



**UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS
FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE PIRACICABA**



**CÉSAR AUGUSTO GALVÃO ARRAIS
Cirurgião Dentista**

Estudo da união de sistemas adesivos no substrato dentinário
afetado por cárie. Efeito do condicionamento adicional na
resistência à tração.

Dissertação apresentada à Faculdade de
Odontologia de Piracicaba, da Universidade
Estadual de Campinas, para obtenção do
título de Mestre em Clínica Odontológica,
Área de Concentração em Dentística.

PIRACICABA

2003



**UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS
FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE PIRACICABA**



**CÉSAR AUGUSTO GALVÃO ARRAIS
Cirurgião Dentista**

**Estudo da união de sistemas adesivos no substrato dentinário
afetado por cárie. Efeito do condicionamento adicional na
resistência à tração.**

Dissertação apresentada à Faculdade de Odontologia de Piracicaba, da Universidade Estadual de Campinas, para obtenção do título de Mestre em Clínica Odontológica, Área de Concentração em Dentística.

Orientador: Prof. Dr. Marcelo Giannini

Banca Examinadora:
Prof. Dr. Marcelo Giannini
Prof. Dr. Osmir Batista de Oliveira Júnior
Prof^a. Dr^a. Regina Maria Puppim Rontani

PIRACICABA

2003

DEDICO ESTE TRABALHO

... AOS MEUS PAIS,

Telmo e Márcia, que têm me acompanhado em todos os momentos de minha vida, sempre me ensinando diante de todas as dificuldades e possibilitando a realização de todos os meus sonhos.

... AOS MEUS IRMÃOS,

Marcos e Cristiane, por me ensinarem a enxergar a vida e as oportunidades de diferentes maneiras, permitindo-me ter a tranquilidade necessária para superar todos os obstáculos.

AGRADECIMENTOS

À Faculdade de Odontologia de Piracicaba da Universidade Estadual de Campinas em nome do seu diretor Prof. Dr. Thalles Rocha de Matos Filho.

Ao Prof. Dr. Marcelo Giannini, por me dar a oportunidade de estar constantemente envolvido com a pesquisa, me orientando em cada passo, e por ser sempre um exemplo de honestidade, dignidade, moral e honra.

Ao Prof. Dr. Lourenço Correr Sobrinho, pela coordenação dos cursos de pós-graduação.

À Prof^a. Dr^a. Brenda Paula Figueiredo de Almeida Gomes, pela coordenação do programa de Pós-Graduação em Clínica Odontológica.

Ao Prof. Dr. Luis Alexandre Maffei Sartini Paullilo, Luís Roberto Marcondes Martins, José Roberto Lovadino, Luís André Freire Pimenta e Gisele Maria Marchi, pelo empenho e dedicação em transmitir as informações necessárias para o pleno desenvolvimento e amadurecimento de cada aluno.

Ao Prof. Dr. Simonides Consani pela abertura à utilização das dependências da Área de Materiais Dentários e utilização da máquina Universal de Ensaio Instron-4411.

À Prof^a. Dr^a. Gláucia M. Bovi Ambrosano, do Departamento de Odontologia Social da FOP, pela orientação na análise estatística.

Ao Prof. Dr. E. W. Kitajima do NAP/MEPA-ESALQ/USP, onde foram realizadas as análises microscópicas.

Aos amigos André, Vanessa, Rogério, Paulinho, Joane, Alex, Flávio e João, por compartilharmos tantas alegrias e dificuldades durante todo este tempo.

À minha namorada, amiga e companheira Vanessa, que muito me ajuda e ensina a cada dia, transmitindo-me alegria, força e vontade, fundamentais para superar todos os obstáculos.

Ao meu caro amigo, cunhado e “agregado da família” Marcos Arduca, famoso Marcão, que nunca mediu esforços para me ajudar a superar todas as dificuldades.

Aos amigos do curso de Pós-graduação.

Aos funcionários do Laboratório de Materiais Dentários, Marcos Blanco Cangiani e Selma Aparecida Barbosa Segalla, pela ajuda e esclarecimento de todas as dúvidas referentes à utilização das dependências do laboratório.

Ao Prof. Dr. M. Nakajima e Prof. Dr. J. Tagami, da Universidade de Toquio, pelo auxílio na interpretação e discussão dos resultados.

A todos que direta ou indiretamente contribuíram para o desenvolvimento deste trabalho.

SUMÁRIO

Resumo	1
Abstract	3
1 – Introdução	5
2 – Revisão de Literatura	8
3 – Proposição	39
4 – Materiais e Métodos	40
4.1 – Delineamento Experimental	40
4.1.1 – Testes de Microtração	40
4.1.2 – Testes de Microdureza	41
4.2 – Coleta, Armazenamento e Preparo dos Dentes	42
4.3 – Grupos Experimentais	43
4.4 – Técnica Restauradora	45
4.5 – Obtenção dos Espécimes	47
4.6 – Ensaio de Microtração sobre a União Adesiva em Dentina	48
4.7 – Teste de Microdureza dos Substratos Afetados por Cárie e Normais	50

4.8 – Preparo dos Espécimes para Microscopia Eletrônica de	
Varredura (Mev).....	51
5 – Resultados	54
6 – Discussão	71
7 – Conclusão	81
Referências Bibliográficas	82
Obras Consultadas	93
Anexos	94

RESUMO

Este estudo teve por objetivo avaliar o efeito do tratamento da dentina afetada por cárie (DAC) na resistência à tração (RT) de sistemas adesivos. Trinta e seis terceiros molares extraídos e não inclusos contendo DAC foram divididos aleatoriamente em oito grupos experimentais. A superfície oclusal foi seccionada no sentido perpendicular ao longo eixo do dente, expondo a superfície contendo DAC envolta por dentina normal (DN). As amostras foram abrasionadas com lixa SiC de granulação 600 até a exposição da dentina amolecida e contaminada, removida mecanicamente sobrando apenas a DAC, identificada através do critério visual e por constituir um tecido mais firme e consistente. Clearfil SE Bond/Kuraray (CF) foi palicado na DAC de acordo com as recomendações do fabricante (G1) e após condicionamento com ácido fosfórico a 35% por 15 segundos (G3). Os mesmos procedimentos experimentais foram relaizados em DN, de acordo com as instruções do fabricante (G2) e após condicionamento com ácido como descrito (G4). Single Bond/3M-ESPE (SB) foi aplicado nas superfícies dentinárias condicionadas de acordo com as recomendações do fabricante tanto em DAC (G5) como em DN (G6), e após condicionamento ácido fosfórico a 35% por 45 segundos também em DAC (G7) e em DN (G8). Os dentes foram restaurados com compósito numa altura de 8,0 mm. Foram realizadas em cada amostra secções paralelas ao longo do eixo do dente no sentido mésio-distal, com espessura de 0,6 a 0,8 mm, e uma fatia com DAC e uma com DN de cada dente foi utilizadas para os testes ($n = 9$). A região de interface teve a sua área reduzida pelos desgastes das laterais do espécime, proporcionando uma área adesiva de aproximadamente $0,8 \text{ mm}^2$. Os espécimes foram então testados em um dispositivo de microtração (0,5

mm/min) em Máquina Universal de Ensaio (Instron 4411). Os resultados foram submetidos à Análise de Variância três critérios e teste de Tukey. Foram realizadas também análises de microdureza na porção dentinária de seis espécimes fraturados de cada grupo, e os resultados submetidos à Análise de Variância fator único e ao teste de Tukey ($p < 0,05$). Os valores médios de RT (MPa) foram: (G6) = $47,99 \pm 13,65$; (G4) = $45,97 \pm 7,52$; (G2) = $41,82 \pm 10,05$; (G8) = $41,13 \pm 10,84$; (G7) = $31,83 \pm 10,06$; (G3) = $30,76 \pm 8,16$; (G5) = $23,58 \pm 9,18$; (G1) = $20,54 \pm 8,82$. Diferenças significativas foram observadas analisando-se o fator substrato e o fator tratamento apenas em DAC, quando realizadas comparações entre G3 e G1 e entre G7 e G5. Não foram evidenciadas diferenças significativas entre os adesivos para os diferentes tipos de substratos e no fator tratamento quando aplicado em DN. Os valores de dureza em Knoop foram: (G2) = $58,35 \pm 17,17$; (G4) = $56,44 \pm 5,88$; (G6) = $55,88 \pm 8,16$; (G8) = $44,56 \pm 11,56$; (G7) = $19,86 \pm 11,41$; (G3) = $12,90 \pm 5,72$; (G5) = $10,11 \pm 3,85$; (G1) = $10,63 \pm 4,03$, evidenciando o mesmo padrão de dureza para a DAC nos grupos G1, G3, G5 e G7, sempre inferior à dureza observada em DN. Portanto baseado nos resultados observados, o condicionamento adicional realizado na DAC promoveu aumento na resistência à tração para ambos sistemas adesivos ($p < 0,05$).

ABSTRACT

The purpose of this study was to evaluate the effect of additional etching on bond strengths (μ TBS) to caries-affected dentin. Thirty-six third molars with coronal dentin caries were randomly assigned to eight experimental groups. The occlusal surface was ground perpendicular to the long axis of the tooth in order to expose a flat surface where the caries lesion was surrounded by normal dentin. Samples were ground under running water with 600 grit SiC paper until exposure of caries affected dentin (CAD). This kind of substrate was determined by using the combined criteria of visual examination and mechanical removal of the soft tissue. Self-etching Clearfil SE Bond (CF) was applied on CAD either according to manufacturer's instruction (G1) or after etching with 35% phosphoric acid gel for 15 seconds before applying the adhesive system (G3). The same experimental procedures were applied on normal dentin (ND), following manufacturer's instruction (G2) and with the same etching sequence as described for G3 (G4). Single Bond (SB) was applied according to manufacturer's instructions on both caries-affected (G5) and normal dentin (G6) and the dentin surfaces were also etched with 35% phosphoric acid gel for 45 seconds before applying the adhesive system on either caries-affected (G7) or normal (G8) dentin. After being restored according to each protocol described above, the teeth were stored in distilled water at 37°C for 24 hours. Afterwards, the samples were vertically, buccal-lingually sectioned, resulting in bonded slabs, which were trimmed to an hourglass shape with a cross-sectional area of approximately 0.8mm². One slab of ND and another of CAD were obtained from each tooth to form eight experimental groups (n=9).

Specimens were tested in tension at a crosshead speed of 0.5mm/min. Results were statistically analyzed by three-way analysis of variance (ANOVA) and Tukey test. Dentin Knoop hardness (KHN) of six fractured slabs in each group was also analyzed. KHN means of the fractured slabs were statistically analyzed by ANOVA and Tukey test. The means results of μ TBS (MPa) were: (G1) = 20.54 ± 8.82 ; (G2) = 41.82 ± 10.05 ; (G3) = 30.76 ± 8.16 ; (G4) = 45.97 ± 7.52 ; (G5) = 23.58 ± 9.18 ; (G6) = 47.99 ± 13.65 ; (G7) = 31.83 ± 10.06 ; (G8) = 41.13 ± 10.84 . Significant statistical differences were found among groups when substrate and treatment influences were analyzed, although treatment did not influence μ TBS on ND. Mean results of KHN were: (G2) = 58.35 ± 17.17 ; (G4) = 56.44 ± 5.88 ; (G6) = 55.88 ± 8.16 ; (G8) = 44.56 ± 11.56 ; (G7) = 19.86 ± 11.41 ; (G3) = 12.90 ± 5.72 ; (G5) = 10.11 ± 3.85 ; (G1) = 10.63 ± 4.03 , demonstrating that CAD was significantly softer than normal dentin. According to the results obtained in this study, different etching times promoted higher bond strength for both self-conditioning and single bottle systems applied on CAD.

1 - INTRODUÇÃO

O desenvolvimento da Odontologia Adesiva promoveu severas modificações nos conceitos relacionados ao preparo cavitário. Enquanto a maior preocupação baseava-se na definição de formas de retenção durante o preparo cavitário, os conceitos atuais voltam-se para o estudo dos sistemas adesivos e as formas de tratamento do substrato dentinário (SWIFT, PERDIGÃO & HEIMMAN, 1995). Deste modo, melhor infiltração dos agentes de união resinosos entre as fibrilas colágenas e no interior dos túbulos dentinários têm sido o principal foco na busca pelo aprimoramento deste tipo de procedimento.

O primeiro importante passo pela melhora na adesão foi dado em 1955, quando BUONOCORE, ao realizar o condicionamento ácido da superfície de esmalte, obteve valores de resistência adesiva com aproximadamente o dobro dos valores até então encontrados. Descobria-se neste momento a importância da obtenção de um substrato receptivo e com condições que possibilitassem adequada infiltração de agentes de união adesiva. Iniciava-se, a partir de então, o direcionamento dos estudos para um melhor entendimento desta interação entre dentina e agentes de união, posteriormente denominada camada híbrida. Descoberta por NAKABAYASHI, KOJIMA & MATSUHARA em 1982, a camada híbrida resulta da infiltração do agente de união resinoso na rede de fibrilas colágenas da dentina intertubular desmineralizada pela ação do ácido fosfórico a 35% ou 37%. A qualidade da união entre o agente e a zona de dentina desmineralizada dependerá das características regionais da dentina, como permeabilidade e umidade regional (PASHLEY & CARVALHO, 1997; PASHLEY, 1993b), número e diâmetro dos túbulos e

conseqüentemente a quantidade de dentina intertubular (GIANNINI *et al.*, 2001; YOSHIKAWA *et al.*, 1999; PASHLEY *et al.*, 1993a; GWINNET *et al.*, 1996), além do grau de mineralização do substrato (PERDIGÃO *et al.*, 1994; SANO *et al.*, 1994; CARVALHO *et al.*, 1996).

Diante desta diversidade morfológica do substrato dentinário, os sistemas adesivos têm sofrido modificações para que tais variáveis pouco influenciem a qualidade da adesão à dentina (GIANNINI *et al.*, 2001; PEREIRA *et al.*, 1994; BOWEN & RODRIGUEZ, 1995; FERRARI *et al.*, 1996; VAN MEERBEEK *et al.*, 1992; TAO & PASHLEY, 1988), bem como para permitir melhor controle da umidade após o condicionamento durante o procedimento adesivo (ITTHAGARUN & TAY, 2000; WATANABE, NAKABAYASHI & PASHLEY, 1994; TAY, GWINNETT & WEY, 1996a). Procurando também diminuir a complexidade técnica da aplicação destes agentes, o número de passos da seqüência técnica dos produtos foi reduzido, e novos conceitos sobre tratamento da dentina e da *smear layer* foram sugeridos (VAN MEERBEEK *et al.* 1994b). Assim, a partir dos sistemas adesivos de três etapas, onde se condicionava a superfície dentinária com ácido fosfórico a 35% por 15 segundos, para então ser aplicado o *primer* e finalmente o adesivo, novos sistemas simplificados foram desenvolvidos, nos quais o *primer* e o adesivo estão contidos em um único frasco, reduzindo o número de etapas para aplicação.

Uma outra categoria de adesivos odontológicos dispensa o condicionamento ácido prévio do substrato dentinário, evitando a difícil etapa do controle da umidade após a remoção do ácido. Conhecidos como sistemas autocondicionantes, estes sistemas consistem

na utilização de um *primer* com baixo pH, o qual promove alteração da *smear layer* e desmineraliza a dentina subjacente, ao mesmo tempo em que infiltra e impregna-se nas fibrilas colágenas expostas.

Agentes agressores podem promover alterações nas características morfológicas da dentina, como lesões de cárie, abrasão e erosão cervicais (FRANK & VOEGEL 1980; BLAKE 1958; DUKE & LINDEMUTH, 1991; MENDIS & DARLING, 1979; ISOKAWA *et al.*, 1973; LEFKOWITZ, 1947). A cárie dentinária resulta numa lesão muitas vezes descrita como sendo composta por uma camada infectada e uma camada afetada (SHAHER *et al.*, 1974; HOFFMAN, 1980). As alterações presentes neste tipo de dentina são capazes de exercer influências no processo de união entre o agente adesivo e a dentina (NAKABAYASHI, KOJIMA & MATSUHARA, 1982). Ao contrário da dentina infectada, a ausência de bactérias (FUSAYAMA & TERASHIMA, 1972) e a íntima relação com a câmara pulpar muitas vezes justificam a preservação da dentina afetada por cárie durante o preparo cavitário, e sua constante presença na clínica diária faz dela um dos mais relevantes substratos alterados a ser estudado.

Diversos trabalhos têm mostrado o comportamento dos sistemas adesivos em dentina sadia. Entretanto, pouco se sabe sobre os efeitos da aplicação dos adesivos nos tecidos alterados, como a dentina afetada por cárie. Para compensar o fraco desempenho nestas localidades (NAKAJIMA *et al.*, 1995, 1999, 2000), técnicas podem ser adotadas, assim como o estudo da união promovida pelos diferentes sistemas adesivos.

2 - REVISÃO DE LITERATURA

EVOLUÇÃO DOS ADESIVOS ODONTOLÓGICOS

Ao estudar as alterações pulpares frente a aplicação de diferentes materiais restauradores, KRAMER & McLEAN, em 1952, relataram a formação de uma camada de alguns micrometros (μm), identificada pelos corantes histológicos somente na interface entre a resina Sevritron e a dentina. Tal achado constituiu a primeira observação que evidenciou alterações estruturais no substrato dentinário pela aplicação de um adesivo. De acordo com os autores, esta camada foi formada devido à ação do adesivo resinoso aplicado sobre a dentina.

Através do teste de tração, NAKABAYASHI, KOJIMA & MASUHARA, em 1982, realizaram um estudo verificando a efetividade da solução 4-metacriloxietil trimelitato anidrido (4-META) na adesão de um cilindro de acrílico ao esmalte e às dentinas humana e bovina condicionadas com uma solução de ácido cítrico a 10% e cloreto férrico 3% (10-3), por trinta segundos. Realizada a análise em microscopia eletrônica de varredura (MEV), os autores observaram que monômeros resinosos com grupos hidrófobos e hidrófilos, como o 4-META, infiltravam-se por entre as fibrilas colágenas expostas pelo tratamento ácido constituindo uma zona mista, ácido-resistente, de dentina desmineralizada infiltrada pela resina, denominada camada híbrida. A partir de tal achado e do aumento na resistência de união da resina (18 MPa), os autores concluíram que a obtenção de uma ótima adesão não se dava exclusivamente pela formação de *tags* no interior dos túbulos

dentinários, como se acreditava até então, mas principalmente pela retenção micromecânica dos agentes resinosos com as fibrilas colágenas na dentina intertubular.

Com o objetivo de investigar a correlação entre permeabilidade dentinária, profundidade de dentina e resistência de união ao cisalhamento, TAGAMI, TAO & PASHLEY, em 1990, utilizaram os sistemas adesivos Scotchbond, Clearfil New Bond e Superbond C&B. Os autores observaram que, em dentina profunda, a permeabilidade aumentou com ou sem a presença de *smear layer*, enquanto que os valores de adesão diminuíram significativamente para os três adesivos. Ao contrário dos adesivos Clearfil New Bond e Scotchbond, imunes à influência da permeabilidade dentinária, o adesivo Superbond C&B apresentou baixos valores de adesão quando a permeabilidade era alta, porém superiores em todos os níveis de profundidade testados, quando comparados aos outros adesivos avaliados.

GOODIS, MARSHALL Jr. & WHITE, em 1991, realizaram uma pesquisa com o intuito de verificar o efeito do armazenamento após a extração de dentes humanos na permeabilidade dentinária *in vitro*. Terceiros molares recém-extraídos foram armazenados por uma semana em uma das quatro soluções: etanol 70%, formol 10%, água destilada com timol e solução salina fosfatada tamponada com timol. Segmentos de coroas foram preparados, a *smear layer* removida (EDTA 0,5 M, pH 7,4) e a mensuração da permeabilidade inicial tomada. Posteriormente, cada espécime foi colocado em preparações frescas das suas soluções originais, e a permeabilidade novamente mensurada após dois períodos: 1, 4, 6 e 8 dias (grupo I) e 1, 8, 15 e 22 dias (grupo II). Dez segmentos de coroas

foram utilizadas para cada solução e para cada seqüência de tempo. A permeabilidade foi menor para aqueles espécimes armazenados em etanol e formol do que em água/timol e solução salina /timol. Tanto o tipo de solução quanto o tempo de armazenamento tiveram efeito estatístico significativo na permeabilidade dentinária ($p<0,05$).

Através de observações em MEV, VAN MEERBEEK *et al.*, em 1992, classificaram morfológicamente os sistemas adesivos em três grupos, através de seus respectivos mecanismos de ação. O primeiro grupo foi classificado como constituído por produtos que removem a *smear layer*. Os agentes condicionadores desmineralizam a superfície dentinária e os monômeros hidrófilos penetram entre as fibrilas colágenas expostas. O condicionamento da superfície facilita a infiltração do adesivo, resultando numa camada de interdifusão resina/dentina. O segundo grupo preserva a *smear layer*, mantendo os túbulos dentinários obliterados, e a *smear plug* intacta. Esse tipo de adesivo incorpora a *smear layer* à camada híbrida, possuindo afinidade com os componentes orgânicos e inorgânicos da dentina subjacente. Finalmente, o terceiro grupo dissolve parcialmente a *smear layer*, criando uma fina camada híbrida impregnada por *smear layer*. Os autores concluíram que todos os tipos de adesivos baseiam-se na formação de camada híbrida.

Através de um estudo utilizando MEV e microscopia eletrônica de transmissão (MET), VAN MEERBEEK *et al.*, no ano de 1993, examinaram morfológicamente a zona de difusão resina/dentina produzida por um sistema adesivo que incorpora a *smear layer*, descalcificando simultaneamente a dentina superficial (Clearfil Liner Bond System). Três subcamadas dentro da zona de interdifusão foram observadas. A camada superior,

representada na sua maioria pelo adesivo dentinário, contendo poucas características estruturais, com algumas projeções pigmentadas em sua base, expandindo para dentro da rede de colágeno subjacente e confinadas pelas fibrilas colágenas paralelas à interface de união adesiva. Na segunda camada, fibrilas colágenas parcialmente alteradas estavam condensadas, a maioria delas paralelas à interface e perpendiculares aos túbulos dentinários. Finalmente, uma terceira camada densa, contendo cristais de hidroxiapatita, demarcou a camada de dentina desmineralizada da camada de dentina inalterada. A difusão no interior da superfície de dentina desmineralizada era visualizada, diminuindo com a profundidade, mostrando redução em profundidade da dentina nos espaços interfibrilares.

