



UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS
FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE PIRACICABA



MARIA CAROLINA GUILHERME ERHARDT

Cirurgiã-Dentista

INFLUÊNCIA DO GRAU DE MINERALIZAÇÃO DO SUBSTRATO
DENTINÁRIO NA RESISTÊNCIA A MICROTRAÇÃO DE TRÊS
SISTEMAS ADESIVOS

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

PIRACICABA
-2003-



UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS
FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE PIRACICABA



MARIA CAROLINA GUILHERME ERHARDT

Cirurgiã-Dentista

INFLUÊNCIA DO GRAU DE MINERALIZAÇÃO DO SUBSTRATO
DENTINÁRIO NA RESISTÊNCIA A MICROTRAÇÃO DE TRÊS
SISTEMAS ADESIVOS

Este exemplar foi devidamente corrigido.
de acordo com a Resolução CCPG-036/83
em 13/11/2003.
Assinatura do Orientador

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

Orientador: Prof. Dr. Luiz André Freire Pimenta

Banca Examinadora:

Prof. Dr. Luiz André Freire Pimenta

Prof. Dr. Luís Alexandre Maffei Sartini Paullillo

Prof. Dr. Paulo Eduardo Capel Cardoso

Suplente: Prof. Dr. Mário Alexandre Coelho Sinhoretti

PIRACICABA
-2003-

UNIDADE	PC
Nº CHAMADA	UNICAMP
Er39i	
V	EX
TOMBO BC/	56686
PROC.	16/11/09
C	☐
D	☒
PREÇO	11,00
DATA	19/01/2009
Nº CPD	

CM0019321B-5

BIBID. 308787

Ficha Catalográfica

Er39i Erhardt, Maria Carolina Guilherme.
Influência do grau de mineralização do substrato dentinário na resistência a microtração de três sistemas adesivos. / Maria Carolina Guilherme Erhardt. -- Piracicaba, SP : [s.n.], 2003.
xxii, 169p. : il.

Orientador : Prof. Dr. Luiz André Freire Pimenta.
Dissertação (Mestrado) – Universidade Estadual de Campinas, Faculdade de Odontologia de Piracicaba.

I. Dentística. 2. Dentina. 3. Adesivos dentários. I. Pimenta, Luiz André Freire. II. Universidade Estadual de Campinas. Faculdade de Odontologia de Piracicaba. III. Título.

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



FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE PIRACICABA
UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS



A Comissão Julgadora dos trabalhos de Defesa de Tese de MESTRADO, em sessão pública realizada em 31 de Janeiro de 2003, considerou a candidata MARIA CAROLINA GUILHERME ERHARDT aprovada.

1. Prof. Dr. LUIZ ANDRE FREIRE PIMENTA

A handwritten signature in dark ink, appearing to be "LAF Pimenta", written over a horizontal line.

2. Prof. Dr. PAULO EDUARDO CAPEL CARDOSO

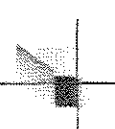
A large, stylized handwritten signature in dark ink, appearing to be "PE Cardoso", written over a horizontal line.

3. Prof. Dr. LUIS ALEXANDRE MAFFEI SARTINI PAULILLO

A handwritten signature in dark ink, appearing to be "LAP Paulillo", written over a horizontal line.

Se as coisas são inatingíveis...
... ora, não é motivo para não querê-las...
que tristes os caminhos se não fora a mágica presença das estrelas!
Mário Quintana

DEDICATÓRIA



Dedico este trabalho,

aos meus pais **Leunir e Maria Cristina**,
meus maiores exemplos de perseverança, coragem e
dignidade;

meus anjos da guarda, que guiam e iluminam
meus caminhos em todos os instantes;

por apoiarem e acreditarem veementemente
nos meus sonhos, vibrando comigo a cada degrau
superado;

por enxugarem minhas lágrimas e me ampararem
nos momentos mais difíceis, sempre que precisei...

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

Anônimo

aos meus queridos avós **Carlos e Léa**, pelo amor, confiança, orgulho e carinho;

pela constante torcida e, principalmente, pelas fervorosas preces pela minha pessoa nos momentos de maior angústia.

à minha irmã **Maria Cecília**, pela amizade e companheirismo, sempre presente nos grandes e pequenos momentos da minha vida.

