Com         3         1.6239         0.48483           67         CSEB         Sem         4         1.0175         0.01735           68         CSEB         Com         4         2.3484         0.85373           69         CSEB         Sem         5         4.8528         1.57956						
63         CSEB         Sem         2         3.5423         1.26478           64         CSEB         Com         2         2.1720         0.77565           65         CSEB         Sem         3         2.5044         0.91805           66         CSEB         Com         3         1.6239         0.48483           67         CSEB         Sem         4         1.0175         0.01735           68         CSEB         Com         4         2.3484         0.85373           69         CSEB         Sem         5         4.8528         1.57956						
65       CSEB       Sem       3       2.5044       0.91805         66       CSEB       Com       3       1.6239       0.48483         67       CSEB       Sem       4       1.0175       0.01735         68       CSEB       Com       4       2.3484       0.85373         69       CSEB       Sem       5       4.8528       1.57956		CSEB				
65         CSEB         Sem         3         2.5044         0.91805           66         CSEB         Com         3         1.6239         0.48483           67         CSEB         Sem         4         1.0175         0.01735           68         CSEB         Com         4         2.3484         0.85373           69         CSEB         Sem         5         4.8528         1.57956	64	CSEB		2		0.77565
66     CSEB     Com     3     1.6239     0.48483       67     CSEB     Sem     4     1.0175     0.01735       68     CSEB     Com     4     2.3484     0.85373       69     CSEB     Sem     5     4.8528     1.57956				3		
67       CSEB       Sem       4       1.0175       0.01735         68       CSEB       Com       4       2.3484       0.85373         69       CSEB       Sem       5       4.8528       1.57956	66	CSEB				
68 CSEB Com 4 2.3484 0.85373 69 CSEB Sem 5 4.8528 1.57956		CSEB			1.0175	
69 CSEB Sem 5 4.8528 1.57956	68	CSEB				0.85373
				5	4.8528	1.57956
	70	CSEB	Com	5	1.9169	0.65071

Obs	Material	NaOCI	Repetição	MPa	1_mpa
71	CSEB	Sem	6	4.0656	1.40256
72	CSEB	Com	6	1.5262	0.42278
73	CSEB	Sem	7	3.2289	1.17214
74	CSEB	Com	7	1.9169	0.65071
75	CSEB	Sem	8	2.6224	0.96409
76	CSEB	Com	8	2.4257	0.88612
77	CSEB	Sem	9	1.7609	0.56583
78	CSEB	Com	9	2.3673	0.86175
79	CSEB	sem	10	4.3630	1.47316
80	CSEB	Com	10	5.7726	1.75312
81	CSEB	Sem	11	1.4480	0.37018
82	CSEB	Com	11	1.2131	0.19318
83	CSEB	Sem	12	0.9392	0.06273
84	CSEB	Com	12	1.7216	0.54325
85	CSEB	Sem	13	2.7784	1.02188
86	CSEB	Com	13	1.0762	0.07344
87	CSEB	Sem	14	2.0160	0.70112
88	CSEB	Com	14	2.4461	0.89449
89	CSEB	Sem	15	3.4242	0.79363
90	CSEB	com	15	2.2114	0.42278

#### Estudos de suposições para análise de variância

C. FASE2

OBSERVATIONS (N=90): all

ANALYSIS: Multiple regression and ANOVA

RESPONSE: mpa

FACTORS: material naocl CLASSES: material naocl

Model: MATERIAL, NAOCL, MATERIAL\*NAOCL

#### ASSUMPTIONS VIOLATED:

Response scaling

**Outiliers** 

Constant variance

#### INTERPRETATION:

There is statistical evidence that the explanatory variables in the model are related to the expexted value of mpa. However, some of the assumptions underlying the analysis are violated. Please explore the assumptions in detail.

#### +LAB: Optimal Power Transformation

Specify powers: (-1.5 TO 0.5 BY 0.1)

Recalculate

Power Optimal: -0.4

The optimal power transformation analysis suggests that the power –0.4 of mpa may be more easily modeled; however, this transformation is not appreciably better than its logatithm.

#### C.Fase2

OBSERVATIONS (N=90): all

ANALYSIS: Multiple regression and ANOVA

RESPONSE: log10 (mpa) FACTORS: material naocl CLASSES: material naocl

Model: MATERIAL, NAOCL, MATERIAL\*NAOCL USER - EXCLUDED OBSERVATION: none

ASSUMPTIONS VIOLATED: none

INTERPRETATION:

There is statistical evidence that the explanatory variables in the model are related to the expected value of LOG10 (mpa).

# **ANEXO 4**

Escores obtidos na análise qualitativa das fotomicrografias da área de união compósito/dentina.

Grupo 1 – Single Bond (SB)				
Amostras Escores				
1	3			
2	3			
3	3			
4	3			
5	3			

NaOCI				
Escores				
1				
1				
1				
1				
1				

Grupo 3 – Prime & Bond 2.1 (PB)			
Amostras	Escores		
1	3		
2	3		
3	3		
4	3		
5	3		

Grupo 4 – PB + NaOCI				
Amostras	Escores			
1	1			
2	1			
3	1			
4	1			
5	1			

Grupo 5 - Clearfil SE Bond (CSEB)		
Escores		
1		
1		
1		
1		
1		

CSEB	
Escores	
1	
1	
1	
1	
1	