PRATI *et al.*, em 1995, examinaram a relação entre união dentinária e a condição da dentina para quatro sistemas adesivos (All Bond 2, Clearfil Liner Bond, Scotchbond MP e XR Bond). Diferentes condições dentinárias foram avaliadas e correlacionadas com os valores de interface de união obtidos através do teste de cisalhamento. A permeabilidade dentinária foi calculada utilizando-se um aparato hidráulico trabalhando sobre pressão pulpar fisiológica, enquanto a espessura de dentina remanescente foi mensurada utilizando-se um paquímetro. Observações em MEV foram realizadas para analisar a morfologia dentinária. Após a aplicação dos sistemas adesivos, os espécimes ficaram armazenados por 24 horas, sob pressão pulpar, previamente ao teste de cisalhamento. Correlações significativas foram somente observadas para o adesivo XR-Bond, o qual foi sensível à permeabilidade e à espessura dentinária remanescente. Os demais sistemas adesivos não mostraram correlação entre as características dentinárias e a

força de adesão. Além disso, os mesmos apresentaram valores médios mais altos de resistência adesiva, formação de camada híbrida e fraturas coesivas dos espécimes testados.

MANSON *et al.*, em 1996, realizaram um estudo para determinar se os adesivos dentinários aplicados sob condições clínicas eram confiáveis como as pesquisas laboratoriais mostravam. Testes *in vivo* e *in vitro* de resistência ao cisalhamento foram realizados com quatro sistemas adesivos: Scotchbond Multi Purpose (SM), Clearfil Liner Bond (CLB), Optibond (O) e All Bond 2 (AB2). O teste *in vitro* foi realizado em substrato dentinário de dentes extraídos, enquanto no teste *in vivo*, as amostras eram preparadas em dentina após o desgaste da face oclusal de terceiros molares, os quais foram cuidadosamente extraídos após uma semana. Os resultados em MPa foram, *in vivo*: SM = $16,5 \pm 1,9$; CLB = $12,3 \pm 2,7$; O = $14,6 \pm 1,5$ e AB = $14,1 \pm 1,6$ e *in vitro*: SM = $18,7 \pm 2,0$; CLB = $11,1 \pm 2,0$; O = $12,5 \pm 13,0$ e AB = $9,8 \pm 2,7$. Os adesivos Clearfil Liner Bond, Optibond e All Bond 2 tiveram as maiores valores de resistência de união quando aplicados *in vivo* do que *in vitro*. O adesivo Scotchbond Multi-Purpose mostrou efeito contrário, mas a resistência adesiva foi, em ambas as condições, superior aos outros três produtos. Somente o adesivo All Bond 2 apresentou diferenças estatísticas significativas na resistência adesiva entre condições *in vivo* e *in vitro*. Os autores concluíram que com os sistemas adesivos hidrófilos as aplicações *in vitro* não levaram a resultados substancialmente diferentes comparados com a aplicação *in vivo*.

TAY, GWINNET & WEI, em 1996b, identificaram as características ultra-estruturais da interação *primer*/água utilizando adesivo, contendo álcool e acetona, aplicado à dentina condicionada. Três grupos, constituídos por oito discos de dentina, foram unidos

com o sistema adesivo All-Bond 2 sob diferentes graus de umidade superficial: umidade removida por três segundos com ar (seca), umidade removida com papel absorvente (ligeiramente úmida) e dentina com 40 ml adicionais de água destilada (excesso de umidade). Observações em MET demonstraram que o deslocamento da água pelos solventes voláteis do *primer* resultou na formação de uma camada de dentina impregnada por resina nos três grupos. A interação do *primer* com a água, seguida da evaporação dos solventes voláteis do mesmo, resultaram numa fase de separação de seus componentes. Os autores concluíram que o excesso de umidade promoveu uma interação irreversível dos componentes bifuncionais do *primer*: os solúveis em água com aqueles que são imiscíveis em água, através da formação de micelas, acarretando portanto na ausência de total integridade entre as interfaces.

Utilizando três sistemas adesivos em amostras preparadas sob condições *in vivo* e *in vitro*, FERRARI *et al.*, em 1996, compararam através da análise em MEV, a capacidade de formação de camada híbrida, *tags* e ramificações laterais de resina. Os adesivos Prime & Bond 2.0 (G1) e Scotchbond Multi-Purpose Plus (G2) foram aplicados de acordo com suas respectivas recomendações, enquanto o *primer* do adesivo Clearfil Liner Bond 2 foi aplicado por 30 (G3) e 60 (G4) segundos. Todos os grupos apresentaram formação de camada híbrida e uma morfologia semelhante tanto *in vitro* como *in vivo*. Em diversas regiões, as amostras dos grupos G1, G2 e G4 apresentaram prolongamentos laterais de resina com formato de cone invertido, ao contrário do grupo G3, onde foram encontrados em pouca quantidade. O comprimento dos *tags* em G1 e G2 foi maior do que o encontrado nos grupos G3 e G4. Como significado clínico da pesquisa, os autores

concluíram que o adesivo Prime & Bond 2.0 e o adesivo Scotchbond Multi-Purpose Plus são clinicamente efetivos quando aplicados de acordo com as recomendações dos fabricantes. Também afirmaram que o Clearfil Liner Bond 2 cria um maior entrelaçamento com as fibrilas colágenas quando aplicado pelo dobro do tempo sugerido pelo fabricante.

PASHLEY & CARVALHO, em 1997, ao realizarem um estudo revisando a estrutura dentinária, descreveram a importância da penetração da resina nos túbulos e também nos espaços criados entre as fibrilas colágenas, pelo condicionamento ácido, durante a união. Além destes fatores, foram discutidas também as vantagens e desvantagens do ataque ácido, aplicação do *primer* e do adesivo. Os autores concluíram que o procedimento de ataque ácido provoca profundas mudanças na composição química e nas propriedades físicas da matriz de dentina, podendo influenciar na qualidade das uniões resina/dentina, em suas resistências e talvez na durabilidade das mesmas.

Utilizando o adesivo autocondicionante Clearfil Mega Bond, TAY *et al.* (2000), avaliaram a resistência adesiva em dentina contendo ou não *smear layer* em sua superfície. Diferentes espessuras de *smear layer* nas superfícies dentinárias foram criadas a partir da metade da coroa clínica de terceiros molares humanos hígidos. O grupo controle foi criofraturado com o intuito de se obter uma superfície de união desprovida de *smear layer*. Os dentes experimentais foram abrasionados com lixas de SiC de granulações 60, 180 ou 600 em politriz refrigerada com água, e unidos à um bloco de compósito AP-X através do sistema adesivo. Após um dia, os espécimes foram seccionados em múltiplos “palitos” medindo 1x1 mm e submetidos ao teste de microtração. As interfaces foram estudadas tanto em MEV quanto em MET. Neste estudo, o adesivo Clearfil Mega Bond produziu altos

valores de resistência adesiva (aproximadamente 50 MPa) na dentina isenta ou recoberta por *smear layer*. As observações realizadas em MEV não definiram adequadamente a natureza exata das fraturas. Nas observações em MET pôde-se visualizar uma camada híbrida fina em dentina fraturada (400-500 nm) e uma camada híbrida mais espessa em dentina recoberta por *smear layer* (1-4 μm). Tal análise incluiu uma espessa *smear layer* infiltrada por monômeros resinosos e uma fina camada híbrida autêntica, subjacente, em dentina intacta. A separação das duas camadas híbridas não foi evidente nas fraturas de interface. Os autores concluíram que os *primers* autocondicionantes criam camadas híbridas finas, as quais incorporam a *smear layer*; que a formação de camadas híbridas autênticas ocorrem independentemente da espessura da *smear layer* e que ambas as camadas híbridas podem funcionar como uma entidade única durante o carregamento, sem apresentar separação.

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

apresentaram a mesma capacidade de desmineralização da dentina apresentada pela aplicação de ácido fosfórico 32-35% por 15 segundos na superfície dentinária.

ESTUDOS DA ADESÃO AO SUBSTRATO DENTINÁRIO ALTERADO

Utilizando diferentes técnicas de descalcificação e inclusão, BRADFORD, em 1955, interpretou as observações microscópicas do substrato dentinário. O autor definiu que os túbulos dentinários nos tecidos calcificados, *in vivo*, são ocupados pelos prolongamentos protoplasmáticos dos odontoblastos, e o diâmetro variava entre 1 e 5 μm , tendo a sua maior extensão 1,5 μm de comprimento. Os túbulos nos espécimes descalcificados também apresentavam variações de 1 a 5 μm , mas na maior parte do comprimento o diâmetro foi de 4 μm , devido à contração da matriz orgânica durante o processo de descalcificação.

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

SATO & FUSAYAMA, no ano de 1976, avaliaram a utilização da solução de fucsina 0,5% como parâmetro de orientação na remoção de dentina infectada, além de avaliarem o uso da radiografia como indicadora da profundidade da lesão de cárie no diagnóstico inicial. Para isto, vinte dentes humanos permanentes foram seccionados longitudinalmente e corados com solução de fucsina 0,5%. Metade de cada dente teve sua camada corada pela solução removida, enquanto na outra metade a camada foi preservada. Os dentes foram então observados em microscopia eletrônica. Na outra parte do estudo, foi aplicada a mesma solução de fucsina em 17 dentes ainda na boca dos pacientes. Realizadas as tomadas radiográficas dos dentes, todo o tecido corado e com coloração severamente alterada foi completamente removido da cavidade, a qual foi preenchida com cimento de policarboxilato. Uma nova tomada radiográfica foi então obtida para comparar-se a profundidade da lesão observada na radiografia inicial e a profundidade de remoção do tecido infectado. Não foi observada a presença de bactéria após a remoção de todo o tecido corado. Os autores relataram também que a fucsina corava o tecido em maior profundidade do que a profundidade de penetração das bactérias e que a imagem radiográfica sempre exibiu uma lesão de cárie aparentando possuir menor profundidade do que realmente apresentava. Os autores concluíram ser a solução de fucsina um parâmetro seguro na orientação da remoção do tecido infectado, uma vez que a curetagem baseada na presença de tecido corado é capaz de remover o tecido numa profundidade maior do que a profundidade de invasão bacteriana.

Através da microscopia eletrônica de transmissão e difração eletrônica, FRANK & VOGEL observaram, em 1980, os aspectos dos processos odontoblásticos em dentina e

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

SHIMIZU *et al.*, em 1981, através da análise em microscopia eletrônica de cortes ultrafinos da dentina, procuraram analisar as mudanças ocorridas nas diversas camadas do tecido cariado. Seis terceiros molares com dentina cariada foram utilizados, dos quais foi removido todo o tecido amolecido e corado pela solução de fucsina 0,5%. Blocos retangulares de dentina paralelos aos túbulos dentinários foram obtidos a partir destes dentes. Após os cortes em secções ultrafinas de aproximadamente 1 µm de espessura, e a aplicação da solução de azul de toluidina, foram realizadas análises em microscopia eletrônica das camadas de dentina infectada (*outer carious dentin*), afetada por cárie (*inner carious dentin*) e da dentina normal. Os autores observaram a presença de cristais minerais no interior dos túbulos dentinários da dentina afetada por cárie, além da metacromasia presente na dentina peritubular, creditada à presença de mucopolissacarídeos.

Em 1983, YAMADA *et al.* procuraram estabelecer o comprimento dos prolongamentos odontoblástico em dentina cariada e em normal. Para isto, amostras de dentes fixadas em solução de gluteraldeído a 2,5% e paraformaldeído a 2% em tampão de fosfato 0.1M por 24 horas foram criofraturadas. As duas metades resultantes foram tratadas com soluções removedoras de colágeno em quase sua totalidade, restando apenas os prolongamentos odontoblásticos. A partir de então, as amostras foram observadas em microscopia eletrônica de varredura. Após a análise, os autores observaram que os prolongamentos odontoblásticos em dentina normal estendem-se até a junção amelo-dentinária. Na avaliação dos prolongamentos odontoblásticos presentes na dentina cariada, os autores observaram a presença dos prolongamentos com alterações morfológicas no interior da dentina afetada por cárie (*inner carious dentin*), como a presença de pequenas cavidades ou depressões no tronco dos prolongamentos aparentemente produzidos pela deposição de cristais peri e intra-odontoblásticos.

VASILADIS *et al.*, no ano de 1983, procuraram analisar as estruturas presentes no interior dos túbulos em substrato dentinário esclerótico. Através da análise em microscopia eletrônica de varredura, os autores observaram que neste tipo de substrato a luz dos túbulos dentinários mostravam-se parcialmente ou totalmente obliterados por um material mais radiopaco do que a dentina intertubular. De acordo com os autores, este material presente no interior dos túbulos seria originado diretamente da polpa.

Procurando correlacionar a prevalência de dentina esclerótica, *dead tracts* e dentina reparadora, com idade, sexo, tipo e localização da lesão do dente, STANLEY *et al.*, no ano de 1983, utilizaram corantes Pollak, secções seriadas e microrradiografias em

duzentos e setenta dentes normais e alterados por cárie. As áreas de dentina esclerótica foram observadas em secções seriadas através de estereoscópio de luz refletida como uma zona transparente e como uma área escura quando observadas em luz refletida. Comparado com os outros dois métodos, este último se mostrou o mais efetivo na detecção de alterações dentinárias, sendo confirmada a detecção de dentina esclerótica em 97,1% dos dentes examinados. Os autores observaram também que a dentina esclerótica reacionária é a principal resposta contra a ocorrência de cáries, restaurações e erosões, quando comparada à formação de dentina reparadora e tratos mortos.

Através de um estudo sobre trabalhos relacionados à influência do substrato dentinário esclerótico na união de agentes adesivos à dentina, DUKE & LINDEMUTH, em 1991, observaram que *primers*, como o Scotchbond 2, aplicados neste tipo de substrato mostravam-se menos efetivos, devido à hipercalcificação do substrato dentinário esclerótico e a conseqüente formação de depósitos cristalinos no interior dos túbulos, dificultando a penetração dos agentes. Outras soluções condicionantes, como ácido fosfórico, mostraram-se capazes de desobstruir os túbulos dentinários e permitir a formação de longos *tags* em dentina esclerótica moderada, embora não tenham promovido as alterações na dentina intertubular esclerótica como as ocorridas em dentina intertubular normal.

Em 1992, HARNIRATTISAI *et al.* avaliaram as diferenças entre as camadas híbridas formadas em dentina normal e esclerótica de lesões de abrasão ou erosão em regiões cervicais. Foram utilizados primeiros pré-molares com lesões de abrasão ou erosão cervicais, condicionadas com ácido fosfórico a 35% por 60 segundos e aplicado sistema

adesivo Clearfil Photo Bond. Os autores observaram espessura de camada híbrida inferior à formada em dentina normal, além da presença de poucos *tags* de resina. Realizou-se também a análise de microdureza dos diferentes tipos de substrato, porém não foi encontrada nenhuma relação foi encontrada entre os valores de microdureza e as espessuras de camada híbrida formada.

No ano de 1994a, VAN MEERBEEK *et al.* analisaram a microestrutura da interface gerada por um sistema adesivo em dentina esclerótica de lesões abrasivas ou erosivas através de microscopia eletrônica de varredura, comparando-a com a microestrutura da respectiva interface produzida em dentina normal. No interior dos túbulos dentinários a dentina peritubular mostrou-se mais espessa e muitas vezes projetada na zona de interdifusão como projeções de minerais escleróticos acima da superfície de dentina mineralizada inalterada. Segundo os autores, a acentuada deposição de dentina peritubular e a obstrução parcial ou completa dos túbulos dentinários por precipitação de depósitos cristalinos minerais impediu o desenvolvimento de longos *tags* de resina. Os autores observaram também que a espessura de camada híbrida gerada pelo sistema adesivo Clearfil Liner Bond após condicionamento da dentina com ácido cítrico a 10-20 por 40 segundos era mais estreita do que quando aplicado em dentina normal. A observação direta da dentina esclerótica após tratamento com o ácido mostrou claramente áreas de completa hipermineralização apesar do condicionamento com ácido. Por fim, os autores sugeriram que como ambas as dentinas peritubular e intertubular contêm mais minerais ácido-resistentes do que a dentina normal inalterada, então a *smear layer* formada a partir deste tipo de substrato poderia ser menos solúvel em ácido do que a *smear layer* normal.

Em 1994, PERDIGÃO *et al.* avaliaram a resistência ao cisalhamento de 4 sistemas adesivos em substratos dentinários com diferentes níveis de mineralização, através da imersão de amostras em solução de remineralização e amostras em solução de ácido acético para desmineralização dos substratos dentinários. De acordo com os resultados obtidos, todos os sistemas adesivos avaliados, All-Bond 2, Amalgambond Plus, Prisma Universal Bond 3 e Scotchbond Multi-Purpose, apresentaram valores de resistência ao cisalhamento em dentina normal superiores aos encontrados em dentina hipermineralizada e desmineralizada.

NAKAJIMA *et al.*, no ano de 1995, estudaram as diferenças de resistência à tração entre dentina normal e dentina afetada por cárie. Neste estudo foram utilizados os sistemas adesivos All Bond 2, Scotchbond Multi-Purpose e Clearfil Liner Bond II segundo as recomendações dos fabricantes. Terceiros molares cariados humanos tiveram a superfície oclusal exposta e abrasionada com lixa de SiC com granulação 600 até expor a dentina afetada por cárie não corada pela solução evidenciadora de cárie. Foram aplicados e fotopolimerizados os sistemas adesivos de acordo com as recomendações dos fabricantes, e então construído um bloco de resina. Após um dia imersos em água, os dentes foram seccionados verticalmente em 5 ou 6 fatias com 0,7 mm de espessura. Áreas de adesão em dentina afetada por cárie foram isoladas através do desgaste das laterais da região de interface com broca diamantada ultrafina, criando-se espécimes na forma de ampulheta com a área de interface com $0,9 \text{ mm}^2$. Os mesmos procedimentos foram realizados para dentina normal. Cada espécime foi testado num dispositivo específico de microtração. Após o ensaio de microtração, foram observadas diferenças significativas quando comparadas as

resistências adesivas em dentina normal e afetada por cárie. Os valores de resistência adesiva em dentina afetada por cárie para os sistemas All Bond 2, Clearfil Liner Bond II e Scotchbond Multi-Purpose foram 13.01 MPa, 13.97 MPa e 18.49 MPa respectivamente. Já quando aplicados em dentina normal, os valores se elevaram para 26.9 MPa, 29.52 MPa e 20.32 MPa para All Bond 2, Scotchbond Multi-Purpose e Clearfil Liner Bond II, respectivamente. Os autores concluíram que a dentina afetada por cárie é capaz de interferir na resistência adesiva tanto dos sistemas adesivos de frasco único quanto nos sistemas autocondicionantes.

Procurando comparar a resistência adesiva e os aspectos da interface de união adesiva de sistemas adesivos em dentina normal e esclerótica, YOSHIYAMA *et al.* realizaram, em 1996, ensaios de microtração em lesões cervicais criadas e naturais em pré-molares, nos quais foram aplicados sistemas adesivos All Bond 2, Clearfil Liner Bond 2 e Scotchbond Multi-Purpose segundo as recomendações dos fabricantes, com condicionamento da dentina com ácido fosfórico a 10% quando utilizado o sistema All Bond 2, ácido maleico quando aplicado o sistema Scotchbond Multi-Purpose e apenas a aplicação do *primer* do sistema Clearfil como agente condicionante. Como controle, foram confeccionados com brocas em alta rotação lesões artificiais cervicais em forma de “V” na região cervical de dentes hígidos, com a mesma profundidade e dimensão das lesões naturais. Neste estudo, a resistência adesiva obtida em lesões naturais foi significativamente inferior à obtida em lesões artificiais, apresentando 25.0 MPa, 29.2 MPa e 23.5 MPa para All Bond 2, Clearfil Liner Bond 2 e Scotchbond Multi-Purpose respectivamente, enquanto que em dentina esclerótica os valores foram 16.1 MPa, 16.2 MPa e 18.3 MPa para os

mesmos sistemas adesivos. Os autores também compararam a dureza dos dois tipos de dentina e nenhuma diferença significativa foi encontrada entre dentina normal e esclerótica.

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

SCHÜBBACH, KREJCI & FELIX, em 1997, avaliaram a influência da orientação dos túbulos dentinários na formação da camada híbrida. Neste estudo, cavidades classe V foram preparadas com as margens localizadas na junção cimento-esmalte de dez dentes. Em outros dez dentes, cavidades em forma de “v” foram preparadas em dentina esclerótica de dentes extraídos que já apresentavam defeitos em forma de “v”. Utilizando-se simulação de pressão pulpar em todos os dentes, foi aplicado o sistema adesivo autocondicionante A.R.T. de acordo com as recomendações dos fabricantes. Após restaurados com resina composta, os dentes foram cortados longitudinalmente na linha central da restauração. Metade de cada dente foi examinada em microscopia eletrônica de

transmissão e a outra metade em microscopia de varredura a *laser* confocal. Foi observado que a penetração do *primer* na dentina intertubular ocorre também lateralmente, através dos túbulos dentinários, e houve menor profundidade de desmineralização da dentina em áreas onde os túbulos dentinários encontravam-se paralelos à superfície e em dentina esclerótica, onde os túbulos encontram-se obliterados. Os autores concluíram que uma adequada formação de camada híbrida depende da orientação dos túbulos e/ou presença da dentina esclerótica.

Examinando os conceitos fundamentais de união dentinária, EICK *et al.*, em 1997, estudaram as características estruturais dentinárias, sua permeabilidade e a influência entre esses dois fatores com o adesivo. Após revisar várias técnicas para examinar as interfaces entre resina/dentina, algumas de suas limitações foram estabelecidas pelos autores. Além de discutirem as vantagens e desvantagens dos agentes condicionadores *versus primers* autocondicionantes, problemas referentes à tensão superficial dos sistemas adesivos, difusão dos reagentes de união, polimerização e testes de resistência foram também bastante abordados pelos autores.

Aplicando a mesma metodologia utilizada por NAKAJIMA *et al.* (1995) para o estudo realizado em dentes com dentina afetada por cárie, NAKAJIMA *et al.*, no ano de 1999 (a), avaliou a resistência e a interface de união adesiva em MEV do sistema Scotchbond Multi-Purpose Plus (SMPP) em dentina normal *versus* afetada por cárie, nas condições do substrato úmido *versus* seco e também com e sem a presença do ácido polialcenóico na formulação do adesivo. Os valores (MPa) de adesão do SMPP para dentina normal ressecada apresentaram somente a metade (21 ± 10) daqueles obtidos com a

dentina normal umedecida (42 ± 9). Não houve diferença significativa entre os valores de adesão em dentina normal e afetada por cárie quando aplicado o sistema sobre dentina úmida (42,4 vs 48,2, respectivamente). Os autores concluíram que os benefícios da dentina umedecida estendem-se para a dentina afetada por cárie, e que a presença do ácido polialcenóico no *primer* do SMPP contribui significativamente para a alta resistência adesiva obtida neste tipo de dentina.

Ao estudar a resistência adesiva de sistemas auto-condicionantes em substrato dentinário afetado por cárie, em 1999 (b) NAKAJIMA *et al.* observou que os sistemas adesivos Clearfil Liner Bond 2 e Clearfil Liner Bond 2V apresentaram valores de resistência à tração em dentina afetada por cárie inferiores aos encontrados em dentina normal. Os testes de microtração realizados em tal experimento revelaram resistência à tração de 45.2 ± 13.9 MPa para Clearfil Liner Bond 2 e 57.4 ± 10.4 MPa para Clearfil Liner Bond 2V quando aplicados em dentina normal. Os mesmos sistema adesivos aplicados em dentina afetada por cárie apresentaram valores de resistência à tração inferiores, sendo 29.7 ± 10.3 MPa e 39.1 ± 8.9 MPa para Clearfil Liner Bond 2 e Clearfil Liner Bond 2V, respectivamente. Os autores concluíram que há diferenças na resistência à tração quando comparadas dentina normal e afetada por cárie, também, quando se utiliza sistemas adesivos autocondicionantes.