“Há homens que lutam um dia e são bons. Há outros que lutam um ano e são melhores. Há os que lutam muitos anos e são muito bons. Mas há os que lutam toda a vida, e esses são imprescindíveis.”

Bertold Brecht

ao **Nilton**, por saber compreender as minhas dificuldades e as nossas diferenças, abrindo meus olhos para um mundo muito mais leve e bonito;

por apoiar e viver intensamente os meus desafios, inspirando-me a viver a cada dia com mais vontade de vencer;

pela apaixonante e peculiar maneira de me amar, que me transformou em uma pessoa muito mais serena e feliz.

... a longa ausência consolida ainda mais a certeza do meu amor por você...

“Quando o amor vos fizer sinal, segui-o, ainda que seus caminhos sejam duros e escarpados. E quando as suas asas vos envolverem, entregai-vos, ainda que a espada escondida na sua plumagem vos possa ferir.”

Khalil Gibran

Tempos difíceis têm um valor científico.
São ocasiões que um aprendiz não pode perder.
Ralph Waldo Emerson

AGRADECIMENTO ESPECIAL

Agradeço de coração,

ao meu orientador e querido mestre **Prof.**
Dr. Luiz André Freire Pimenta, por ter
sempre acreditado no meu potencial e na minha
pessoa, permitindo e incentivando o meu
crescimento acadêmico;
por ter se dedicado e confiado na realização
deste trabalho;
e por, acima de tudo, ser meu amigo, me
ouvindo e me entendendo nos momentos de
felicidade e de tristeza....

*"Não se pode ensinar alguma coisa a alguém,
pode-se apenas auxiliar a descobrir por si mesmo."*

Galileu Galilei

Se não houver frutos, valeu pela beleza da flores;
Se não houver flores, valeu pela sombra das folhas;
Se não houver folhas, valeu pela intenção da semente.
Henfil

AGRADECIMENTOS



À Faculdade de Odontologia de Piracicaba – UNICAMP, na pessoa de seu diretor, Prof. Dr. Thales Rocha de Mattos Filho, meu berço profissional e minha escola do coração; que me recebeu, e me permitiu crescer pessoal e profissionalmente. Meu eterno e imensurável agradecimento.

Ao Prof. Dr. Lourenço Correr Sobrinho, coordenador dos Cursos de Pós-Graduação da Faculdade de Odontologia de Piracicaba - UNICAMP.

À Profa. Dra. Brenda Paula Figueiredo de Almeida Gomes, coordenadora do Curso de Pós- Graduação em Clínica Odontológica da FOP - UNICAMP.

À Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de São Paulo - FAPESP – por acreditar no meu potencial e neste trabalho, através da concessão da bolsa de estudos.

Às minhas primeiras mestras e tutoras, Profa. Dra. Mônica Campos Serra e Profa. Dra. Cláudia Silami de Magalhães, professoras de Dentística da Faculdade de Odontologia de Ribeirão Preto (USP) e da Faculdade de Odontologia da Universidade Federal de Minas

Gerais (UFMG), respectivamente, por terem me iniciado e me incentivado a navegar pelo maravilhoso e intrigante mundo da ciência.

Ao meu também mestre e amigo Dr. Hamilton Taddei Bellini, pela confiança, apoio e incentivo constantemente ressaltados em suas palavras. Exemplo de competência e infindável amor ao exercício da Odontologia.

À professora da Área de Dentística, Profa. Dra. Giselle Maria Marchi Baron, pela amizade e ensinamentos recebidos.

Aos professores da Área de Dentística Prof. Dr. Marcelo Giannini, Prof. Dr. Luís Roberto Marcondes Martins, Prof. Dr. Luís Alexandre Maffei Sartini Paulillo e Prof. Dr. José Roberto Lovadino, meus mestres desde a Graduação, pelo convívio e apoio dispensados à minha pessoa.

Aos professores da FOP – UNICAMP Prof. Dr. Mário Alexandre Coelho Sinhoretti e Profa. Dra. Cíntia Pereira Machado Tabchoury, e da Faculdade de Odontologia de Araras Profa. Dra. Roberta Tarkany Basting, membros da Banca de Qualificação, por terem contribuído de maneira tão significativa na versão final deste trabalho.

Aos funcionários da Área de Dentística, Paula “Crazy” e Reinaldo Casagrande, pela constante ajuda, prestatividade e amizade.