NAKAJIMA *et al.*, no ano de 2000, realizaram testes de microtração em dentina afetada por cárie e normal, com condicionamento dos substratos com ácido

fosfórico a 10% ou 35% previamente à aplicação do adesivo Single Bond e ácido fosfórico a 10% ou 32% para o adesivo One Step, procurando avaliar a relação entre tipos de dentina, diferentes concentrações de ácido e morfologia da camada híbrida na resistência adesiva. Neste estudo, a resistência de união promovida pelos adesivos Single Bond e One Step apenas apresentaram diferenças entre dentina afetada por cárie e dentina normal quando aplicado o ácido fosfórico em menor concentração, a 10 %, enquanto que a utilização de ácido fosfórico a 32% ou 35% promoveu valores de união sem diferença significativa entre dentina normal e afetada por cárie para ambos adesivos. Os testes de microdureza realizados em dentina afetada por cárie apresentaram valores inferiores aos obtidos em dentina normal. A análise em MEV revelou uma dissolução na região média da camada híbrida quando aplicado o ácido a 10 % para ambos adesivos, após o desafio ácido base, caracterizado neste estudo pela aplicação de ácido fosfórico a 10% durante 3-5 segundos na interface, seguido pela imersão das amostras em solução de hipoclorito de sódio a 5% durante 5 minutos. Segundo os autores, os diferentes ciclos de desmineralização e remineralização que ocorrem durante o desenvolvimento de lesões de cárie podem produzir largos minerais de cálcio fosfato que são menos solúveis ao ácido do que a apatita normal.

YOSHIYAMA *et al.*, no ano de 2000, avaliou a morfologia de interface e a resistência à tração de um sistema adesivo autocondicionante, Fluorobond (FB), e um de frasco único, Single Bond (SB), em dentina afetada por cárie (DAC). Molares humanos cariados foram preparados como previamente descrito por Nakajima *et al.* (1995) e restaurados com os sistemas adesivos citados. Após a construção de um bloco de resina composta AP-X sobre as superfícies, os dentes foram armazenados em água a 37°C por um

dia, sendo seccionados verticalmente em fatias com 0,8 mm de espessura, realizando-se uma constricção na região de interface para a obtenção de uma área de 1 mm². Cada espécime foi submetido ao ensaio de microtração em um dispositivo Bencor acoplado à Máquina Universal de Ensaio Instron. As interfaces de resina e dentina foram analisadas em microscopia eletrônica de varredura após o desafio ácido-base aplicado nas interfaces adesivas, cuja metodologia específica não foi detalhada pelos autores. A força de união dos sistemas adesivos estudados exibiu valores superiores em dentina normal comparados aos valores obtidos em dentina afetada por cárie. A análise em MEV revelou que a típica camada híbrida e *tags* formados em dentina normal podem não ser encontrados em DAC. De acordo com os autores, os resultados sugerem que a penetração de resina pode ser impedida pela presença de depósitos minerais nos túbulos, que podem proporcionar resistência da matriz intertubular à ação dos ácidos.

Procurando avaliar alternativas para melhor interação entre sistemas adesivos e dentina esclerótica, KWONG *et al.*, em 2000, realizaram um estudo no qual foi aplicado o sistema autocondicionante Clearfil Liner Bond 2V diretamente sobre dentina esclerótica e também sobre dentina esclerótica condicionada com ácido fosfórico à 40% por 15 segundos. A análise em microscopia eletrônica de varredura demonstrou que nenhum dos dois protocolos de aplicação do sistema adesivo foi eficaz na redução da quantidade de minerais presentes no interior dos túbulos dentinários, os quais dificultaram a penetração da resina no interior dos túbulos. Os autores observaram, também, que a aplicação do *primer* do sistema auto-condicionante em algumas regiões da superfície dentinária esclerótica resultou na formação de camada híbrida com menor espessura do que na dentina normal.

ENSAIOS MECÂNICOS PARA TESTES DE RESISTÊNCIA DE UNIÃO

Em 1989, VAN NOORT *et al.*, publicaram uma crítica aos testes de cisalhamento e tração, ressaltando a possibilidade de interpretações ambíguas dos dados. Os autores afirmaram que estas variações nos valores devem ser sempre consideradas nos relatos de diferentes procedimentos. Os resultados mostraram que os testes de cisalhamento e tração são altamente dependentes da geometria dos aparatos e dos materiais envolvidos e que durante a aplicação do carregamento no ensaio de cisalhamento verifica-se uma distribuição não uniforme da força aplicada. Os autores concluíram que há necessidade de se padronizar os procedimentos laboratoriais, para que diferentes resultados obtidos possam ser discutidos.

Em 1994, foi testado por SANO *et al.* a relação entre a área de superfície dentinária e a resistência à tração dos materiais adesivos. O esmalte oclusal de terceiros molares humanos foi removido e um bloco de compósito foi unido à superfície dentinária planificada, após a aplicação dos agentes adesivos. Vinte e quatro horas depois, os espécimes foram seccionados paralelamente ao longo eixo do dente em 10-20 finas secções constituídas, na metade superior por resina composta e na metade inferior por dentina. Estas pequenas secções eram preparadas usando-se uma ponta diamantada em alta rotação até configurarem uma ampulheta na porção mais estreita da interface de união adesiva. A área de superfície foi variada alterando espessura e largura. A resistência à tração foi avaliada utilizando-se garras feitas sob medida em uma máquina universal de ensaio. Os resultados mostraram que a resistência à tração apresentava relação inversa à área de superfície unida. Em áreas abaixo de $0,4 \text{ mm}^2$ os valores médios de resistência adesiva

foram 55 MPa para o Clearfil Liner Bond, 23,8 MPa para o Scotchbond Multi-Purpose e 20 MPa para o Vitremer. Os autores concluíram que esse novo método permite mensurações múltiplas feitas com apenas um único dente, produzindo menor variação nos resultados, além de apresentar fraturas adesivas na maioria dos espécimes.

CARVALHO *et al.*, em 1994, seguindo a mesma metodologia, realizaram um estudo com a finalidade de avaliar esse novo método de microtração, para determinar a resistência de união do Scotchbond Multi-Purpose e do Variglass. Essa nova metodologia permitiu testar a resistência adesiva em pequenas áreas através do desgaste de secção transversal de espécimes com até 0,5 mm². A principal observação desse estudo foi que a resistência à tração depende da área adesiva, que varia de 0,5 a 1 mm², sendo muito menor do que as superfícies adesivas utilizadas rotineiramente em testes laboratoriais. Não houve correlação estatística significativa quando avaliada a relação entre a espessura de dentina remanescente e resistência à tração, No entanto, foi observada relação inversa entre resistência à tração e a área de superfície adesiva para ambos os materiais. Desse modo, nas menores áreas testadas, o adesivo Scotchbond Multi-Purpose atingiu valores de até 46 MPa (em 0,48 mm²) e o material Variglass resultou em valores de até 34 MPa (em 0,58 mm²). A natureza das falhas para o adesivo dentinário foi basicamente adesiva, ao contrário do material ionomérico, o qual apresentou falhas adesivas e coesivas.

VAN NOORT, em 1994, relatou seu ponto de vista sobre a relevância clínica dos trabalhos laboratoriais que abordam a determinação da resistência dos materiais. O autor considera que a mensuração da resistência dos materiais deve ser realizada primeiramente em laboratório para determinar sua relação com as características

microestruturais do material, visto que compreendendo-se a microestrutura torna-se possível produzir materiais mais resistentes. Salientou, no entanto, que problemas começam a surgir quando se tenta relacionar dados laboratoriais com algum significado clínico, sem levar em consideração os aspectos funcionais do material. Esclareceu ainda que a resistência, embora desejável, não é ainda o fator mais importante a ser considerado, que devemos tomar cuidado ao interpretar dados sobre resistência e que, clinicamente, a maioria das propriedades devem ser consideradas individualmente.

WATANABE & NAKABAYASHI, em 1994, realizaram um estudo comparativo da adesão à dentina utilizando os testes de teste de tração, cisalhamento e o *push-out*. De acordo com os autores, não só a metodologia de ensaio adesivo como também outros fatores como substrato dentinário e condições de armazenamento provocam variações nos valores de resistência adesiva. Dentre os três testes supracitados, segundo os autores, o de tração é usualmente utilizado para analisar o mecanismo de união, apresentando a vantagem de que, durante o teste, o ponto mais fraco é fraturado primeiro. No entanto, para a sua realização é necessário um aparato especial onde há certa dificuldade em se aplicar a força perpendicularmente à superfície dental. Quanto ao teste de cisalhamento, apesar do ponto de fratura nem sempre ser o ponto mais fraco como ocorre no teste de tração, tem-se a vantagem de possuir aparato e metodologia mais simples e menor influência de variações durante a aplicação do carregamento. O outro ensaio, chamado *push-out*, é mais propenso aos efeitos da contração de polimerização do que o teste de cisalhamento e conseqüentemente mais difícil de se avaliar a resistência adesiva. Portanto, segundo os autores, ainda é desejável que se desenvolvam métodos de avaliação

de tração que proporcionem confiabilidade e condições experimentais *in vitro* que simulem completamente as condições *in vivo* para avaliar a adesão à dentina.

PASHLEY *et al.* em 1995, apresentaram uma revisão da literatura sobre os tipos de testes de resistência adesiva e a validade dos valores obtidos com os mesmos, enfocando diversos aspectos como substratos para adesão, variáveis envolvidas no condicionamento e aplicação dos *primers* e adesivos, variáveis de armazenamento e também as variáveis do teste em si. Os autores enfatizaram a importância de se desenvolver novos tipos de testes para avaliar a resistência de união, uma vez que muitos dos sistemas adesivos apresentavam capacidade de desenvolver resistências adesivas da ordem de 20 a 30 MPa, tendo como consequência muitas falhas coesivas em dentina. Dentre estes métodos, foi destacado o método de microtração como possível solução, pois, segundo os autores, permite analisar adesões sob condições clinicamente relevantes, apresentando valores de união de até 70 MPa e uma maior porcentagem de falhas adesivas. Foram citadas as seguintes vantagens do teste de microtração: maior porcentagem de falhas adesivas do que coesivas, possibilidade de mensuração da resistência de união mais elevada; possibilidade de mensuração da resistência de união regional; possibilidade de cálculo da média e do desvio-padrão em um único dente; possibilidade de testar a resistência em superfícies irregulares; possibilidade de testar áreas muito pequenas e facilidade de exame em MEV da área da fratura, visto que a superfície avaliada é de aproximadamente 1 mm². No entanto, como em todo os ensaios mecânicos, desvantagens foram ressaltadas: dificuldade em se preparar os espécimes, o que demanda cuidados técnicos; dificuldade em se mensurar valores de resistência de união inferiores a 5 MPa; necessidade de

equipamento específico e a tendência dos espécimes desidratarem rapidamente, pelo fato de serem muito pequenos.

Utilizando teste de microtração, cisalhamento e tração, CARDOSO, BRAGA & CARRILHO, em 1998, avaliaram a resistência adesiva da dentina após a aplicação de três sistemas adesivos: Scotchbond Multi-Purpose (SMP), Single Bond (SB) e Etch & Prime 3.0 (EP). Molares humanos foram embebidos em resina acrílica e tiveram a dentina coronária exposta em três superfícies planas diferentes. Em cada superfície, um espécime foi preparado para ser submetido a um dos testes supracitados. Comparando-se os adesivos, todos os testes demonstraram valores médios na seguinte ordem crescente dos adesivos SB>SMP>EP. No entanto, não houve diferenças significativas quando comparadas as médias obtidas com o teste de microtração ($SB = 34,60 \pm 10,88$, $SMP = 32,74 \pm 12,52$ e $EP = 27,77 \pm 7,88$) ($p>0,05$). Os testes de cisalhamento e tração demonstraram médias estatísticas similares. Ao comparar os três testes, os autores concluíram que as maiores médias e um menor coeficiente de variação foram observados para o teste de microtração ($CV = 33,67\%$). Além disso, afirmaram que, dependendo do teste aplicado, podem não ser descobertas diferenças existentes entre os materiais testados.

PASHLEY *et al.*, em 1999, revisaram as modificações do teste de microtração, permitindo aos pesquisadores selecionar aquela que melhor se adapte às suas necessidades. Segundo os autores, a essência do teste de microtração se baseia na divisão dos dentes, unidos com resina, em lâminas ou blocos de 0,5 a 1,0 mm de espessura e seu posterior desgaste, fazendo com que a força de união seja concentrada na interface de união adesiva durante o teste. Dentre as várias vantagens da técnica, os autores destacaram que um único

dente produz vários espécimes, que não há a necessidade de uma matriz para limitar a área de superfície unida, pois a área é limitada pelas dimensões dos espécimes desgastados. Relataram também que as várias modificações nos testes de microtração têm sido utilizadas para mensurar as diferenças regionais na dentina oclusal: desde a superfície externa da coroa dos dentes até as raízes; da superfície interna dos canais radiculares até os terços cervicais, bem como para comparar dentina normal *versus* dentina afetada por cárie e dentina normal *versus* dentina esclerótica cervical. A técnica é ideal para avaliar a durabilidade das uniões aos tecidos dentários. Os autores concluíram que o teste de microtração é bastante versátil comparado aos métodos convencionais.

TRATAMENTOS SUPERFICIAIS DOS SUBSTRATOS DENTAIS

BUONOCORE, em 1955, acreditando que a solução ácida de fosfomolibídico e o ácido fosfórico 85% promoveriam uma alteração física e química do esmalte após aplicação de 30 segundos, analisou o seu efeito na adesão de materiais restauradores acrílicos às superfícies hígidas do esmalte. Os resultados mostraram maior retenção da resina acrílica, avaliada diante do fator tempo no meio intra-oral dos voluntários e diante das irregularidades criadas pela desmineralização seletiva. O tratamento com ácido fosfórico apresentou melhores resultados quando comparado ao ácido fosfomolibídico oxálico.

FUSAYAMA *et al.*, em 1979b, avaliaram as propriedades adesivas de um material restaurador e de um agente de união utilizando um novo aparato para teste de tração desenvolvido pelo próprio autor, através do qual era possível a obtenção de baixos

valores de adesão pequenos devido à presença de pequenos pesos, que eliminavam a influência do peso exercido pela célula de carga, a qual promovia falsos resultados. O experimento revelou aumento significativo nos valores de união, quando o ácido fosfórico foi aplicado em esmalte e dentina por 30 segundos. Os resultados mostraram aumento de 2,58 MPa para 10,93 MPa em esmalte e 1,65 MPa para 6,10 MPa em dentina, quando o adesivo Clearfil Bond System-F foi utilizado como agente de união.

Utilizando terceiros molares humanos extraídos, TAO & PASHLEY, em 1988, compararam a resistência adesiva do Scotchbond/Silux testado em diferentes posições e profundidades em dentina, antes e depois de diversos pré-tratamentos. Em cada dente foram feitas duas secções perpendiculares ao seu longo eixo, a primeira, abaixo da junção esmalte-dentina (JED), obtendo uma superfície plana de dentina e a segunda, paralelamente à primeira e próxima à junção esmalte-cimento (JEC), removendo as raízes. As *smear layers* foram criadas utilizando-se uma lixa abrasiva de carbureto de silício (SiC) de granulação 320 e brocas cone-invertidas n.º 37, girando em baixa velocidade e sem refrigeração. Cada segmento da coroa foi preparado de tal forma que o processo adesivo foi aplicado sequencialmente em dentina superficial, média e profunda. O adesivo foi aplicado no centro da dentina ou na área sobre os cornos pulpare. Cinco diferentes tratamentos de superfície foram aplicados sobre a *smear layer*: 1 - tratamento com água por 1 minuto (controle); 2 - lavagem em ultra-som por uma hora; 3 - tratamento com Tubulicid (EDTA a 0,2%) por um minuto; condicionamento com ácido cítrico a 6% por um minuto; ou lixas abrasivas de SiC de granulação 320 demonstraram resistência adesiva maior do que aquelas criadas com broca em baixa rotação. A análise dos resultados do teste cisalhamento

mostrou que não houve diferenças significativas na resistência adesiva em dentinas superficial, média e profunda, quando a *smear layer* cobriu a dentina. Entretanto, quando removida a *smear layer* através de tratamentos superficiais, os resultados de adesão foram significativamente maiores em dentina superficial, seguida pela dentina média e profunda.

Através de análise em microscopia eletrônica de varredura, PASHLEY *et al.*, no ano de 1993, desenvolveram um trabalho com o objetivo de comparar as características estruturais da dentina fraturada e da dentina recoberta por *smear layer*, antes e após o condicionamento ácido com ácido fosfórico a 35% por 30 segundos. Os resultados demonstraram que a aplicação do referido ácido sobre a dentina fraturada aumenta 3 vezes o diâmetro dos túbulos dentinários, devido à ausência de dentina peritubular, e que essa desmineralização atingiu em média 5 µm de profundidade. A aplicação do ácido foi capaz de remover toda a *smear layer* presente na superfície dentinária, juntamente com a maioria dos *smear plugs*, fazendo com que os orifícios dos túbulos apresentassem 2 a 3 µm de diâmetro. Notou-se também a presença de numerosos pequenos poros (0,05 µm) na dentina intertubular. Os autores observaram que essas porosidades na dentina intertubular seriam de fundamental importância para uma posterior infiltração dos monômeros resinosos e a conseqüente formação da camada híbrida, obtida com a manutenção da umidade superficial, após a aplicação e lavagem do ácido. As mesmas porosidades não foram observadas quando a dentina foi ressecada com jatos de ar após o condicionamento, fato devido à contração e colapso das fibrilas colágenas causados pela desidratação.

Em 2000, PERDIGÃO *et al.* avaliaram, através do teste de microtração, o efeito do condicionamento dentinário na resistência adesiva do adesivo autocondicionante Clearfil SE Bond (CSB). O terço oclusal de vinte e quatro terceiros molares hígidos foi removido com um disco diamantado expondo uma superfície plana de dentina. Os espécimes foram divididos em quatro grupos: 1) controle – CSB foi aplicado de acordo com as recomendações dos fabricantes; 2) *primer* foi lavado com água por 30 segundos; 3) dentina foi condicionada com ácido fosfórico 35% por 15 Seg. + *primer* e 4) dentina foi tratada com EDTA 0,5 M (pH 7,4) por 2 min, + *primer*. Após a aplicação dos adesivos, acrescentou-se o compósito Tetric Ceram, que foi polimerizado em incrementos de 2 mm. Após armazenagem em água destilada a 37° C por 24 horas, os espécimes foram cortados em secções V-L de 0,8 mm de espessura. A interface resina/dentina foi reduzida com uma ponta diamantada em alta rotação até configurar uma ampulheta. Cada espécime foi testado a uma velocidade de 1 mm/min num aparato específico (Bencor). As médias em MPa foram: 1) $34,3 \pm 12,6$, 2) $29,3 \pm 9,0$, 3) $35,3 \pm 11,2$ e 4) $31,8 \pm 9,8$. Após a análise estatística, nenhuma diferença significativa foi encontrada para os pares de médias. Os resultados mostram que o uso de um passo adicional de condicionamento no esmalte e dentina, antes da aplicação do *primer*, não interferiu na resistência coesiva dos materiais.

No intuito de avaliar o efeito de diferentes formas de tratamento superficial dentinário, CHAVES, GIANNINI & AMBROSANO, no ano de 2002, compararam o efeito do condicionamento com ácido fosfórico a 35% (AF), jateamento com óxido de alumínio (Al_2O_3) 50 μm por 10 segundos e condicionamento com ácido etileno diamino tetra acético (EDTA) 0,5 M pH 7,0 por 2 minutos, na resistência à tração de três diferentes sistemas

adesivos. Os sistemas adesivos utilizados no estudo foram Prime & Bond/Dentsply, Clearfil Megabond/Kuraray e Etch & Prime/Degussa, e os testes foram realizados através do ensaio de microtração, complementado pela análise em MEV das superfícies tratadas. Embora a análise em MEV tenha demonstrado diferentes alterações nas superfícies decorrentes das variadas formas de tratamento, os autores não observaram nenhuma diferença quanto aos valores de resistência à tração dos grupos estudados.

3 - PROPOSIÇÃO

Os objetivos deste estudo *in vitro* foram avaliar o efeito da aplicação de um adesivo de frasco único e de uma adesivo autocondicionante em substrato dentinário afetado por cárie e normal nas seguintes variáveis:

- 1) Efeito do condicionamento adicional na resistência de união através do ensaio de microtração.
- 2) Estudo em microscopia eletrônica de varredura (MEV) das superfícies e interfaces de união e padrão de fratura para os adesivos aplicados de acordo com as recomendações dos fabricantes e após condicionamento adicional das superfícies.
- 3) Avaliar a dureza dos substratos dentinário afetado por cárie e sadio utilizados nos procedimentos adesivos.

4.MATERIAL E MÉTODOS :

4.1. DELINEAMENTO EXPERIMENTAL

4.1.1. TESTES DE MICROTRAÇÃO

Foram considerados os fatores tipo de dentina em dois níveis (afetada por cárie e normal), adesivo em dois níveis (Clearfil SE Bond/Kuraray e Single Bond/3M) (FIG. 1) e tratamento superficial da dentina em dois níveis (de acordo com o fabricante e com condicionamento ácido adicional da dentina).

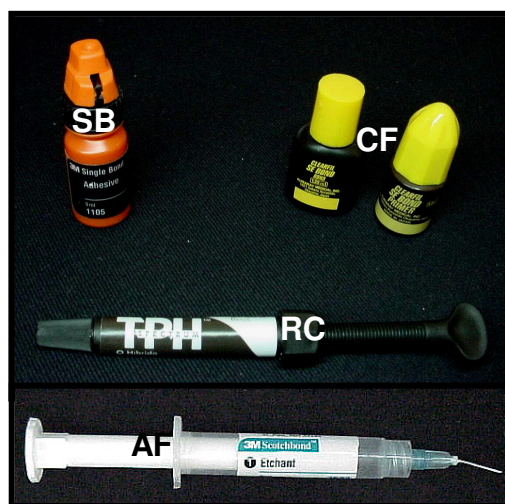


FIGURA 1 – CF – Clearfil SE Bond; SB – Single Bond; RC – Resina composta; AF – Ácido fosfórico.

A combinação dos fatores adesivo e tratamento resultou num total de quatro variações experimentais em dentina afetada por cárie e em dentina normal, constituindo oito grupos experimentais com 9 repetições (espécimes) por grupo, totalizando 72 análises. O delineamento experimental foi inteiramente aleatorizado com 4 parcelas (dentes) para cada variação experimental. Dois espécimes de cada parcela foram obtidos, um contendo dentina afetada por cárie e outro dentina normal. A variável de resposta do estudo foi a

resistência à tração, em Mega Pascal, sendo a análise estatística do tipo quantitativa contínua realizada pela Análise de Variância num esquema fatorial 2 x 2 x 2 (adesivo x tratamento x tipo de dentina) e conduzida através do programa SAS (SAS Institute, Cary, NC).

Delineamento do Ensaio de Microtração	
Fonte de Variação	Grau de Liberdade
Adesivos	1
Tratamento Superficial	1
Tipo de dentina	1
Interação (adesivo x tratamento)	1
Interação (adesivo x tipo de dentina)	1
Interação (tratamento x tipo de dentina)	1
Interação (adesivo x tratamento x tipo de dentina)	1
Resíduo	64
Total	71

4.1.2. TESTES DE MICRODUREZA

Para o cálculo de dureza, seis espécimes de cada grupo foram submetidos ao teste de dureza, através da utilização de um microdurômetro (FM - 1E - Future Tech) e penetrador Knoop. A variável de resposta do estudo foi convertida em Knoop, sendo a análise estatística do tipo quantitativa contínua realizada pela Análise de Variância num esquema fatorial único (dentina), em dois níveis (dentina afetada por cárie e dentina normal) e conduzida através do programa SAS (SAS Institute, Cary, NC).

4.2. COLETA, ARMAZENAMENTO E PREPARO DOS DENTES

Trinta e seis terceiros molares recém-extraídos não restaurados e contendo lesão de cárie foram obtidos em consultórios odontológicos privados, de acordo com a Resolução 196/96, do Conselho Nacional de Saúde/MS, de 10/10/96, aprovada pelo Comitê de Ética em Pesquisa da FOP-UNICAMP (Anexo 6). Os dentes foram armazenados em água destilada deionizada com grânulos de timol (Merk S.A., Darmstadt, Alemanha) a 4°C, por um período máximo de 1 mês. Em seguida, foram raspados com curetas Duflex (SS White, Rio de Janeiro, RJ, Brasil) para eliminação dos remanescentes de tecido periodontal. A limpeza final foi realizada com taças de borracha (KG Sorensen, Barueri, SP, Brasil) e pedra pomes (SS White, Rio de Janeiro, RJ, Brasil) em baixa rotação (Dabi-Atlante, Ribeirão Preto, SP, Brasil), seguida de lavagem com água destilada.

Os elementos dentais foram seccionados com um disco diamantado dupla face (KG Sorensen, Barueri, SP, Brasil) aproximadamente 1,5 mm acima da metade da coroa clínica no sentido transversal, perpendicularmente ao seu longo eixo (FIG. 2). Para se obter dentina afetada e normal, utilizou-se o critério visual e curetagem até que se removesse todo o tecido amolecido da superfície, como previamente descrito por Nakajima *et al* (1995). As superfícies foram então abrasionadas com lixas de SiC de granulação 600 (Carborundum Abrasivos, Recife, PE, Brasil) em politriz, refrigerada com água (APL-4 – Arotec, Cotia, SP, Brasil) para a replanificação das mesmas e criação da *smear layer* (FIG. 3). Na tentativa de se padronizar visualmente as características da dentina afetada quanto à cor e profundidade, alguns dentes foram excluídos do estudo, incluindo dentes com dentina normal. Foram realizadas marcações com lápis nas superfícies externas dos dentes, de tal

modo que fosse possível obter-se a localização precisa da região contendo dentina afetada por cárie após realizados os procedimentos restauradores (FIG. 4).

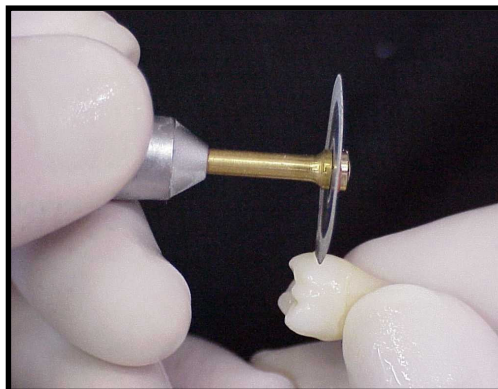


FIGURA 2 – Secção transversal dos dentes.

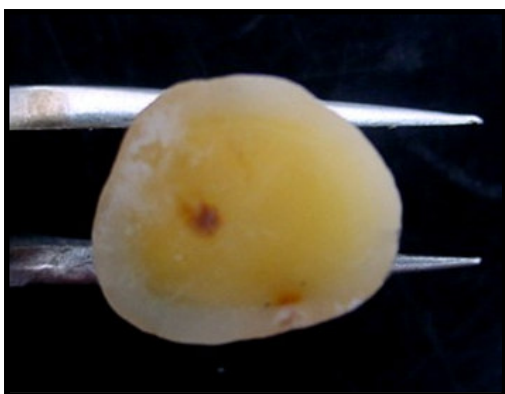


FIGURA 3 – Exposição da dentina afetada por cárie.



FIGURA 4 – Marcação feita a lápis para localização da área com dentina afetada por cárie.

4.3. GRUPOS EXPERIMENTAIS

Os dentes foram divididos aleatoriamente em oito grupos experimentais, com quatro ou cinco amostras por grupo ($n=9$). Os grupos tiveram os seguintes procedimentos adesivos realizados:

- Grupo 1 : Aplicação do sistema adesivo Clearfil SE Bond (ANEXO 1) sobre a dentina afetada por cárie (FIG. 5 e 6), segundo as recomendações do fabricante (ANEXO 3).
- Grupo 2 : Aplicação do sistema adesivo Clearfil SE Bond (ANEXO 1) sobre a dentina normal, segundo as recomendações do fabricante.
- Grupo 3 : Aplicação do sistema adesivo Clearfil SE Bond sobre a dentina afetada por cárie, após o condicionamento com ácido fosfórico 35% por 15 segundos.
- Grupo 4 : Aplicação do sistema adesivo Clearfil SE Bond sobre a dentina normal, após condicionamento da dentina com ácido fosfórico a 35% por 15 segundos .
- Grupo 5 : Aplicação do sistema adesivo Single Bond (ANEXO 2) sobre a dentina afetada por cárie (FIG. 7 e 8), após condicionamento da dentina com ácido fosfórico 35% por 15 segundos (recomendações do fabricante – ANEXO 3).
- Grupo 6: Aplicação do sistema adesivo Single Bond sobre a dentina normal, após condicionamento da dentina com ácido fosfórico 35% por 15 segundos (recomendações do fabricante).
- Grupo 7 : Aplicação do sistema adesivo Single Bond sobre a dentina afetada por cárie, após condicionamento com ácido fosfórico a 35% por 45 segundos.
- Grupo 8 : Aplicação do sistema adesivo Single Bond sobre a dentina normal, após condicionamento do substrato com ácido fosfórico a 35% por 45 segundos.



FIGURA 5 – Aplicação do *primer* do sistema Clearfil SE Bond.



FIGURA 6 – Aplicação do adesivo do sistema Clearfil SE Bond.

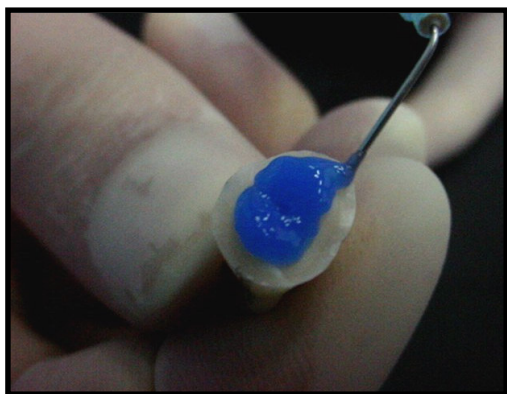


FIGURA 7 – Aplicação de ácido fosfórico 35% na superfície de dentina.

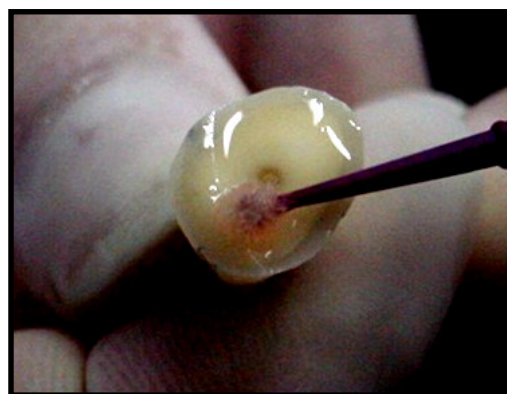


FIGURA 8 – Aplicação do adesivo Single Bond (3M) na superfície de dentina.

4.4. TÉCNICA RESTAURADORA

Concluída a aplicação e fotopolimerização (FIG. 9) dos adesivos seguindo as determinações para cada grupo experimental, um bloco de compósito TPH Spectrum cor A2 (Dentsply) com aproximadamente 8 mm de altura foi confeccionado sobre as superfícies tratadas, através da técnica incremental (FIG. 10), sendo cada camada de 2 mm de espessura fotopolimerizada (Curing Light XL 3000 - 3M) por 40 segundos. A

intensidade da luz foi monitorada através de um radiômetro (Gnatus, Ribeirão Preto, SP, Brasil) e encontrava-se entre 450-500 miliwatts por centímetro quadrado. Finalizada a fotoativação da última camada, estendeu-se as marcações das laterais dos dentes sobre o bloco de resina para que pudessem ser realizados os cortes exatamente na região onde se encontrava a dentina afetada (FIG. 11). Os dentes restaurados foram então armazenados em água destilada a 37° C por 24 horas.



FIGURA 9 – Fotopolimerização dos sistemas adesivos.



FIGURA 10 – Inserção do compósito em incrementos.

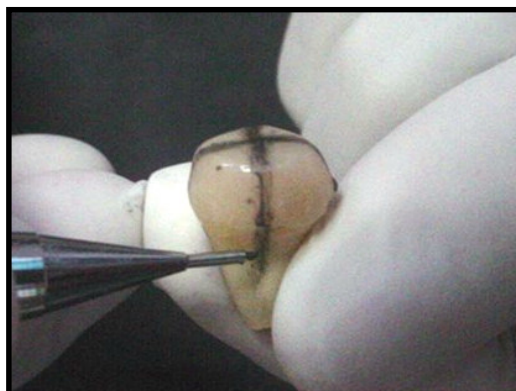


FIGURA 11 – Extensão das marcações laterais sobre o bloco de resina.

4.5. OBTENÇÃO DOS ESPÉCIMES

Decorrido este período, a porção radicular dos dentes foi fixada em uma placa de acrílico (3cm x 3cm x 3cm) utilizando-se um adesivo a base de cianoacrilato (Super Bond – Loctite Brasil Ltda, Itapevi, SP, Brasil) e cera pegajosa (Horus Dentsply, Petrópolis, RJ, Brasil). Esse conjunto foi acoplado a uma cortadeira de precisão (Isomet 1000 - Buehler Ltd., Lake Bluff, IL, USA), onde um disco diamantado de alta concentração (Extec, Enfield, CT, USA) seccionou as amostras a partir da resina composta em fatias de 0,6 a 0,8 mm de espessura, no sentido vestibulo-lingual (FIG. 12 e 13). Os cortes foram iniciados a partir das marcações na resina composta para que pudessem ser obtidos cortes precisos de áreas envolvendo apenas a dentina afetada ou normal. Posteriormente, os dentes foram retirados da cortadeira de precisão e removidos das placas de acrílico com o auxílio de um disco diamantado dupla face (KG Sorensen, São Paulo, SP, Brasil).

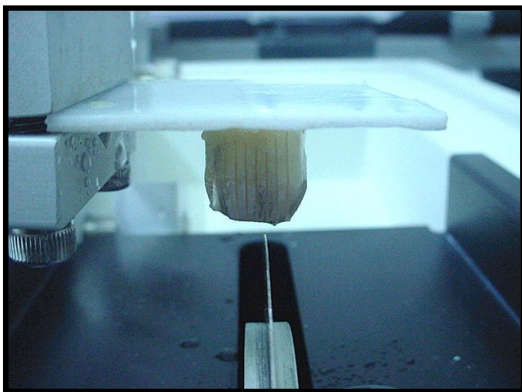


FIGURA 12 – Corte no sentido vestibulo-lingual.



FIGURA 13 – Amostra fatiada.

Desta forma, foram obtidos espécimes em forma de fatias (FIG. 14), constituídos por duas extremidades, dentina e compósito, unidas pelo sistema adesivo após

os tratamentos de superfície preconizados para cada grupo. De cada dente utilizou-se 1 espécime com dentina afetada e 1 com dentina normal para serem testados. Para se reduzir a área a ser testada e restringir o teste ao tipo específico de dentina, removeu-se a região de interface da fatia de ambos os lados com o auxílio de uma ponta diamantada de granulação super fina (3145 –KG Sorensen) em alta-rotação com irrigação constante, resultando na forma de uma fatia de ampulheta (FIG. 15).



FIGURA 14 - Fatia obtida da secção do dente.



FIGURA 15 - Fatia após constrictão.

4.6. ENSAIO DE MICROTRAÇÃO SOBRE A UNIÃO ADESIVA EM DENTINA:

Ao fim do seccionamento do último dente, os espécimes selecionados foram armazenados em solução fisiológica até o momento em que foram submetidos ao teste de tração. Com o auxílio de uma cola a base de cianoacrilato (Super Bond Gel – Loctite Brasil Ltda.) e de um acelerador (Zapit D.V.A., Corona, CA, USA), os espécimes foram fixados nos *grips* do dispositivo de microtração (FIG. 16), o qual estava acoplado a uma máquina universal de ensaio (Instron 4411, Canon, MA, Inglaterra), que utilizava uma célula de carga de 50 N (Static Load Cell - Instron). O tracionamento foi conduzido com velocidade

de 0,5 mm/min até a ruptura do espécime (FIG. 17 e 18), e os valores de resistência adesiva foram obtidos em quilogramas-força. A carga necessária para a fratura dos espécimes foi calculada em Mega Pascal (MPa) após a mensuração da área adesiva com um paquímetro digital (Starrett – 727/2001), de acordo com a seguinte equação:

$$1) \frac{\text{Área do espécime em mm}^2}{100} = \text{Área do espécime em cm}^2$$

$$2) \frac{\text{Valor da resistência em quilograma-força}}{\text{Área do espécime em cm}^2} = \text{Kgf/cm}^2$$

$$3) \text{ kgf/cm}^2 \times 0,098 = \text{MPa}$$

Os resultados obtidos foram submetidos à Análise de Variância 3 critérios e submetidos ao teste de Tukey ($p < 0,05$) para se averiguar as diferenças observadas.

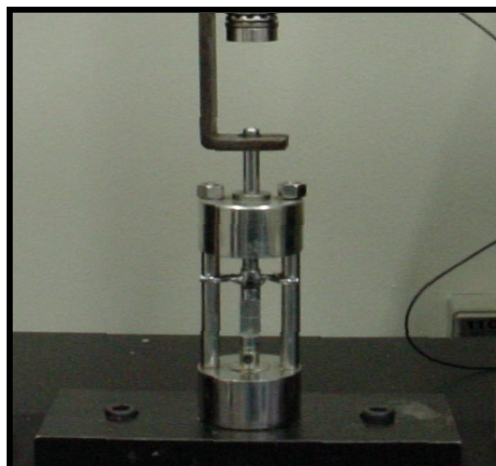


FIGURA 16 – Dispositivo de Microtração.

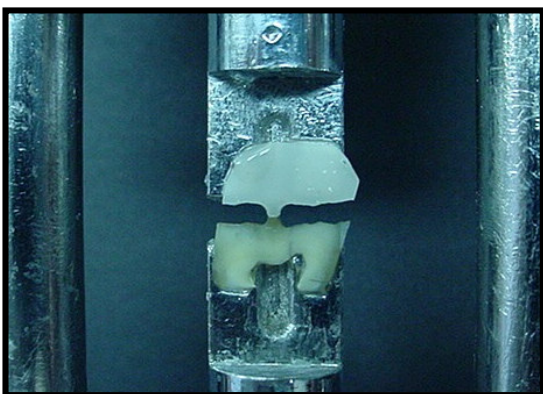


FIGURA 17 – Amostra posicionada e fixada com cola Super Bonder Gel no dispositivo de microtração.

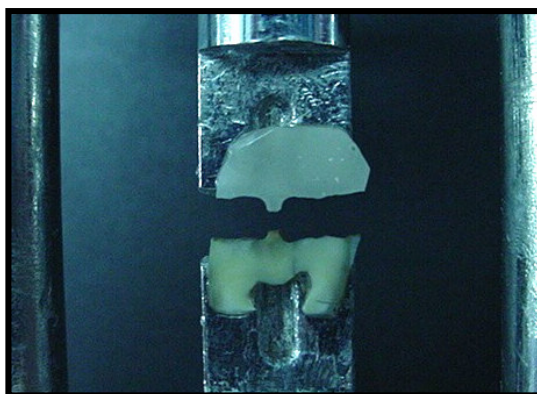


FIGURA 18 – Fratura adesiva da amostra após teste de tração.

4.7. TESTE DE MICRODUREZA DOS SUBSTRATOS DENTINÁRIOS AFETADOS POR CÁRIE E NORMAIS.

Após o ensaio de microtração, realizou-se os testes de microdureza das porções em dentina dos espécimes fraturados. Para isto, as superfícies perpendiculares a fratura foram abrasionadas com lixa SiC de granulação 1000 e cada espécime foi adaptado em uma placa de acrílico contendo cera utilidade, o que permitiu a estabilização do espécime na posição perpendicular ao indentador. Três mensurações foram realizadas em cada espécime, aproximadamente 50 micrometros abaixo da interface de união adesiva, utilizando-se uma carga de 10 gramas durante 5 segundos.

O valor individual de cada espécime foi dado pela média das 3 mensurações, a qual foi utilizada para o cálculo do valor de dureza Knoop, através da seguinte fórmula:

KHN = Knoop Hardness Number
(número de dureza Knoop)

$$KHN = \frac{14,23 \times 10^3 \times F}{d^2}$$

F = carga utilizada em gramas

d = distância da diagonal maior da indentação em μm .

Como para os testes de microtração, os valores de microdureza dos espécimes foram submetidos à análise de variância fator único e ao teste de Tukey ($p < 0,05$) a fim de se averiguar as diferenças observadas nos resultados.

4.8. PREPARO DOS ESPÉCIMES PARA MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA:

As extremidades em dentina dos espécimes fraturados foram imersos em solução de Karnovisk por uma noite, recebendo em seguida três banhos consecutivos com tampão cacodilato de sódio por 10 minutos cada, para então serem mantidos em solução de tetróxido de ósmio a 2% por uma hora. Após a lavagem com água destilada, as extremidades sofreram desidratação progressiva através da imersão por 10 minutos em solução de acetona em concentrações crescentes de 30%, 50%, 70% 90% e finalmente 3 banhos com acetona a 100%

Terminado o processo de desidratação dos espécimes, realizou-se o processo de secagem ao ponto crítico (CPD – 030 – Balzers). Todos os espécimes foram então cobertos com uma fina camada de ouro (MED – 10 – Balzers) para então serem analisados em microscopia eletrônica de varredura (VP 435 – LEO). As fotomicrografias foram feitas de todas as superfícies fraturadas em magnitudes variando entre 200X e 300X.

A fim de se analisar o efeito das diferentes formas de condicionamento utilizadas neste estudo, três terceiros molares contendo lesão de cárie foram seccionados aproximadamente 1,5 mm acima da metade da coroa clínica, no sentido transversal, perpendicularmente ao longo eixo do dente, com o auxílio de um disco de diamante dupla

face (KG Sorensen, Barueri, SP, Brasil). O tecido amolecido foi então curetado e as superfícies abrasionadas com lixa de SiC de granulação 600 para replanificação, e polida com lixas de óxido de alumínio de granulação 1000 e pastas diamantadas de granulações 6, 3, 1 e $\frac{1}{4}$ μm . Das três superfícies obtidas, uma não recebeu condicionamento algum, sendo apenas submetida ao banho de ultrassom por 12 minutos para a remoção da *smear layer*. As outras duas superfícies foram condicionadas com ácido fosfórico a 35% durante 15 e 45 segundos. Foi seguido então o mesmo protocolo de fixação, secagem e metalização aplicado para os espécimes fraturados, estando as amostras prontas para serem analisadas em microscopia eletrônica de varredura (VP 435 – LEO).

Para se observar a interface de união adesiva na dentina afetada por cárie e na normal, foram utilizados mais quatro terceiros molares restaurados de acordo com os grupos experimentais. Os dentes foram seccionados longitudinalmente no sentido méso-distal obtendo-se fatias com aproximadamente 3 mm de espessura, e a interface de união adesiva de cada fatia foi polida com lixas de óxido de alumínio de granulações 600 e 1000, e com pastas diamantadas de granulações 6, 3, 1 e $\frac{1}{4}$ μm . Estando as superfícies devidamente polidas, as amostras foram submetidas então a um desafio ácido-base, que consistia no condicionamento das interfaces com ácido fosfórico a 35% por 8 segundos, lavagem com água por 15 segundos e repouso em ultrassom por 12 minutos. Ao fim deste período, as amostras foram imersas em solução de hipoclorito de sódio 5 % por 4 minutos, lavagem com água por 15 segundos e repouso em ultrassom por 12 minutos. Outras fatias foram submetidas a um desafio ácido-base inverso, em que as amostras foram mantidas imersas em solução de hipoclorito de sódio 5 % por 4 minutos previamente ao

condicionamento com ácido fosfórico a 35% por 10 segundos. As amostras foram então lavadas com água por 20 segundos e mantidas em ultrassom por 12 minutos.

Concluídos os desafios ácido-base sobre as interfaces, seguiu-se os mesmos protocolos de fixação e secagem descritos anteriormente para os espécimes fraturados. As superfícies foram então metalizadas e observadas em microscopia eletrônica de varredura como realizado para a análise do padrão de fratura. Fotomicrografias com variações nas magnitudes de 5.000X a 10.000X foram obtidas das regiões mais expressivas das interfaces adesivas.

5. RESULTADOS

Os resultados originais dos testes de microtração para os sistemas adesivos Clearfil SE Bond e Single Bond seguindo as recomendações dos fabricantes e o tratamento adicional no substrato dentinário afetado por cárie e normal estão expressos nas TAB. 9 e 10 do anexo 4.

A Análise de Variância três critérios do teste de tração (TAB. 1) demonstrou haver diferença estatística significativa entre os grupos envolvendo dentina afetada por cárie e os envolvendo dentina normal. Não foi constatada diferença significativa quando analisado o fator adesivo, isto é, ambos adesivos apresentaram comportamentos similares diante dos diferentes tratamentos e substratos. Foi observada interação significativa apenas entre os fatores tratamento e dentina.