Aos técnicos da Área de Bioquímica Oral da FOP-UNICAMP, Mariza de Jesus Carlos Soares e Valdomiro Vieira Filho, pelo franco auxílio no preparo das soluções utilizadas neste trabalho.

Ao professor da Área de Bioquímica Oral da FOP-UNICAMP, Prof. Dr. Jaime Aparecido Cury, por ter analisado, argüido e contribuído para a otimização deste trabalho, além de permitir a utilização das dependências do Laboratório de Bioquímica Oral.

À estagiária e mais nova mestranda da Área de Dentística Larissa e à aluna de Mestrado da Área de Cariologia Maristela (Teca), minhas amigas, por terem contribuído diretamente na realização deste trabalho, dedicando parte de seu precioso tempo a me ajudar, sempre com muito carinho e amizade. Sem vocês este trabalho não seria possível. Meus sinceros agradecimentos!

Às alunas de Pós-Graduação da Dentística, Ana Karina, Alessandra e Mirela, pessoas de caráter e competência inestimáveis, companheiras de dores e alegrias, minhas amigas... Vocês são muito especiais!!

À Vanessa, aluna de Pós-Graduação da Dentística, que juntamente com a Profa. Dra. Gláucia Maria Bovi Ambrosano, professora da Área de Bioestatística da FOP-UNICAMP, que prestativamente contribuíram na realização da análise estatística deste trabalho.

Aos colegas de Pós-Graduação da Dentística, Ana Cecília, André, Cristiane, César, Denise, Érica, Fábio, Grace, Guto, Patrícia, Rogério e Vanessinha, pelo convívio, suporte e sorrisos diariamente renovados.

Às amigas da querida e saudosa “República Colméia”: Alessandra, Juliana, Karina, Vaneska e Yuki, por terem feito parte da melhor época da minha vida, e, mesmo distantes, torcerem e aplaudirem as minhas vitórias.

Aos amigos Guilherme, Murilo, Fernando, Porko, João, Helena, Simon e Caio pelos momentos de descontração e felicidade nesta fase tão conturbada de nossas vidas. A vida em Piracicaba não teria sido a mesma sem a amizade de vocês.

O mesmo obstáculo que faz você cair,
serve de apoio para você se levantar.
Rimpoche

SUMÁRIO

LISTAS	3
Figuras	3
Tabelas	4
Quadros	5
Gráficos	5
Abreviaturas, siglas, sinais e símbolos	6
Lista de palavras e termos em outro idioma	8
RESUMO	9
ABSTRACT	11
1. INTRODUÇÃO	13
2. REVISÃO DE LITERATURA	19
2.1. Histórico dos sistemas adesivos	19
2.2. Características e interações do substrato dentinário com os adesivos	33
2.2.1. Dentina Normal	33
2.2.2. Dentina alterada: Esclerótica ou Desmineralizada	46
2.3. Ciclagem de pH	57
2.4. Ensaio mecânicos de adesão	66
3. PROPOSIÇÃO	83

4. MATERIAIS E MÉTODOS	85
4.1. Delineamento experimental	85
4.2. Coleta, armazenamento, seleção e preparo inicial dos dentes	87
4.3. Preparo da superfície dentinária	88
4.4. Preparo dos dentes para ciclagem de pH	89
4.5. Tratamento dentinário superficial: Ciclagem de pH	91
4.6. Procedimentos adesivos e restauradores	96
4.7. Preparo e obtenção dos espécimes para o teste de microtração	99
4.8. Ensaios de microtração: detalhes de execução	102
4.9. Análise estatística	104
 5. RESULTADOS	 105
5.1. Fator Adesivo	106
5.2. Fator Dentina	107
5.3. Avaliação do padrão de fratura da interface adesiva	110
 6. DISCUSSÃO	 111
 7. CONCLUSÃO	 129
 8. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	 131
 9. ANEXOS E APÊNDICES	 149