TABELA 1
Análise de variância dos valores de resistência à tração

Causas da Variação	G.L	S.Q	Q.M	VALOR F	PROB.>F
Adesivo	1	33,3870	33,3870	0,3374	0,57028
Tratamento	1	278,5966	278,5966	2,8158	0,09437
Dentina	1	5542,8153	5542,8153	56,0216	0,00001
Adesivo*Trat.	1	189,2496	189,2496	1,9128	0,16806
Ades.*Dentina	1	8,7305	8,7304	0,0882	0,76486
Trat.*Dentina	1	505,1445	505,1445	5,1055	0,02564
Ades.*Trat.*Dentina	1	92,1843	92,1843	0,9317	0,66028
Resíduo	64	6332,2054	98,9407		
Total	71	12982,3132			

Média Geral = 35,453194; Coeficiente de Variação = 28,056 %; GL = Grau de Liberdade; QM = Quadrado Médio; SQ = Soma dos Quadrados; * = Interação entre fatores

Os valores médios de resistência à tração estão representados na TAB. 2, incluindo o desvio padrão de cada grupo e o resultado da análise das diferenças entre os grupos, obtido após a aplicação do Teste de Tukey. A análise da interação entre os fatores

dentina e tratamento demonstrou haver diferenças significativas nas médias de resistência de união entre os diferentes tratamentos para ambos adesivos, porém apenas quando aplicados no substrato afetado por cárie. Nenhuma diferença significativa foi observada entre as médias de resistência de união dos diferentes tratamentos quando realizados em dentina normal. Porém, o substrato normal sempre apresentou maiores valores de resistência de união em relação ao substrato afetado por cárie, independente do adesivo ou do tratamento aplicados.

TABELA 2

Valores de microtração (MPa) para dentina normal vs. afetada por cárie
(médias $\pm$ desvio padrão).

	Tratamento	Dentina Normal	Dentina Afetada
Clearfil SE Bond (Kuraray)	Fabricante	41,82 $\pm$ 10,05 Aa	20,54 $\pm$ 8,82 Ab
	Condic. Adicional	45,97 $\pm$ 7,52 Aa	30,76 $\pm$ 8,16 Bb
Single Bond (3M)	Fabricante	47,99 $\pm$ 13,65 Aa	23,58 $\pm$ 9,18 Ab
	Condic. Adicional	41,13 $\pm$ 10,84 Aa	31,83 $\pm$ 10,06 Bb

Letras minúsculas diferentes representam diferenças estatísticas significantes entre linhas; letras maiúsculas diferentes representam diferenças estatísticas significantes entre colunas para $p < 0,05$ (teste de Tukey).

Foi realizada também Análise de Variância critério único para os valores de microdureza obtidos na análise dos espécimes fraturados de todos os grupos estudados (TAB. 3). Os resultados originais dos testes de microdureza estão expressos nas TAB. 11 e 12 do anexo 5. Foi observada diferença significativa entre os espécimes de dentina afetada por cárie e dentina normal.

TABELA 3
Análise de variância dos valores de microdureza

Causas da Variacao	G.L	S.Q	Q.M	VALOR F	PROB.>F
Tratamentos	7	20693,3192	2956,1884	32,6904	0,00001
Residuo	40	3617,1975	90,4299		
Total	47	24310,5167			

Média Geral = 33,586876; Coeficiente de Variação = 28,313 %; GL = Grau de Liberdade
QM = Quadrado Médio; SQ = Soma dos Quadrados

Aplicado o Teste de Tukey para se avaliar as diferenças significativas entre os grupos (TAB. 4), observou-se diferença entre os valores de microdureza do substrato normal e afetado por cárie. A dentina alterada sempre apresentou valores médios de microdureza inferiores à dentina normal, como observado na TAB. 4. Nenhuma diferença significativa foi observada quando realizadas comparações entre os grupos envolvendo dentina afetada por cárie G1, G3, G5 e G7. Da mesma maneira, os valores de dureza dos grupos envolvendo dentina normal também não apresentaram diferenças significativas entre si. Desta forma, o teste de dureza evidenciou que os adesivos foram estudados sob as mesmas condições de substratos, tanto para os afetados por cárie quanto para os normais.

TABELA 4
Valores de microdureza (Knoop) para dentina normal *versus* afetada por cárie
(média $\pm$ desvio padrão)

Grupos Experimentais	Microdureza (Knoop)
CF/FA/DAC (G1)	10,63 $\pm$ 4,03 ^b
CF/FA/DN (G2)	58,35 $\pm$ 17,17 ^a
CF/AD/DAC (G3)	12,90 $\pm$ 5,72 ^b
CF/AD/DN (G4)	56,44 $\pm$ 5,88 ^a
SB/FA/DAC (G5)	10,11 $\pm$ 3,85 ^b
SB/FA/DN (G6)	55,88 $\pm$ 8,16 ^a
SB/AD/DAC (G7)	19,86 $\pm$ 11,41 ^b
SB/AD/DN (G8)	44,56 $\pm$ 11,56 ^a

Grupos identificados com diferentes letras sobrescritas são significativamente diferentes ($p < 0,05$). Resultados foram analisados através da Análise de Variância fator único e teste de Tukey.

As FIG. 19 e 20 ilustram as diferenças entre a dentina normal e a afetada por cárie. Túbulos dentinários obliterados constituíram a característica predominante do substrato alterado (FIG. 21). Após a aplicação de ácido fosfórico a 35% sobre a superfície de dentina normal por 15 segundos, pode-se observar exposição das fibrilas colágenas e aumento do diâmetro dos túbulos dentinários (FIG. 22). Já o mesmo condicionamento realizado na dentina afetada por cárie promoveu a dissolução parcial dos cristais presentes no interior dos túbulos, tornando alguns deles parcialmente abertos (FIG. 23). A FIG. 24 apresenta os efeitos do condicionamento por 45 segundo sobre a dentina normal, caracterizados pela maior abertura dos túbulos dentinários e também por um aumento da porosidade na superfície. Quando aplicado em dentina afetada por cárie, este mesmo

condicionamento promoveu maior dissolução dos cristais no interior dos túbulos, bem como regiões de dentina intertubular com maior exposição das fibras colágenas (FIG. 25).

As FIG. 26 e 27 ilustram a ação do adesivo Clearfil SE Bond na dentina afetada por cárie. Nota-se a ausência de *tags* de resina nos grupos onde houve a aplicação dos sistemas adesivos seguindo-se as recomendações dos fabricantes. Pode-se observar também a formação de uma camada híbrida mais irregular após o desafio ácido-base sofrido durante o preparo dos espécimes para MEV, o que não ocorre nos grupos onde esteve presente a dentina normal (FIG. 28). Algumas regiões da camada híbrida formada pelo adesivo Clearfil SE Bond seguindo-se as recomendações em dentina afetada por cárie apresentaram-se com espessura mínima ou até ausentes (FIG. 27). Já no grupo onde foi aplicado o adesivo Single Bond de acordo com as recomendações dos fabricantes em dentina afetada por cárie, foi observada uma camada híbrida mais espessa, caracterizada principalmente pela ausência de *tags* (FIG. 31). Ao se realizar o mesmo protocolo de aplicação do mesmo adesivo em dentina normal, pôde-se observar a formação de uma camada híbrida com menor espessura e contendo longos *tags* de resina no interior dos túbulos dentinários com grande quantidade de anastomoses laterais (FIG. 32).

Ao se utilizar condicionamento adicional em dentina afetada por cárie para ambos adesivos, foi observada maior presença de *tags* de resina, bem como hibridização em porções mais profundas da dentina peritubular e com formação de camadas híbridas mais espessas (FIG. 29 e 33). Fendas logo abaixo da camada híbrida estiveram presentes em todos os grupos onde houve condicionamento adicional sobre dentina normal (FIG. 30 e

34) e uma camada híbrida com menor espessura foi observada quando aplicado o adesivo Single Bond após condicionamento extra da superfície de dentina normal (FIG. 34).

O resultado da análise da incidência do padrão de fratura ocorrido em cada grupo está representado na TAB. 5. Para a classificação das falhas ocorridas, foram adotados quatro modos de fratura, seguindo-se os mesmos critérios adotados por Tanumiharja *et al.*(2000):

Tipo I = falha adesiva entre o adesivo e a dentina.

Tipo II = falha total coesiva no adesivo.

Tipo III = falha coesiva parcial em dentina.

Tipo IV = falha coesiva parcial no compósito.

TABELA 5

Análise do padrão de fratura das interfaces submetidas ao teste de microtração:				
	Tipos de fraturas			
	Tipo I	Tipo II	Tipo III	Tipo IV
CF em DAC	6 (66,7%)	2 (22,2%)	0	1 (11,1%)
CF em DN	1 (11,1%)	1 (11,1%)	5 (55,6%)	2 (22,2%)
CF em DAC com CA	6 (66,7%)	1 (11,1%)	1 (11,1%)	1 (11,1%)
CF em DN com CA	3 (33,3%)	0	5 (55,6%)	1 (11,1%)
SB em DAC	6 (66,7%)	1 (11,1%)	0	2 (22,2%)
SB em DN	5 (55,6%)	0	3 (33,3%)	1(11,1)
SB em DAC com CA	8 (100%)	0	0	0
SB em DN com CA	4 (44,4%)	0	1 (11,1%)	4 (44,4%)

CF = Clearfil SE Bond; **SB** = Single Bond; **DAC** = dentina afetada por cárie; **DN** = dentina normal; **CA** = condicionamento adicional da superfície. As porcentagens foram obtidas do total de espécimes analisados em cada grupo. **Tipo I** = falha adesiva entre o adesivo e a dentina; **Tipo II** = falha total coesiva no adesivo; **Tipo III** = falha coesiva parcial em dentina; **Tipo IV** = falha coesiva parcial no compósito.

Quando aplicados os adesivos Clearfil SE Bond e Single Bond em dentina afetada por cárie, seguindo as recomendações dos fabricantes ou com condicionamento adicional da superfície dentinária, as falhas adesivas caracterizaram-se como sendo do tipo I, ocorrendo principalmente na camada híbrida (FIG. 35). Ao aplicar-se o adesivo Clearfil SE Bond em dentina normal, seguindo-se as recomendações dos fabricantes, o principal modo de fratura observado nos espécimes foi do tipo III, com a maioria das superfícies exibindo extensas regiões contendo dentina, e restritas regiões contendo camada híbrida (FIG. 36). No entanto, quando realizado o condicionamento ácido adicional com ácido fosfórico a 35% durante 15 segundos seguido da aplicação do adesivo Clearfil SE Bond, as fraturas localizaram-se principalmente na porção inferior da camada híbrida, onde ainda era possível encontrar remanescentes de *tags* de resina e remanescentes de camada híbrida (FIG. 37).

Ao se aplicar o adesivo Single Bond em dentina normal seguindo-se as recomendações dos fabricantes, foi observada maior incidência de fratura do tipo I, a qual teve como principal característica, na maioria dos espécimes, extensas áreas de superfície exibindo a camada de adesivo, com pequenas áreas exibindo a camada híbrida e a dentina (FIG. 38). Quando aplicado o adesivo Single Bond em dentina normal após condicionamento ácido adicional por 45 segundos, foram observadas incidências semelhantes de fraturas tipo I e IV.

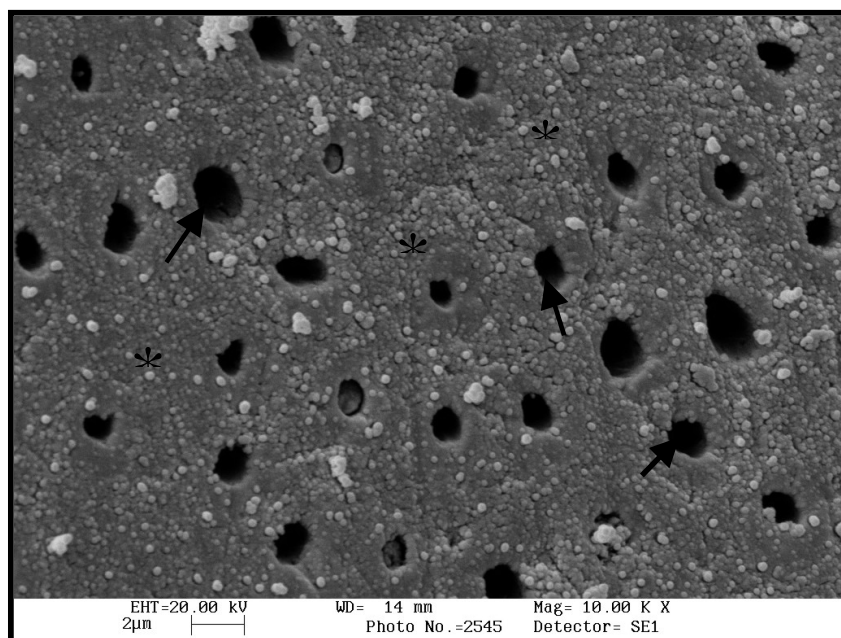


FIGURA 19 – Superfície de dentina normal. Presença de túbulos totalmente abertos (setas) e dentina mineralizada (asterisco).

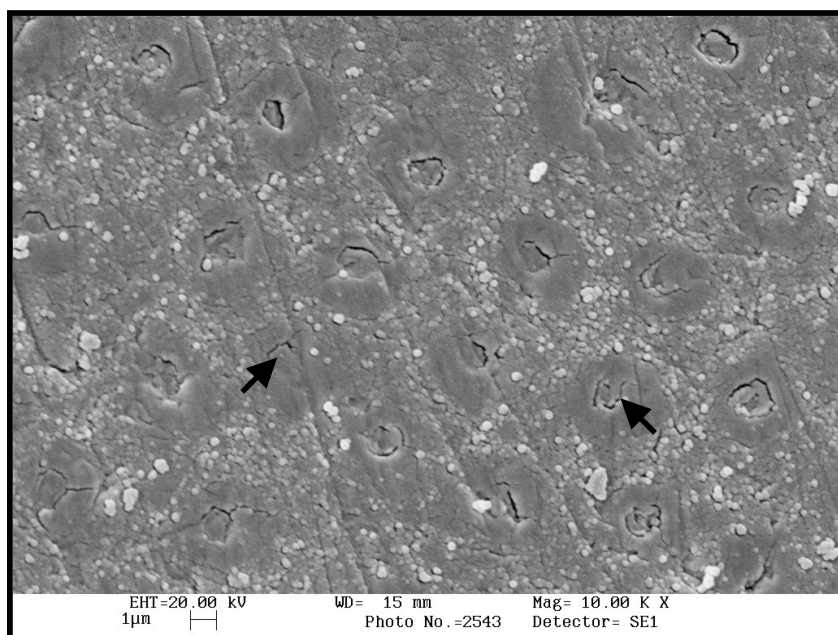


FIGURA 20 – Superfície de dentina afetada por cárie. Presença de túbulos totalmente obliterados (setas).

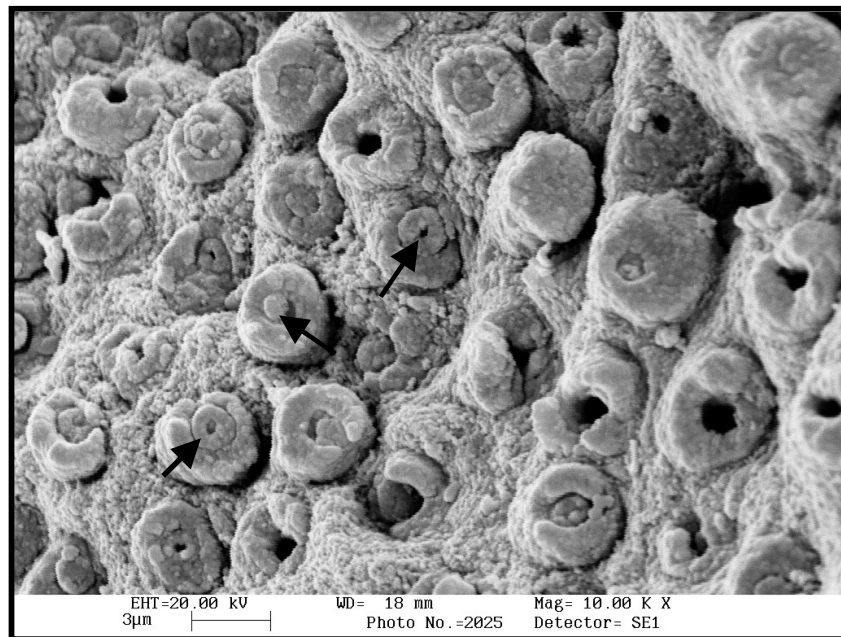


FIGURA 21 – Superfície de dentina afetada por cárie. Presença de túbulos totalmente obliterados por cristais *whitelockite* (setas).

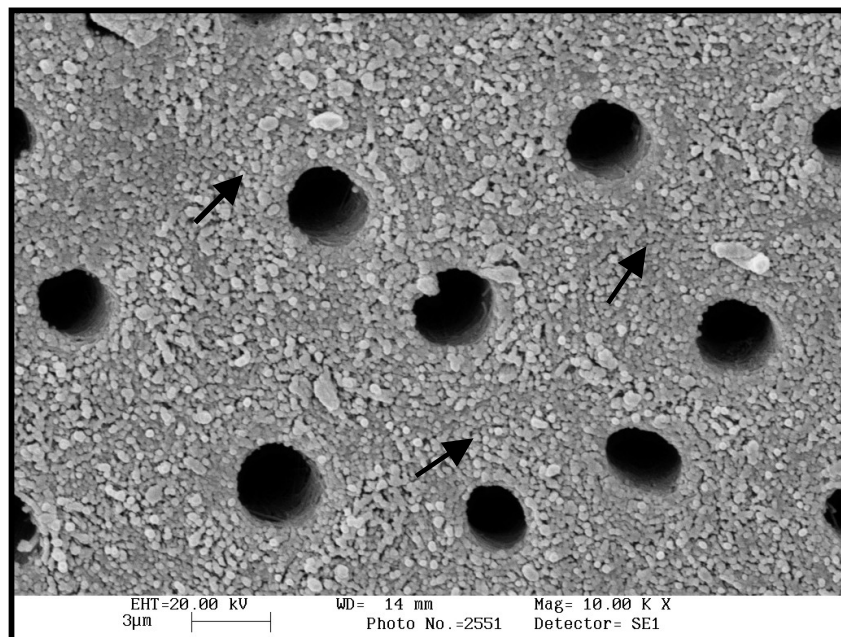


FIGURA 22 – Superfície de dentina normal após condicionamento com ácido fosfórico 35% durante 15 segundos, promovendo a exposição das fibrilas colágenas (Setas).

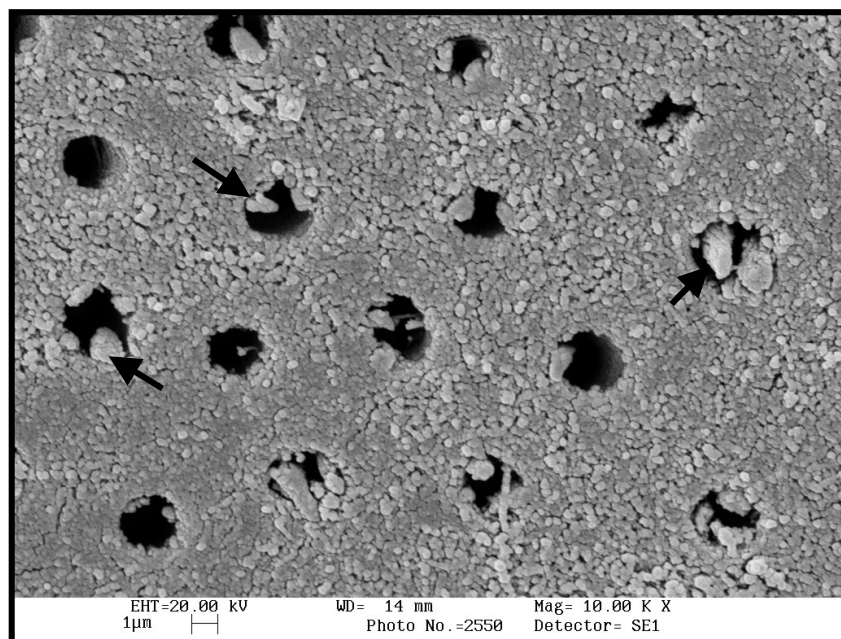


FIGURA 23 – Superfície de dentina afetada por cárie após condicionamento com ácido fosfórico 35% durante 15 segundos. Presença de cristais parcialmente dissolvidos no interior dos túbulos (setas).

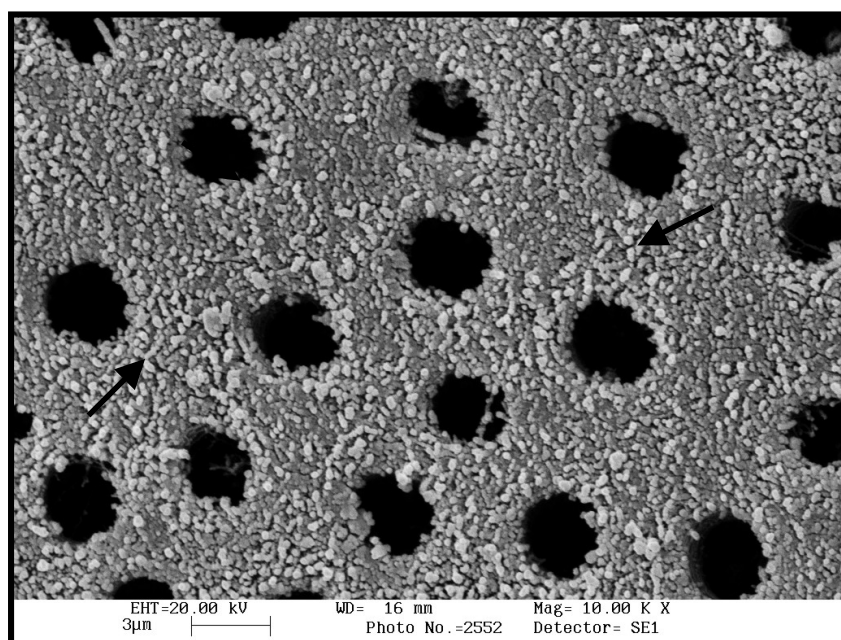


FIGURA 24 – Superfície de dentina normal após condicionamento com ácido fosfórico 35% durante 45 segundos, apresentando uma superfície mais porosa (setas).

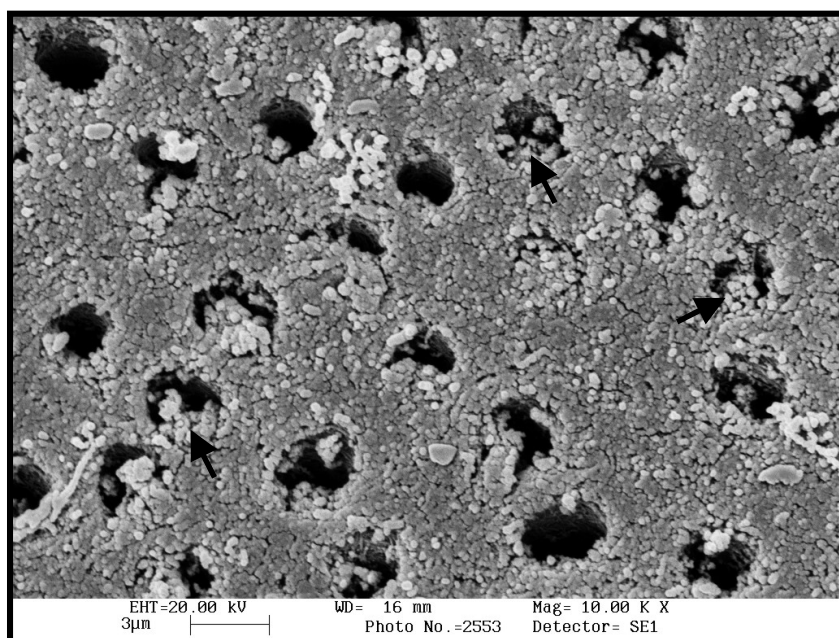


FIGURA 25 – Superfície de dentina afetada por cárie após ataque ácido por 35% durante 45 segundos. Presença de cristais parcialmente dissolvidos no interior dos túbulos (setas).

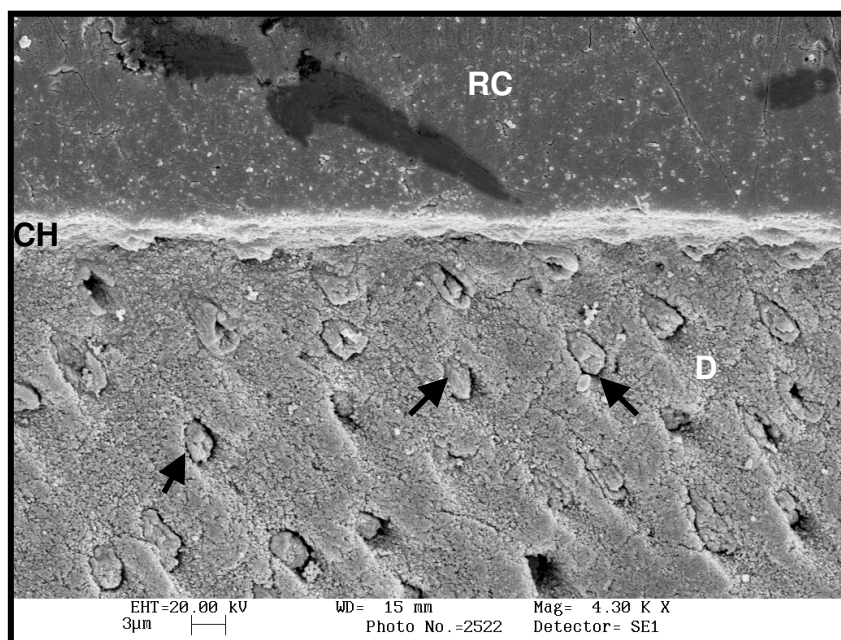


FIGURA 26 – Interface adesiva formada pelo Clearfil SE Bond em dentina afetada por cárie. A maioria dos túbulos apresentavam-se totalmente obliterados por cristais (setas). RC = Resina Composta; CH = Camada Híbrida; D = Dentina.

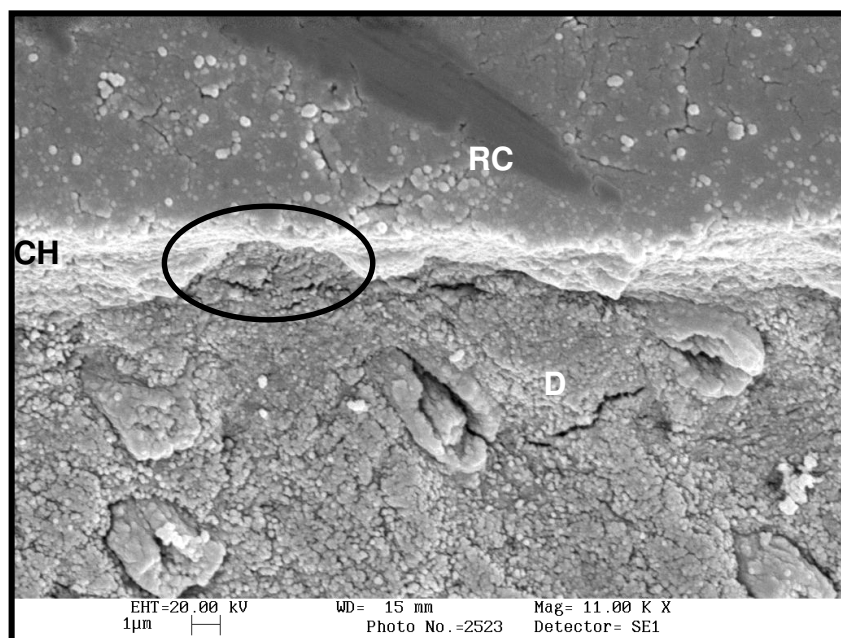


FIGURA 27 – Interface adesiva formada pelo Clearfil SE Bond em dentina afetada por cárie. É possível ser encontradas regiões com ausência de camada híbrida (elipse). RC = Resina Composta; CH = Camada Híbrida; D = Dentina.

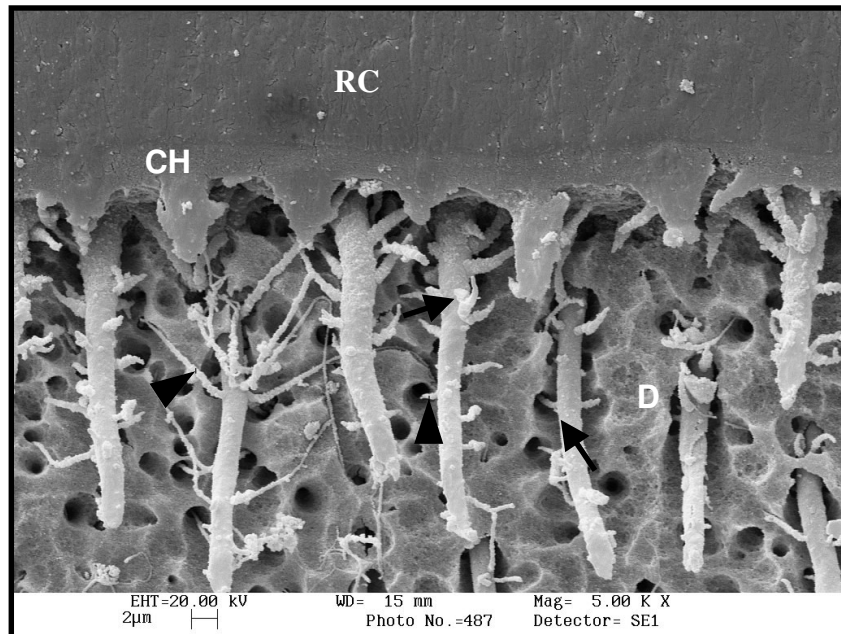


FIGURA 28 – Interface adesiva formada pelo Clearfil SE Bond em dentina normal. Pode-se observar a presença de *tags* de resina (setas) e anastomoses laterais (cabeças de setas). RC = Resina Composta; CH = Camada Híbrida; D = Dentina.

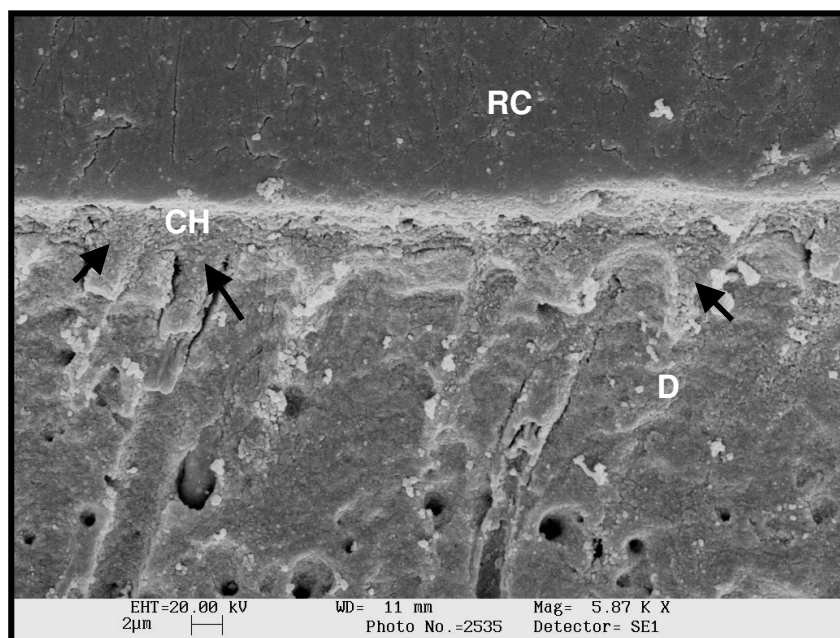


FIGURA 29 – Interface adesiva formada pelo Clearfil SE Bond em dentina afetada por cárie após condicionamento ácido durante 15s. Híbridização da dentina peritubular mais evidente (setas). RC = Resina Composta; CH = Camada Híbrida; D = Dentina.

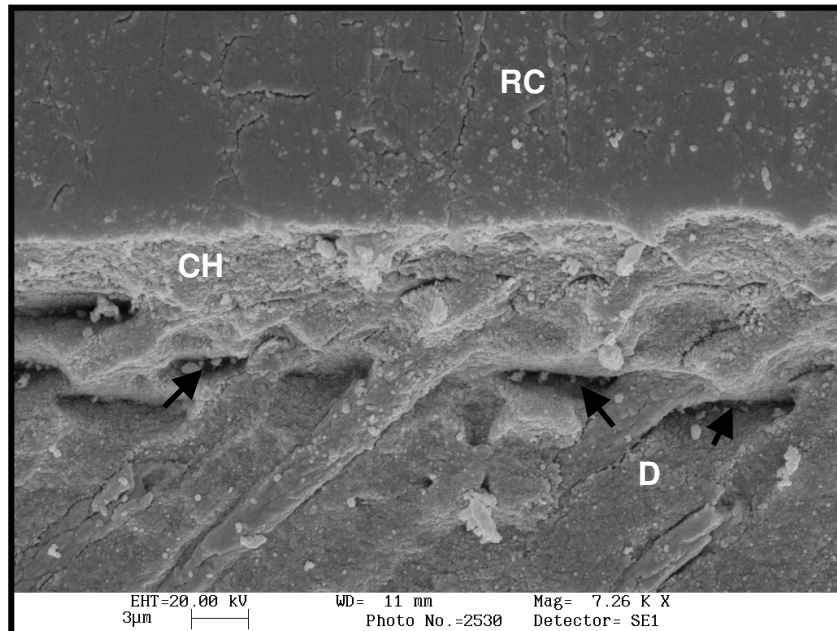


FIGURA 30 – Interface formada pelo Clearfil SE Bond em dentina normal após condicionamento ácido durante 15s. Presença de fendas na região subjacente à camada híbrida (setas). RC = Resina Composta; CH = Camada Híbrida; D = Dentina.

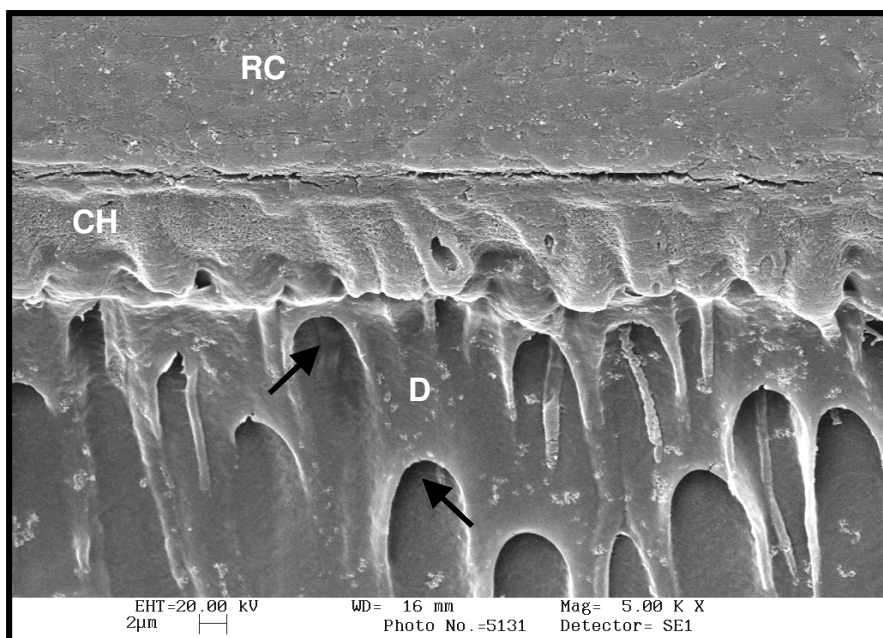


FIGURA 31 – Interface adesiva formada pelo Single Bond em dentina afetada por cárie. Note a ausência de *tags* de resina no interior dos túbulos (setas). RC = Resina Composta; CH = Camada Híbrida; D = Dentina.

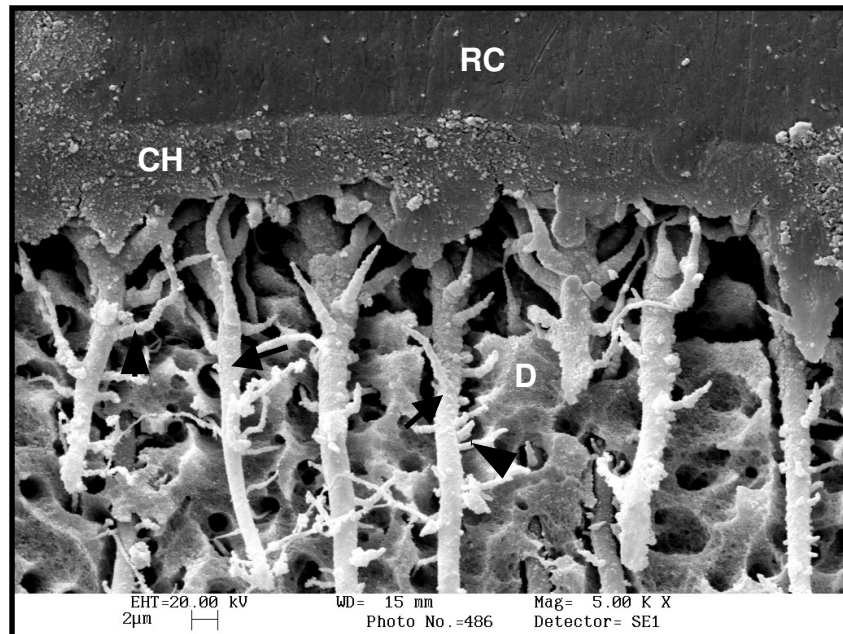


FIGURA 32 – Interface adesiva criada pelo Single Bond em dentina normal. Presença de longos *tags* de resina (setas) e anastomoses (cabeças de setas). RC = Resina Composta; CH = Camada Híbrida; D = Dentina.

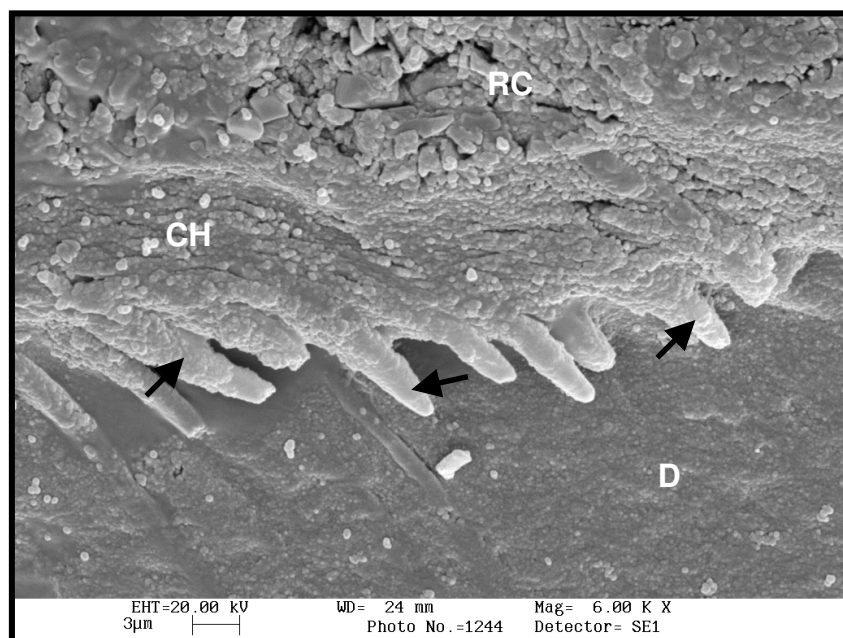


FIGURA 33 – Interface adesiva formada pelo Single Bond em dentina afetada por cárie após condicionamento ácido por 45s. Presença de *tags* e hibridização da dentina peritubular (setas). RC = Resina Composta; CH = Camada Híbrida; D = Dentina.

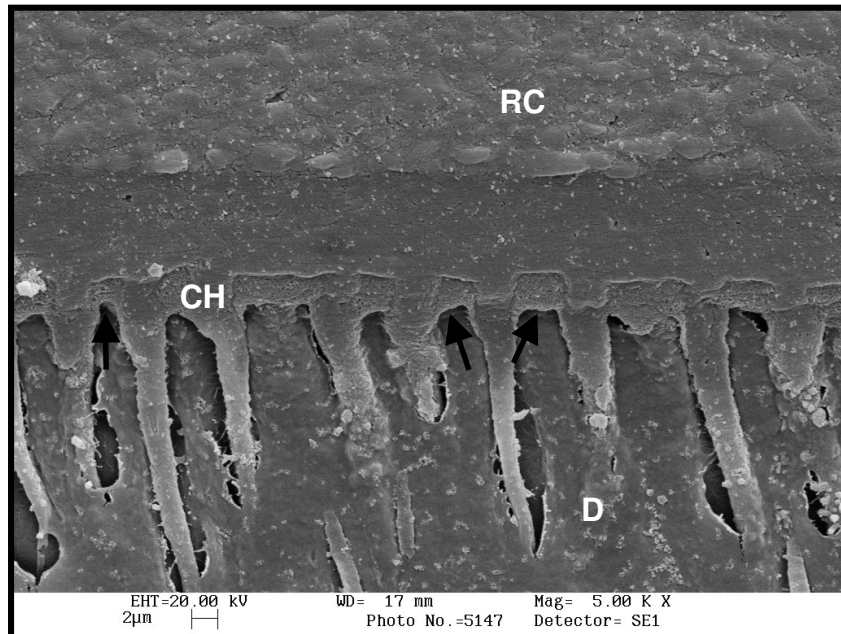


FIGURA 34 – Interface adesiva do Single Bond em dentina normal após ataque ácido por 45s. Presença de fendas na região subjacente à camada híbrida (setas). RC = Resina Composta; CH = Camada Híbrida; D = Dentina.

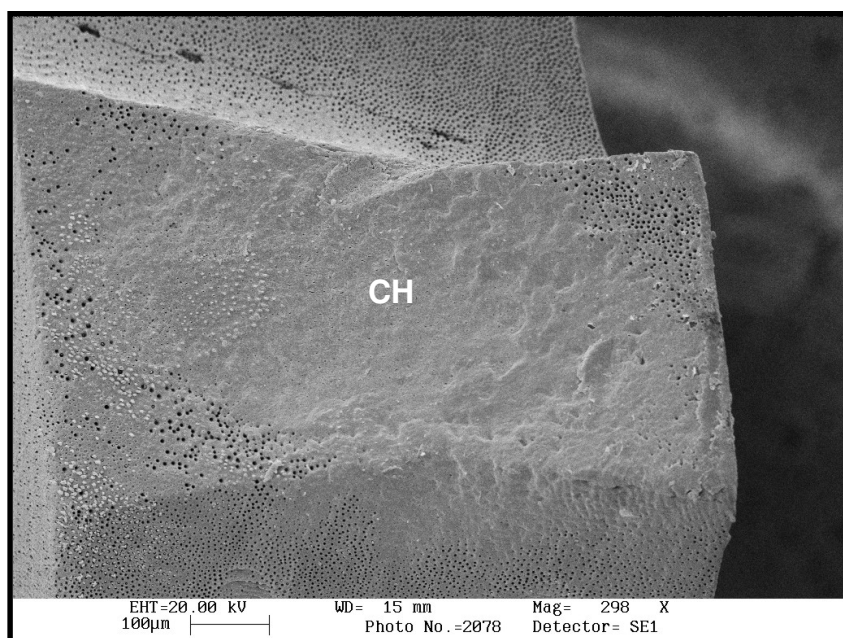


FIGURA 35 – Padrão de fratura tipo I. CH = Camada Híbrida.

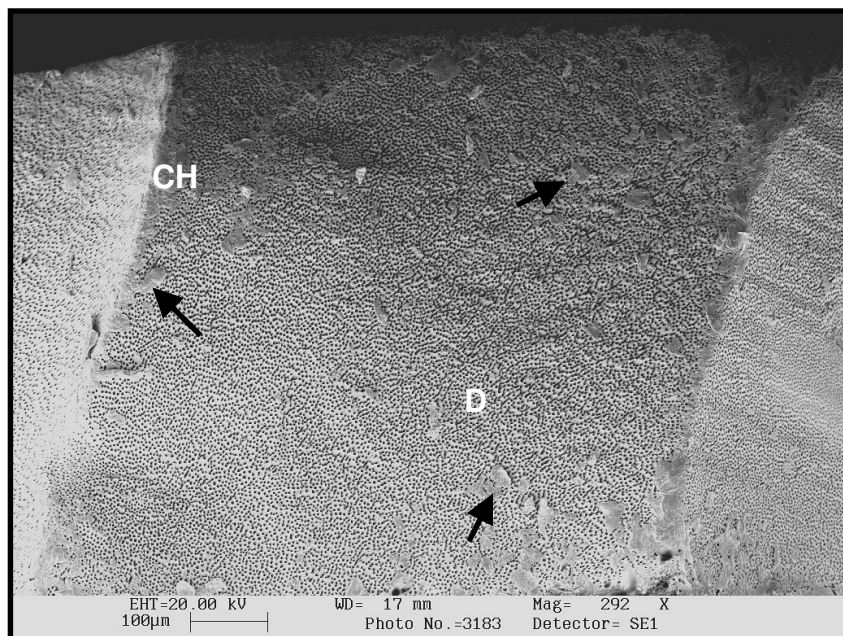


FIGURA 36 – Padrão de fratura tipo III. Note os remanescentes de camada híbrida (setas) RC = Resina Composta; AD = Adesivo; CH = Camada Híbrida.