A persistência é o caminho do êxito.
Charles Chaplin

LISTAS

LISTA DE FIGURAS

Figura 1. Esquema do delineamento experimental	79
Figura 2. Incisivos bovinos selecionados	80
Figura 3. Remoção de debris com curetas periodontais	80
Figura 4. Polimento com pasta da pedra pomes	80
Figura 5. Desgaste do esmalte vestibular em politriz mecânica	81
Figura 6. Padrão de exposição da superfície dentinária	81
Figura 7. Seccionamento da porção radicular dos dentes	81
Figura 8. Aspecto dental pós-seccionamento	82
Figura 9. Avaliação da espessura dentinária remanescente	82
Figura 10. Delimitação dental com fita adesiva	83
Figura 11. Aplicação de duas camadas de esmalte	83
Figura 12. Isolamento com cera # 7 expondo a área submetida aos ciclos	83
Figura 13. Desenho esquemático do ciclo dinâmico de desmineralização	85
Figura 14. Desenho esquemático do ciclo dinâmico de hipermineralização	88
Figura 15. Condicionamento com ácido fosfórico	90

Figura 16. Aplicação do sistema adesivo sobre a superfície dentinária	90
Figura 17. Sistemas adesivos utilizados. OSP= OptiBond Solo <i>Plus</i> / CLB= Clearfil Liner Bond 2V / SB= Single Bond	91
Figura 18. Construção da coroa de resina composta com 5mm de altura	91
Figura 19. Resina composta microhíbrida Filtek Z250	91
Figura 20. Seccionamentos seriados no sentido méso-distal para a obtenção das fatias dentais	92
Figura 21. Vista lateral dos cortes	93
Figura 22. Mensuração da espessura das fatias obtidas	93
Figura 23. Desgastes laterais para constrição da área adesiva	94
Figura 24. Aspecto final dos espécimes com formato de ampulheta ou <i>hour glass</i> (C= compósito / D= dentina)	94
Figura 25. Mensuração dos desgastes realizados	94
Figura 26. Posicionamento e colagem dos espécimes no microdispositivo	95
Figura 27. Adaptação da matriz ao dispositivo de microtração acoplado em máquina de ensaio	96

LISTA DE TABELAS

Tabela 1. Blocos experimentais e número de repetições empregadas neste estudo	82
Tabela 2. Composição da solução desmineralizante	84
Tabela 3. Composição da solução remineralizante	85
Tabela 4. Composição da solução hipermineralizante	87

Tabela 5. Teste Tukey para médias de dentina dentro do fator adesivo, para o sistema OptiBond Solo <i>Plus</i>	99
Tabela 6. Teste Tukey para médias de dentina dentro do fator adesivo, para o sistema Single Bond	100
Tabela 7. Teste Tukey para médias de dentina dentro do fator adesivo, para o sistema Clearfil Liner Bond 2V	100
Tabela 8. Teste Tukey para médias de adesivo dentro do fator dentina, para o substrato normal	101
Tabela 9. Teste Tukey para médias de adesivo dentro do fator dentina, para o substrato desmineralizado	102
Tabela 10. Teste Tukey para médias de adesivo dentro do fator dentina, para o substrato hipermineralizado	102

LISTA DE QUADROS

Quadro 1. Análise de variância (ANOVA dois critérios) para os fatores em estudo	98
---	----

LISTA DE GRÁFICOS

Gráfico 1. Gráfico de barras para os valores médios de resistência adesiva e desvios padrão em função dos substratos dentinários e dos sistemas adesivos	103
Gráfico 2. Gráfico em pizza para as porcentagens de padrão de fratura	104

LISTA DE ABREVIATURAS, SIGLAS, SINAIS E SÍMBOLOS

mm – milímetro (unidade de comprimento)

°C – graus Celsius (unidade de temperatura)

h – hora (unidade de tempo)

mm² – milímetro quadrado (unidade de área)

mm/min – milímetros / minuto (unidade de velocidade)

% - porcentagem

MPa – Mega Pascal (força / área)

GPDM – dimetacrilato do ácido glicerofosfórico

NPG-GMA – N-fenilglicina glicidil metacrilato

HEMA – 2-hidroxietil metacrilato

Fenil-P - 2-(metacriloxi) etil fenil hidrogeno fosfato

Bis-GMA – bisfenol A - diglicidil éter dimetacrilato

EDTA – ácido etileno diamino tetra-acético

NTG-GMA – N-tolilglicina glicidil metacrilato

PMDM - ácido pirometílico dietilmetacrilato

4-META – 4-metacriloxietil anidrido de trimelitato

MMA-TBB – metil metacrilato – tri-n-butil borano

NPG – N-fenilglicina

TEGDMA – trietilenoglicol dimetacrilato

pH – potencial hidrogeniônico

nm – nanômetro (unidade de comprimento)

e.g. – por exemplo

mol/L – mol / litro (unidade de peso molecular)

mmol/L – milimol / litro (unidade de peso molecular)