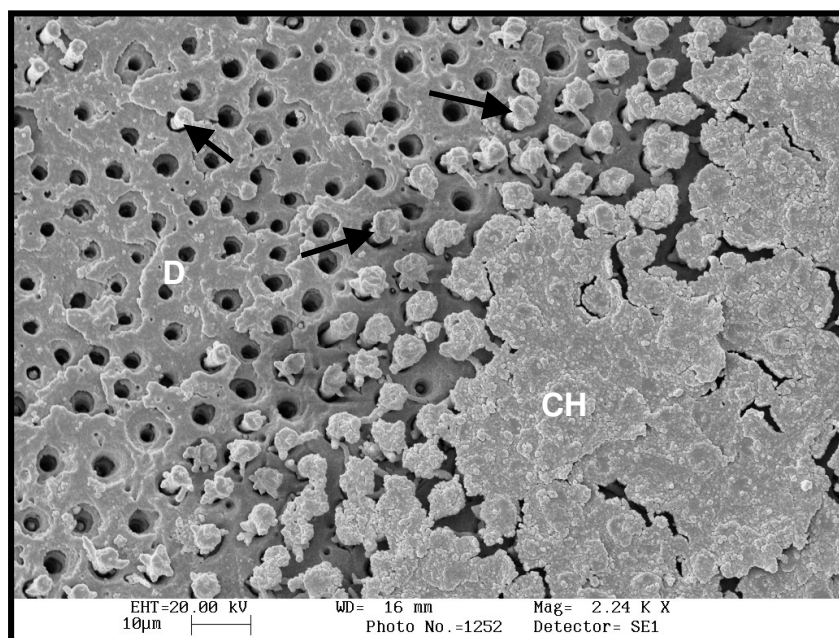


FIGURA 37 – Fratura adesiva localizada na região inferior da camada híbrida. Presença de *tags* remanescentes (setas). CH = Camada Híbrida; D = Dentina.

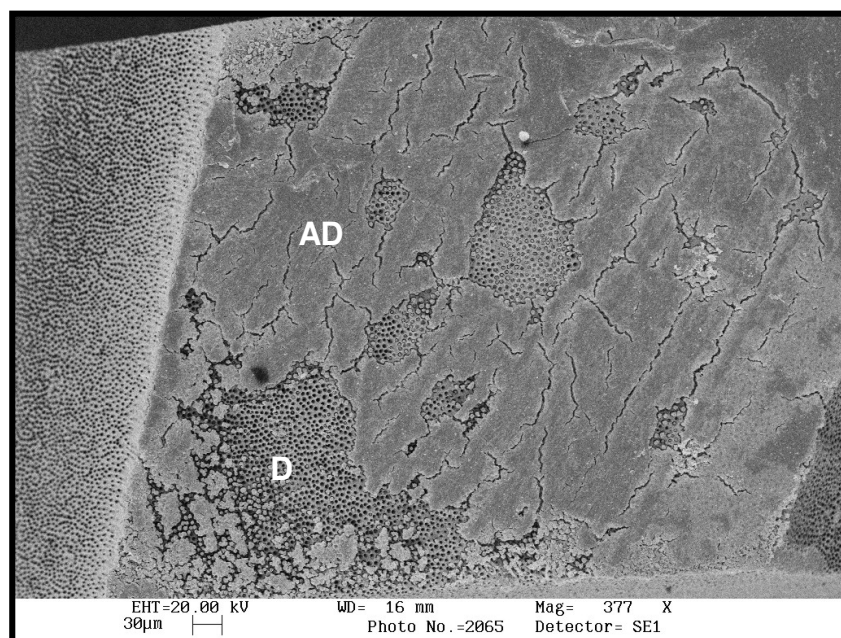


FIGURA 38 – Padrão de fratura tipo I observada nos grupos onde houve aplicação do adesivo Single Bond em dentina normal seguindo-se as recomendações dos fabricantes. AD = Adesivo; D = Dentina.

6. DISCUSSÃO

Muitos estudos aplicados em dentina sadia têm contribuído de forma considerável para a evolução da odontologia adesiva, comparando novos sistemas adesivos (TAY *et al.*, 2000a; CHIGIRA *et al.*, 1994) e a influência das características morfológicas do substrato dentinário sadio na resistência adesiva, como profundidade, permeabilidade dentinária, densidade dos túbulos dentinários e o grau de mineralização da superfície dentinária (WENDT, JEBELES & LEINFELDER, 1990; PRATI *et al.*, 1995; PASHLEY *et al.* 1993a; PASHLEY & CARVALHO, 1997). No entanto, clinicamente é comum encontrar-se a dentina alterada, seja ela esclerótica, amolecida e contaminada, ou afetada por cárie. Devido ao seu íntimo envolvimento com a parede pulpar em cavidades profundas, este tipo de dentina assume considerável relevância clínica, tendo-se em vista que sua manutenção torna-se essencial para o estado vital do dente (YOSHIYAMA *et al.*, 2000) e a conservação da estrutura dental.

Muitas vezes confinados a pequenas áreas do dente, pouco se tem feito para melhorar as propriedades mecânicas dos materiais adesivos quando aplicados sobre estes diferentes tipos de substratos dentinários, uma vez que a maioria dos ensaios mecânicos envolve a avaliação de grandes áreas de dentina. Maior atenção passou a ser despendida na resistência de união e na durabilidade dos materiais adesivos aplicados em dentina esclerótica (YOSHIYAMA *et al.*, 1996; KWONG *et al.*, 2000), infectada por cárie (KIMOGHI *et al.*, 1999) e afetada por cárie (NAKAJIMA *et al.*, 1995, 1999a, 2000, YOSHIYAMA *et al.* 2000) apenas a partir do desenvolvimento do ensaio de microtração por Sano *et al.* (1994). Esta metodologia possibilitou a análise da resistência adesiva

envolvendo uma área de 0,7 a 1 mm², o que permitiu a avaliação, neste estudo, da tração sobre a interface de união adesiva produzida pelos sistemas adesivos na dentina afetada por cárie isoladamente.

Análises mais precisas passaram então a fazer parte dos estudos de resistência adesiva e a influência de fatores locais da dentina sobre a adesão dos sistemas adesivos tornaram-se mais evidentes, como densidade e orientação dos túbulos dentinários (GIANNINI *et al* 2001, SHUPBACH *et al* 1997), quantidade de dentina intertubular presente (PASHLEY *et al.*, 1993, YOSHIYAMA *et al.*, 1995) e grau de mineralização do substrato (PERDIGÃO *et al.*, 1994). Além disso, por propiciar a obtenção de vários espécimes a partir de um único elemento dental, tornou-se possível a utilização de menor número de dentes para a realização de um experimento.

Neste estudo foi aplicado o ensaio de microtração com a técnica do *trimming*, a qual consiste na confecção de fatias de dentes com 0,7 a 1 mm de espessura a partir de dentes restaurados com resina composta. Através do desgaste nas suas laterais, estas fatias apresentavam espessura na região de interface de união adesiva limitada a aproximadamente 1 mm, promovendo a forma de fatia de ampolheta ao espécime, limitando o teste de tração a uma área menor que 1 mm², e permitindo também o isolamento da região de dentina afetada por cárie. Deste modo, embora apresente algumas desvantagens, como fácil desidratação e geração de tensões durante a realização das secções e constricções dos espécimes (PASHLEY *et al.* 1995), esta metodologia permitiu que fossem observadas neste estudo diferenças significativas entre os valores de adesão

obtidos em dentina normal e dentina afetada por cárie, bem como entre as diferentes formas de tratamento nesta última.

Como previamente observado em outros estudos (NAKAJIMA *et al.* 1995, 1999, 2000), tanto a aplicação de um sistema adesivo autocondicionante quanto de um sistema de frasco único no substrato dentinário afetado por cárie resultou em baixos valores de união adesiva (TAB. 2). O principal fator envolvido neste fraco desempenho dos sistemas adesivos neste tipo de substrato está diretamente relacionado às suas características morfológicas, que o diferenciam consideravelmente do substrato dentinário normal. Alguns estudos têm demonstrado que alterações no conteúdo inorgânico da dentina afetada por cárie seriam os principais fatores responsáveis pelos baixos valores de união adesiva observados neste tipo de substrato (NAKAJIMA *et al.* 1995, 1999b, 2000). Assim, a presença de cristais minerais no interior dos túbulos dentinários (NAKAJIMA *et al.*, 1995), como observados neste estudo (FIG. 21, 26 e 27) estariam impedindo a adequada penetração dos monômeros adesivos tanto no interior dos túbulos dentinários quanto na dentina intertubular.

Uma vez que estes minerais presentes nos túbulos, na dentina intertubular e na peritubular, apresentam-se mais resistentes à ação dos ácidos devido à sua diferente composição (LEGEROS, 1991; LEFREVE, FRANK & VOEGEL, 1976), fator este confirmado nas análises de superfície realizadas neste experimento (FIG. 23), este estudo procurou avaliar um método alternativo de tratamento da superfície dentinária afetada por cárie frente à dificuldade que tal substrato tem oferecido à adesão de diferentes adesivos.

Do mesmo modo como ocorre na dentina esclerótica cervical, os depósitos minerais no interior dos túbulos têm constituído talvez a principal barreira para a ação dos sistemas adesivos na dentina afetada por cárie (NAKAJIMA *et al* 1995, 1999a, 1999b, 2000; YOSHIYAMA *et al.*, 2000; HARNIRATTISAI *et al*, 1992). De acordo com FRANK & VOEGEL (1980), os processos odontoblásticos que não degeneravam e muito menos se retraem diante da agressão, proveriam a matriz celular para a remineralização da dentina afetada por cárie e formação destes cristais no interior dos túbulos dentinários. Compostos por hidroxiapatita e cristais *whitlockite* (SHIMIZU *et al.*, 1981; OGAWA *et al.*, 1983), sua presença é capaz de tornar o substrato mais resistente aos efeitos do condicionamento ácido (OGAWA *et al.*, 1983; MARSHALL *et al.*, 2001a), limitando sua profundidade de desmineralização, uma vez que a extensão de desmineralização da dentina intertubular está diretamente relacionada ao grau de obliteração dos túbulos dentinários (HARNIRATTISAI *et al.*, 1992).

Ao aplicar ácido fosfórico a 35 % em dentina afetada por cárie, observou-se neste estudo que os cristais presentes no interior dos túbulos apresentavam-se apenas parcialmente dissolvidos (FIG. 23), como também observado por KWONG *et al.* (2000), demonstrando maior resistência ao ácido do que os minerais encontrados em dentina normal. Deste modo, estando o processo de desmineralização limitado ou até comprometido, os subseqüentes processos de difusão e impregnação dos monômeros adesivos entre as fibrilas colágenas tornam-se pouco eficazes, comprometendo a resistência adesiva de ambos os sistemas adesivos, autocondicionantes e de frasco único, quando aplicados na dentina afetada por cárie.

Além de interferir no processo de desmineralização da superfície dentinária, foi possível observar na análise em microscopia eletrônica de varredura que a presença destes depósitos minerais no interior dos túbulos impediu também a formação de *tags* de resina e a conseqüente hibridização da dentina peritubular (FIG. 26 e 31), fatores de considerável importância na resistência de união de superfícies dentinárias de profundidade média para profunda (YOSHIYAMA *et al.*, 1995, KWONG *et al.*, 2000), como as utilizadas neste estudo. Além disto, a ausência de anastomoses devido à falta de penetração dos monômeros adesivos no interior dos túbulos poderia comprometer ainda mais a resistência adesiva na dentina afetada por cárie (NAKAJIMA *et al.*, 1995, CHAPBELL *et al* 1994).

As imagens, obtidas em MEV, das interfaces promovidas pelo sistema autocondicionante em dentina afetada por cárie segundo as recomendações dos fabricantes, exibiram regiões onde aparentemente não havia a presença da camada híbrida (FIG. 27), o que representaria focos de fragilidade da interface que poderiam romper prematuramente. Destituindo-se a etapa de condicionamento da superfície com ácido fosfórico a 35%, os sistemas autocondicionantes caracterizam-se pela utilização de um *primer* com baixo pH, o qual é aplicado diretamente sobre a *smear layer*. A mistura HEMA e do MDP presente na formulação do sistema adesivo Clearfil SE Bond cria canais de difusão na matriz dentinária subjacentes aos criados na *smear layer* (WATANABE, NAKABAYASHI & PASHLEY, 1994). A presença de cristais minerais mais resistentes aos ácidos devido à sua composição alterada no interior dos túbulos dentinários (FUASAYAMA & SAIMI, 1996), bem como a presença de *smear layer* rica em cálcio devido à influência destes cristais em sua formação (DAMEN, BUIJS & TEM CATE, 1998), poderiam exercer maior efeito tampão sobre o *primer* ácido, elevando prontamente seu pH. Sem o mesmo poder de dissolução da *smear*

layer e criação dos canais de difusão, os sistemas autocondicionantes teriam sua capacidade de penetração reduzida entre as fibrilas colágenas, comprometendo sua resistência adesiva quando aplicados em dentina afetada por cárie (NAKAJIMA *et al.*, 1995, 1999a, 1999b, 2000; YOSHIYAMA *et al.*, 2000).

Ao se aplicar maior tempo de condicionamento ácido, os valores de resistência adesiva na dentina afetada por cárie apresentaram-se superiores aos obtidos quando apenas foram seguidas as recomendações dos fabricantes em ambos os sistemas adesivos Single Bond e Clearfil SE Bond (TAB. 2). Embora os cristais presentes no interior dos túbulos deste tipo de substrato tenham se mostrado mais resistentes ao condicionamento com ácido fosfórico a 35%, a resistência adesiva poderia ser aumentada através do aumento da área de superfície e rugosidade ao longo da dentina peritubular desmineralizada após condicionamento, além do complexo sistema de anastomoses dos túbulos dentinários formadas em decorrência deste procedimento (KWONG *et al.*, 2000). GWINNETT (1993) estimou que a hibridização da parede tubular decorrente da formação dos *tags* de resina contribui em 20% na resistência adesiva de interface, aproximadamente a mesma diferença encontrada neste estudo quando comparadas as médias obtidas em dentina afetada por cárie com e sem condicionamento adicional.

Aparentemente, um maior tempo de condicionamento ácido foi suficiente para promover maior grau de dissolução dos cristais mais resistentes ao ácido e deste modo permitir mais efetiva desmineralização do substrato e formação de *tags*, facilitando a penetração dos monômeros adesivos na dentina intertubular, na peritubular e no interior dos túbulos dentinários (FIG. 29 e 33). Considerando-se que foi utilizada neste estudo principalmente uma região de dentina média/profunda (FIG. 30, 32 e 34), a formação de

tags, anastomoses laterais e a conseqüente hibridização das paredes peritubulares adquirem considerável importância na resistência de união total, uma vez que a área de dentina intertubular encontra-se reduzida (SHUPBACH, KREJCI & FELIX, 1997, CHAPBEL *et al.*, 1994, GIANNINI *et al.*, 1999). Além do mais, a formação dos *tags* no interior dos túbulos dentinários proporciona também uma melhor infiltração dos monômeros adesivos na dentina intertubular, uma vez que a sua hibridização ocorre também através dos túbulos dentinários (GRIFFITHS & WATSON, 1995; SHÜPBACH, KREJCI & FELIX, 1997).

Embora significativa, a melhora na resistência dos sistemas adesivos na dentina afetada por cárie com os diferentes padrões de condicionamento ácido em dentina não promoveu os mesmos valores de resistência adesiva obtidos em dentina normal. Uma vez que o proposto neste estudo baseou-se apenas nas alterações no conteúdo mineral deste substrato, outros fatores de origem orgânica podem ainda estar interferindo na interação dos sistemas com a dentina afetada por cárie. O padrão de fratura ocorrido na camada híbrida dos espécimes dos grupos envolvendo dentina afetada por cárie corrobora com tal suspeita (FIG. 35). De acordo com SHIMIZU *et al.* (1981), a dentina afetada por cárie apresenta maior metacromasia quando corada pelo azul de toluidina, fator este atribuído a maior quantidade de mucopolissacarídeos ácidos no substrato. Possivelmente tais substâncias poderiam estar interferindo na conversão dos monômeros adesivos em polímeros, levando a uma polimerização menos efetiva da resina (NAKAJIMA *et al.*, 1995), comprometendo a força de união. Além do mais, as fibrilas colágenas presentes neste tipo de substrato apresentam-se alteradas, reversivelmente desnaturadas (KUBOKI, OHGUSHI & FUSAYAMA, 1977) e com número menor de ligações cruzadas intermoleculares (dihidroxisinorleucina e hidroxilisnorleucina) (FUSAYAMA, 1979a), o que pode

comprometer suas propriedades físicas e conseqüentemente as da camada híbrida formada neste tipo de substrato.

Tais alterações, assim como a desmineralização parcial do substrato pelo processo carioso, podem ter influenciado nos valores de dureza Knoop observados na dentina afetada por cárie, os quais demonstraram-se inferiores à dureza observada na dentina normal (TAB. 4). A ausência de diferenças significativas nos valores de microdureza, quando comparados apenas os grupos envolvendo dentina afetada por cárie, confirma a padronização do substrato utilizado e da metodologia de seleção do tipo de dentina, mesmo descartando-se a utilização da solução de fucsina a 5 %, o que poderia induzir à remoção de uma quantidade maior de dentina do que a necessária (FUSAYAMA, 1977; FUSAYAMA & TERASHIMA, 1972).

Além do desafio ácido-base convencionalmente utilizado por outros autores (NAKAJIMA *et al.*, 1995), foi aplicado neste estudo um desafio ácido-base experimental, caracterizado pela aplicação de hipoclorito de sódio a 5% por 4 minutos seguido de aplicação de ácido fosfórico 35% por 10 segundos, com o intuito de remover-se todo o colágeno desmineralizado não coberto por resina, bem como também toda *smear layer* que preenchia as porosidades no interior da camada híbrida após a seqüência de polimento para a observação em MEV, para que fosse observada a porosidade na camada, uma vez que monômeros resinosos não infiltram totalmente a zona desmineralizada (VAN MEERBEEK *et al.*, 1992, SANO *et al.*, 1995). Outro objetivo destes desafios ácido-base foi avaliar a resistência da camada híbrida formada diante desta agressão, o que seria, de acordo com NAKAJIMA *et al.* (1995), um indício do grau de conversão dos monômeros em polímeros

na dentina intertubular, peritubular e no interior dos túbulos. Apesar de ter sido possível evidenciar a presença de poros na camada híbrida quando utilizado o adesivo Single Bond, nenhuma diferença nítida pôde ser observada ao se comparar a resistência ao desafio ácido-base das interfaces de união formadas em dentina normal e afetada por cárie.

Todavia, após análise de interface de união adesiva sujeita ao desafio ácido-base, é possível observar regiões de fendas subjacentes à camada híbrida, principalmente nas amostras que envolviam condicionamento ácido de 15 segundos previamente à aplicação dos sistemas autocondicionantes (FIG. 30) e nas amostras em que foi aplicado o sistema Single Bond após condicionamento ácido da dentina por 45 segundos (FIG. 34). É possível que tais fendas tenham sido originadas a partir da remoção das fibrilas colágenas desprovidas de minerais, após a aplicação do NaOCl a 5% sobre a interface de união adesiva. Este achado pode estar relacionado à incompleta penetração dos monômeros resinosos na base da região de dentina desmineralizada, onde a resina não foi capaz de infiltrar devido à maior profundidade de desmineralização decorrente do maior tempo de condicionamento do substrato (EICK *et al* 1993b). A profundidade de desmineralização pela ação do ácido e completa difusão do monômero no interior da zona descalcificada são considerados os dois mais importantes fatores que podem afetar a qualidade da adesão na dentina (NAKBAYASHI, KOJIMA & MASUHARA, 1982). Quando a profundidade de desmineralização, decorrente da aplicação prévia do ácido na superfície dentinária, excede a profundidade de difusão e impregnação da resina fluida, uma zona de fibrilas colágenas sem minerais é deixada exposta, sem estarem envoltas por resina (NAKABAYASHI & SAIMI, 1996). Estudos investigando a longevidade de restaurações adesivas têm mostrado

que a dentina desprovida do seu conteúdo mineral e não totalmente infiltrada pelo monômero adesivo tem potencial de gerar regiões de degradação pela infiltração da água (OKUDA *et al.*, 2002; ARMSTRONG, KELLER, BOYER, 2001), podendo trazer prejuízos para a restauração em longo prazo. Deste modo, o condicionamento extra do substrato dentinário deve ser restrito exclusivamente à área de dentina afetada por cárie.

Portanto, apesar da nova metodologia de tratamento da dentina afetada por cárie promover aumento na resistência de união, estudos adicionais são necessários para que se possam desenvolver outras formas de tratamento que procurem contornar as alterações no conteúdo orgânico e inorgânico que têm sido descritas para o substrato afetado por cárie. Assim, será possível tornar a dentina afetada por cárie um substrato adequado e importante para a união adesiva.

7. CONCLUSÃO

De acordo com as condições em que este estudo foi desenvolvido e com base nos resultados da análise aplicada aos valores obtidos, pode-se concluir que:

- 1) Os adesivos mostraram similares valores médios de resistência à tração em dentina normal e alterada, seguindo as instruções dos fabricantes ou após o condicionamento extra.
- 2) Os adesivos aplicados em dentina normal, independente do tratamento superficial ou do sistema adesivo utilizado, sempre apresentaram valores médios superiores aos obtidos em dentina afetada por cárie.
- 3) O condicionamento adicional em dentina normal não produziu efeito significativo na resistência à tração para ambos adesivos.
- 4) O condicionamento adicional aumentou a resistência à tração para os adesivos aplicados em dentina afetada por cárie.
- 5) Os valores de microdureza em dentina afetada por cárie mostraram-se sempre inferiores aos da dentina normal, não havendo diferenças significativas entre os grupos envolvendo dentina afetada por cárie ou normal.
- 6) A análise das fotomicrografias (MEV) detectou significativa diferença morfológica nas superfícies dentinárias normais e alteradas, assim como nas interfaces adesivas formadas pelos sistemas adesivos estudados e pelos diferentes tratamentos do substrato.
- 7) A dentina afetada por cárie exerceu influência no padrão de fratura, proporcionando alta porcentagem de fraturas na camada híbrida.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS:

1. ARMSTRONG, S.R.; KELLER, J.C.; BOYER, D.B. The influence of water storage and C-factor on the dentin-resin composite microtensile bond strength and debond pathway utilizing a filled and unfilled adhesive resin. **Dent Mater**, v.17, n.3, p.268-276, May 2001.
2. ARRAIS, C.A.; GIANNINI, M. Morphology and thickness of the diffusion of resin through demineralized or unconditioned dentinal matrix. **Pesqui Odontol Bras**, v.16, São Paulo, n.2, p.115–120, Jul. 2002.
3. BLAKE, G.C. The peritubular translucent zones in human dentin. **Brit Dent J**, London, v.21, p.57–66, 1958.
4. BOWEN, R.L. & RODRIGUEZ, M.S. Tensile strength and modulus of elasticity of tooth structure and several restorative materials. **J Am Dent Assoc**, Chicago, v.64, n.3, p.378–187, Mar. 1955.
5. BRADFORD, E.W. The interpretation of decalcified sections of human dentin. **Br Dent J**, London, v.8, n.5, p.153–159, Mar. 1955.
6. BUONOCORE, M.G. A simple method of increasing the adhesion of acrylic filling materials to enamel surfaces. **J Dent Res**, Washington, v.34, n.6, p.849–853, Dec. 1955.
7. CARDOSO, P.E.; BRAGA, R.R. & CARRILHO, M.R. Evaluation of micro-tensile, shear and tensile tests determining the bond strength of three adhesive systems. **Dent Mater**, Washington, v.14, p.6, p.394–8, Nov. 1998

8. CARVALHO, R.M.; BONACHELA, W.C.; KANASHIRO, A. An alternative technique for recontouring cervical eroded and abraded areas: a case report. **Quintessence Int**, Berlin, v.26, n.3, p.169–74, Mar. 1995.
9. CARVALHO, R.M. *et al.* Determinação da resistência adesiva a dentina através de um dispositivo de micro-tração. **Revta FOB**, Bauru, v.2, n.3, p.77–82, July/Sept. 1994.
10. CHAPPELL, R.P. *et al.* Dentinal tubule anastomosis: a potential factor in adhesive bonding? **J Prosthet Dent**, Saint Louis, v.72, p.183–188, 1994.
11. CHAVES, P.; GIANNINI, M.; AMBROSANO, G.M.B. Influence of smear layer treatments on bond strength to dentin. **J Adhesive Dent**, (*in press* – aceito), 2002.
12. CHIGIRA, H. *et al.* Efficacy of various commercial dentin bonding systems. **Dent Mater**, Washington, v.10, n.6, p.363–8, Nov. 1994.
13. DAMEN, J.J.*et al.* Fluoride-dependent formation of mineralized layers in bovine dentin during demineralization in vitro. **Caries Res**, Basel, v.32, n.6, p.435–40, 1998.
14. DUKE, E.S. & LINDEMUTH, J. Variability of clinical dentin substrates. **Am J Dent**, San Antonio, v.4, p.241–246, Oct. 1991.
15. EICK, J.D. *et al.* Current concepts on adhesion to dentin. **Crit Rev Oral Biol Med**, Boca Raton, v.8, n.3, p.306–35, Review, 1997
16. FERRARI, M. *et al.* Dentin infiltration by three adhesive systems in clinical and laboratory conditions. **Am J Dent**; San Antonio, v.9, n.6, p.240–4, Dec. 1996

17. FRANK, R.M. & VOEGEL, J.C. Ultrastructure of the human odontoblast process and its mineralisation during dental caries. **Caries Res**, Basel, v.14, n.6, p.367–80, 1980.

18. FUSAYAMA, T.; OKUSE, K.; HOSODA, H. Relationship between hardness, discoloration, and microbial invasion in carious dentin. **J Dent Res**. Washington, v.45, n.4, p.1033–46, Jul-Aug. 1966.

19. FUSAYAMA, T., TERASHIMA, S. Differentiation of two layers of carious dentin by staining. **Bull Tokyo Med Dent Univ**, Tokyo, v.19, p.83–92, mar. 1972.

20. FUSAYAMA, T. Tow layers of carious dentin: diagnosis and treatment. **Oper Dent**, Seattle, v.4, p.63–70, Spring 1979 (a).

21. FUSAYAMA, T. *et al.* Non-pressure adhesion of a new adhesive restorative resin. **J Dent Res**, Washington, v.58, n.4, p.1364–70, Apr. 1979 (b).

22. GIANNINI, M. *et al.* The influence of tubule density and area of solid dentin on bond strenght of two adhesive systems to dentin. **J Adhesive Dent**, v.3, p.5315–324, Winter 2001.

23. GOODIS H.E.; MARSHALL, G.W. JR & WHITE, J.M. The effects of storage after extraction of the teeth on human dentine permeability in vitro. **Arch Oral Biol**, Oxford, v.36, n.8, p.561–6, 1991.

24. GRIFFITHS, B.M.; WATSON, T.F. Resin-dentin interface of Scotchbond Multi-Purpose dentin adhesive. **Am J Dent**, San Antonio, v.8, n.4, p.212–6. Aug. 1995

25. GWINNETT, A. J. *et al.* Quantitative contribution of the collagen network in dentin hybridization. **Am J Dent**, San Antonio, v.9, p.140–144, Aug 1996.

26. GWINNETT, A.J. Quantitative contribution of resin infiltration/hybridization to dentin bonding. **Am J Dent**, San Antonio, v.6, p.7–9, Feb. 1993.
27. HARNIRATTISAI, C. *et al.* Interfacial morphology of an adhesive resin and etched caries-affected dentin. **Oper Dent**, Seattle, v. 17, p. 222–228, Nov-Dec 1992.
28. ISOKAWA, S.; KUBOTA, K. & KUWAJIMA, K. Scanning electron microscope study of dentin exposed by contact facets and cervical abrasion. **J Dent Res**, Washington, v.52, n.1, p.170–4, Jan-Feb. 1973.
29. ITTHAGARUN, A. & TAY, F.R. Self-contamination of deep dentin by dentin fluid. **Am J Dent**, San Antonio, v.13, n.4, p.195–200, Aug. 2000.
30. KIMOCHI, T. *et al.* Adhesion of a new commercial self-etching/self-priming bonding resin to human caries-infected dentin. **Dent Mater J**, v.18, n.4, p.437–43, Dec. 1999.
31. KRAMER, I.R. & McLEAN, J.W. Alterations in the staining reactions of dentin resulting from a constituent of a new self-polymerizing resin. **Br Dent J**, London, v.93, n.6, p.150–153, Sept. 1952.
32. KUBOKI, Y.; OHGUSHI, K.; FUSAYAMA, T. Collagen biochemistry of the two layers of carious dentin. **J Dent Res**, Washington, v.56, n.10, p.1233–7, Oct. 1977.
33. KWONG, S.M., *et al.* An structural effect of the application of dentin adhesives to acid-conditioned sclerotic dentin. **J Dent**, Oxford, v.28, p.515–528, Sep. 2000.
34. KWONG, S.M. *et al* Micro-tensile bond strengths to sclerotic dentin using a self-etching and a total-etching technique. **Dent Mater**, Washington, v.18, n.5, p.359–69, Jul. 2002.

35. LEFEVRE, R.; FRANK, R.M.; VOEGEL, J.C. The study of human dentine with secondary ion microscopy and electron diffraction. **Calcif Tissue Res.** v.19, n.4, p.251–61, Mar. 1976.
36. LEFKOWITZ, W. The “vitality” of the calcified dental tissues. **J Dent Res**, Washington, v.21, n. 5, p. 423-428, Apr. 1942.
37. LEGEROS, R.Z. Chemical and crystallographic events in the caries process. **J Dent Res**, Washington, v.69, número especial 567-74, p.634–6, Review, Feb. 1990
38. MARSHALL, G.W. *et al.* The dentin substrate: structure and properties related to bonding. **J Dent**, Washington, v.25, n.6, p.441–58, Review, Nov. 1997.
39. MARSHALL, G.W. *et al.* Citric acid etching of cervical sclerotic dentin lesions: an AFM study. **J Biom Mater Res**, New York, v.49, p.338–344, 2000.
40. MARSHALL, G.W. *et al.* Demineralization of caries-affected transparent dentin by citric acid: na anatomic force microscopy study. **Dent Mater**, Washington, v.17, p.45–52, Jan. 2001 (a).
41. MARSHALL, G.W. *et al.* Nanomechanical properties of hydrated carious human dentin. **J Dent Res**, Washington, v.80, n.8, p.1768–71, Aug. 2001 (b).
42. MENDIS, B.R. & DARLING, A.I. A scanning electron microscope and microradiographic study of closure of human coronal dentinal tubules related to occlusal attrition and caries. **Arch Oral Biol**, Oxford, v.24, n.10–11, p.725-33, 1979.

43. NAKABAYASHI, N.; KOJIMA, K. & MATSUHARA, E. The promotion of adhesion by infiltration of monomers tooth substrates. **J Biomed Mater Res**, New York, v.16, p.265–273, May. 1982
44. NAKABAYASHI, N. & SAIMI, Y. Bonding to intact dentin. **J Dent Res**, Washington, v.75, n.9, p.1706–15, Sep. 1996.
45. NAKAJIMA, M. *et al.* Tensile bond strength and SEM evaluation of caries-affected dentin using dentin adhesives. **J Dent Res**, Washington, v.74, n.10, p.1679–1688, Oct. 1995.
46. NAKAJIMA, M. *et al.* Effect of moist vs. dry bonding to normal vs. caries-affected dentin with Scotchbond Multi-Purpose Plus. **J Dent Res**, Washington, v.78, n.7, p.1298–303, Jul. 1999 (a).
47. NAKAJIMA, M. *et al.* Bonding to caries-affected dentin using self-etching primers. **Am J Dent**, San Antonio, v.12, p.309–314, Dec. 1999 (b).
48. NAKAJIMA, M. *et al.* Bond strengths of single-bottle dentin adhesives to caries-affected dentin. **Oper Dent**, Seattle, v.25, p.2–10, Jan.-Feb. 2000.
49. OGAWA, K.; *et al.* The ultrastructure and hardness of the transparent layer of human carious dentin. **J Dent Res**, Washington, v.62, n.1, p.7–10, Jan. 1983.
50. OKUDA, M. *et al.* Long-term durability of resin dentin interface: nanoleakage vs. microtensile bond strength. **Oper Dent**, Seattle, v.27, n.3, p.289-296, May-Jun 2002

51. PASHLEY, E.L. *et al.* Bond strength to superficial, intermediate and deep dentin in vivo with four dentin bonding systems. **Dent Mater**, Washington, v.9, n.1, p.19–22, Jan. 1993a.
52. PASHLEY, D.H. *et al.* Permeability of dentin to adhesive agents. **Quintessence Int**, Berlin, v.24, n.9, p.618–631, Sep. 1993b.
53. PASHLEY, D.H. *et al.* Adhesion testing of dentin bonding agents: a review. **Dent Mater**, Washington, v.11, n.2, p.117–25, Review, Mar. 1995.
54. PASHLEY, D.H. *et al.* The microtensile bond test: a review. **J Adhes Dent**, v.1, n.4, p.299–309, Review, Winter 1999
55. PASHLEY, D.H., CARVALHO, R.M. Dentine permeability and dentine adhesion. **J Dent**, Oxford, v.25, n.5, p.335–372, Sep. 1997.
56. PERDIGÃO, J. *et al.* *In vitro* bond strengths and SEM evaluation of dentin bonding systems to different dentin substrates. **J Dent Res**, Washington, v.73, n.1, p.44–55, Jan. 1994.
57. PERDIGÃO, J. *et al.* Effect of conditioner on the μ -Tensile Bond Strength of Clearfil SE Bond. **J Dent Res**, Washington, v.79, p.194, 2000. [Abstract 408]
58. PEREIRA, P.N. *et al.* Effect of intrinsic wetness and regional difference on dentin bond strength. **Dent Mater**, Washington, v.15, n.1, p.46–53, Jan. 1999.
59. PRATI, C. *et al.* Dentine permeability and bond quality as affected by new bonding systems. **J Dent**, Oxford, v.23, n.4, p.217–26, Aug. 1995.

60. SANO, H. *et al.* Microporous dentin zone beneath resin-impregnated layer. **Oper Dent**, Seattle, v.19, n.2, p.59–64, Mar-Apr. 1994.
61. SANO, H. *et al.* Relationship between surface area for adhesion and tensile bond strength - Evaluation of a micro-tensile bond test. **Dent Mater**, Washington, v.10, n.4, p.236–240, Jul. 1994.
62. SANO, H. *et al.* Nanoleakage: leakage within the hybrid layer. **Oper Dent**; Seattle, v.20, n.1, p.18–25, Jan-Feb. 1995.
63. SCHÜPBACH, P.; KREJCI, I.; FELIX, L. Dentin bonding : effect of tubule orientation on hybrid layer formation. **Eur J Oral Sci**, Copenhagen, v.105, p.344–352, Aug. 1997.
64. SHIMIZU, C. *et al.*; HISHIDA, E.; SHIBATANI, T. Carious change of dentin observed on long span ultrathin sections. **J Dent Res**, Washington, v.60, p.1826–1831, Nov. 1981.
65. STANLEY HR, *et al.* The detection and prevalence of reactive and physiologic sclerotic dentin, reparative dentin and dead tracts beneath various types of dental lesions according to tooth surface and age. **J Oral Pathol**, v.12, n.4, p.257–89, Aug. 1983.
66. SWIFT, E.J. JR; PERDIGAO, J., HEYMANN, H.O. Bonding to enamel and dentin: a brief history and state of the art. **Quintessence Int**, Berlin, v.26, n.2, p.95–110, Review. Feb. 1995.
67. TAGAMI, J.; TAO, L.; PASHLEY, D.H. Correlation among dentin depth, permeability, and bond strength of adhesive resins. **Dent Mater**, v. 6, n. 1, p. 45-50. Jan 1990.

68. TANUMIHARJA, M.; BURROW, M.F.; TYAS, M.J. Microtensile bond strengths of seven dentin adhesive systems. **Dent Mater**, Washington, v. 16, n. 3, p.180-7, May 2000.
69. TAO, L., PASHLEY, D.H. Shear bond strengths to dentin: effects of surface treatments, depth and position. **Dent Mater**, Washington, v.4, n.6, p.371-8, Dec. 1988.
70. TAY, F.R.; GWINNETT, J.A.; WEI, S.H. Micromorphological spectrum from overdrying to overwetting acid-conditioned dentin in water-free acetone-based, single-bottle primer/adhesives. **Dent Mater**, Washington, v.12, n.4, p.236-44, Jul. 1996a.
71. TAY, F.R., GWINNETT, A.J.; WEI, S.H. The overwet phenomenon: a transmission electron microscopic study of surface moisture in the acid-conditioned, resin-dentin interface. **Am J Dent**, San Antonio, v.9, n.4, p.161-6, Aug. 1996b.
72. TAY, F.R. *et al.* An ultrastructural study of the influence of acidity of self-etching primers and *smear layer* thickness on bonding to intact dentin. **J Adhes Dent**, v.2, n.2, p.83-98, Summer 2000a.
73. TAY, F.R. *et al.* Effect of smear layers on the bonding of a self-etching primer to dentin. **J Adhes Dent**, v.2, n.2, p.99-116, Summer 2000b.
74. VAN MEERBEEK, B. *et al.* Morphological aspects of the resin-dentin interdiffusion zone with different dentin adhesive systems. **J Dent Res**, Washington, v.71, n.8, p.1530-40, Aug. 1992.

75. VAN MEERBEEK, B. *et al.* Comparative SEM and TEM examination of the ultrastructure of the resin-dentin interdiffusion zone. **J Dent Res**, Washington, v.72, n.2, p.495–501, Feb. 1993.
76. VAN MEERBEK, B. *et al.* Morphological characterization of the interface between resin and sclerotic dentine. **J Dent**, Oxford, v.22, p.141–146, Jun. 1994a.
77. VAN MEERBEEK, B. *et al.* Clinical status of ten dentin adhesive systems. **J Dent Res**, Washington, v.73, n.11, p.1690–702, Nov. 1994b.
78. VAN MEERBEEK, B. *et al.* The clinical performance of adhesives. **J Dent**; Oxford, v.26, n.1, p.1–20. Jan. 1998.
79. VAN NOORT, R. Clinical relevance of laboratory studies on dental materials: strength determination--a personal view. **J Dent**, Oxford, v.22, Suppl 1:S4–8, Review. 1994.
80. VAN NOORT, R. *et al.* A critique of bond strength measurements. **J Dent**, Oxford, v.17, n.2, p.61–7, Apr. 1989.
81. VASILIADIS, L., DARLING, A.I., LEVERS, G.H. The stology of sclerotic human root dentine. **Archs Oral Biol**, Oxford v.28, n.8, p.693–700, 1983.
82. WATANABE, I.; NAKABAYASHI, N. Measurement methods for adhesion to dentine: the current status in Japan. **J Dent**, Oxford v.22, n.2, p.67–72, Review, Apr. 1994.
83. WATANABE, I.; NAKABAYASHI, N.; PASHLEY, D.H. Bonding to ground dentin by a phenyl-P self-etching primer. **J Dent Res**, Washington, v.73, n.6, p.1212–20, Jun. 1994.

84. WENDT, S.L. JR; JEBELES, C.A.; LEINFELDER, K.F. The effect of two smear layer cleansers on shear bond strength to dentin. **Dent Mater**, Washington, v.6, n.1, p.1–4, Jan. 1990.
85. YOSHIYAMA, M. *et al.* Interfacial morphology and strength of bonds made to superficial versus deep dentin. **Am J Dent**, San Antonio, v.8, n.6, p.297–302, Dec. 1995.
86. YOSHIYAMA, M. *et al.* Regional Strengths of bonding agents to cervical sclerotic root dentin. **J Dent Res**, Washington, v.75, n.6, p.1404–1413, Nov. 1996.
87. YOSHIKAWA, T. *et al.* Effects of dentin depth and cavity configuration on bond strength. **J Dent Res**, Washington, v.78, n.4, p.898–905, Apr. 1999.
88. YOSHIYAMA, M. *et al.* Comparison of conventional vs self-etching adhesive bonds to caries-affected dentin. **Oper Dent**; Seattle, v.25, n.3, p.163–9, May-Jun. 2000.

OBRAS CONSULTADAS:

KURARAY Co Ltd. **Clearfil SE Bond**, Perfil técnico do produto e instruções de uso.

3M Co Ltd. **Single Bond**, Perfil técnico do produto e instruções de uso.

CECCOTI, H.M., SOUSA, D.D. **Manual para normatização de dissertação e tese.**

Piracicaba, FOP-UNICAMP, 1999.

SOLANI, S.D.O., SILVA, L.F. **Referências Bibliográficas NB-6023 da ABNT de 2000,**

4^a edição, Piracicaba, FOP-UNICAMP, 1995.

SOLANI, S.D.O., SILVA, L.F. **Abreviatura dos periódicos da biblioteca da FOP-**

UNICAMP e locais de publicação conforme o *Word List of Scientific.*, Piracicaba, FOP-

UNICAMP, 1996.

HOFFMAN, S. Histopathology of caries lesions., *The biologic basis of dental caries*,

Harper and Row, Hagerstown In: L. Menaker, Editor, p. 226–246, 1980.

SHAFER, W.G.; HINE, M.K.; LEVY, B.M.. A textbook of oral pathology, W.B. Saunders,

Philadelphia, p. 290, 291, 399–404, 1974.

ANEXOS

ANEXO 1

TABELA 6

Nome comercial, composição e fabricante dos sistema Clearfil SE Bond:

NOME COMERCIAL	COMPOSIÇÃO	FABRICANTE
Clearfil SE Bond (Autocondicionante)	Primer : • MDP • Dimetacrilato hidrófilo • Canforoquinona • HEMA • Água • N,N Dietanol p-toluidina • pH 2.026 (TAY <i>et al.</i>, 1999) Bond: • MDP • Bis-GMA • HEMA • Dimetacrilato hidrófobo • Canforoquinona • N,N Dietanol p-toluidina • Sílica coloidal silanizada	Kuraray Co., Ltd. Osaka, Japão

HEMA : 2-Hidroxietil metacrilato; MDP: 10-metacriloiloxidecil dihidrogenado-fosfato;
Bis-GMA: bisfenil-glicidil metacrilato.

ANEXO2

TABELA 7

Nome comercial, composição e fabricante do sistemas Single Bond

NOME COMERCIAL	COMPOSIÇÃO	FABRICANTE
Single Bond (Frasco único)	Condicionador : • Ácido Gel Fosfórico 35% Adesivo Universal : • HEMA • Etanol • Água • Bis-GMA • Fotoiniciador • Dimethacrilatos • Aminas • Copolímero funcional para ácidos de metacrilatos e politacônicos	3M do Brasil Ltda- Produtos Dentários

HEMA : 2-Hidroxietil metacrilato; Bis-GMA: bisfenil-glicidil metacrilato

ANEXO 3

TABELA 8

Recomendações do fabricante :

CLEARFIL SE BOND	SINGLE BOND
↪ Secar gentilmente a superfície dentinária.	↪ Condicionar a superfície por 15 segundos com ácido fosfórico a 35%.
↪ Aplicar <i>Primer</i> .	↪ Lavar a superfície condicionada por 15 segundos.
↪ Aguardar 20 segundos.	↪ Secagem com papel absorvente (Klin Sport/Klabin- Fabricante de Papel e Celulose).
↪ Aplicar adesivo.	↪ Aplicar duas camadas consecutivas de adesivo sem tempo de espera entre cada aplicação.
↪ Secar suavemente.	↪ Aplicar leve jato de ar por 10 segundos para remover o excesso de solvente e água.
↪ Fotopolimerizar por 10 segundos.	↪ Fotopolimerizar por 10 segundos.

ANEXO 4

TABELA 9
VALORES DE RESISTÊNCIA À TRAÇÃO DO ADESIVO CLEARFIL SE BOND

Espécime	G1 - CL.+ DAC*	G2 - CL + DN*	G3 - CL.+ DAC	G4 - CL + DN
1	32,80	53,42	34,09	41,21
2	13,12	40,31	35,09	59,40
3	34,13	34,60	36,15	44,43
4	19,12	60,16	21,00	34,98
5	12,18	32,37	29,94	54,23
6	25,09	36,08	26,78	42,55
7	15,38	40,22	28,20	48,36
8	22,93	48,25	19,59	40,09
9	10,15	31,00	45,96	48,44

* *Recomendação dos fabricantes*

TABELA 10
VALORES DE RESISTÊNCIA À TRAÇÃO DO ADESIVO SINGLE BOND (MPa):

Espécime	G5 - SB + DAC*	G6 - SB + DN*	G7 - SB + DAC	G8 - SB + DN
1	23,06	20,54	38,71	42,09
2	42,09	49,20	48,33	49,64
3	30,10	41,83	34,01	53,57
4	18,07	47,57	40,40	49,75
5	29,99	53,15	28,63	49,25
6	18,88	51,79	26,53	41,83
7	13,82	62,99	20,98	22,18
8	22,62	38,43	15,88	29,72
9	13,61	66,45	33,04	32,10

* *Recomendação dos fabricantes*

ANEXO 5

TABELA 11
VALORES DE MICRODUREZA DA DENTINA AFETADA POR CÁRIE (KNOOP).

Espécime	G1 - CL.+ DAC*	G3 - CL.+ DAC	G5 - SB + DAC*	G7 - SB + DAC
1	11,37	11,08	8,89	24,94
2	4,20	20,33	5,45	22,09
3	10,62	18,35	10,44	38,75
4	13,49	5,56	15,43	8,02
5	15,73	13,76	13,59	15,41
6	8,36	8,33	6,86	9,70

* *Recomendação dos fabricantes.*

TABELA 12
VALORES DE MICRODUREZA DA DENTINA NORMAL (KNOOP).

Espécime	G2 - CL.+ DN*	G4 - CL.+ DN	G6 - SB + DN*	G8 - SB + DN
1	70,27	67,64	64,05	53,10
2	42,79	51,69	54,49	58,94
3	69,44	56,09	59,75	47,15
4	72,72	57,07	42,15	40,33
5	63,60	54,07	52,15	42,20
6	31,29	52,09	62,71	25,64

* *Recomendação dos fabricantes.*