M – molar

ml – mililitros (unidade de volume)

ppm – partes por milhão

ppm F – partes por milhão de flúor

ml/ mm²- mililitros / milímetro quadrado (unidade de volume)

kgf/ cm²- kilograma força / centímetro quadrado (unidade de pressão)

μm – micrometro (unidade de comprimento)

s. – segundo (unidade de tempo)

CaCl₂ – cloreto de cálcio

NaH₂PO₄ . H₂O – fosfato ácido de sódio monobásico

HC₂H₃O₂ – ácido acético

NaF – fluoreto de sódio

KOH – hidróxido de potássio

KCl – cloreto de potássio

TRIS – hidroximetil - eminometano

mW/cm² – miliwatts / centímetro quadrado (unidade de densidade de energia)

cm² – centímetro quadrado (unidade de área)

MDP – 10-metacriloxi-metacrilato

CQ – canforoquinona

UDMA – uretano dimetacrilato

Bis-EMA – bisfenol A – polietileno glicol dieter dimetacrilato

LISTA DE PALAVRAS E TERMOS EM OUTRO IDIOMA

Tag – Adesivo resinoso penetrado e polimerizado na luz do túbulo dentinário

Smear layer (lama dentinária) – Camada de 1 a 5 μm de espessura, parcialmente porosa, depositada sobre a dentina, que oblitera os túbulos dentinários, resultado da ação de instrumentos rotatórios, sendo constituída por bactérias, saliva, sangue e partículas de esmalte ou dentina

Inner layer – Camada interna do tecido cariado, com consistência rígida, passível de remineralização, que deve ser mantida na cavidade

Outer layer – Camada externa do tecido cariado, com consistência amolecida, não remineralizável, que deve ser removida

In vitro – Experimento desenvolvido em ambiente laboratorial

In vivo – Experimento desenvolvido em seres vivos (animais)

In situ – Experimento desenvolvido em seres humanos

Smear plugs – Obliteração da luz dos túbulos dentinários por uma camada de *smear layer*

Primer – Agente de união dentinário que contém um ou mais monômeros resinosos em solventes, como água, álcool e acetona, e que apresentam dois grupamentos funcionais, um hidrófilo (com afinidade pela dentina umedecida) e um hidrófobo (com afinidade pelos monômeros resinosos)

Total etch – Sistema adesivo baseado no condicionamento ácido da superfície dental

Plateau – Patamar, padrão, nível constante

Se não posso realizar grandes coisas,
posso pelo menos realizar pequenas coisas com grandeza.
Clarck

RESUMO

O objetivo deste estudo *in vitro* foi determinar a influência de superfícies dentinárias desmineralizadas, normais e hipermineralizadas na resistência adesiva (RA) dos sistemas adesivos Clearfil Liner Bond 2V / Kuraray Co. (CLB), Single Bond / 3M (SB) e OptiBond Solo Plus / Kerr (OSP). Noventa incisivos bovinos foram selecionados, tendo suas superfícies vestibulares desgastadas com lixas de carvão de silício em granulação decrescente. Os dentes foram aleatoriamente separados em três grupos, sendo submetidos a diferentes padrões de ciclagem de pH: G1 – dentina desmineralizada (DD); G2 – dentina hipermineralizada (DH) e G3 – dentina normal (DN). Cada grupo, com seus respectivos padrões de superfície, foi novamente dividido por aleatorização em três subgrupos, para que recebessem a aplicação de um dos três sistemas adesivos, de acordo com a recomendação dos fabricantes. Blocos de compósito Filtek Z250 / 3M com altura de 5 mm foram incrementalmente confeccionados, e após 24 h de armazenagem em água destilada a 37 °C, os dentes foram preparados para serem submetidos ao teste de microtração. Dispostos em cortadeira metalográfica de precisão, os dentes foram seriadamente seccionados em fatias de 1,0 mm de espessura paralelamente ao longo eixo dental. Em seguida, dispositivos *hour glass* foram manualmente confeccionados com o auxílio de pontas diamantadas de granulação fina em alta rotação, com área adesiva final de 0,8 mm². Os espécimes foram afixados individualmente em um dispositivo de microtração (MT Jig), acoplada em máquina de ensaio universal / EMIC, com velocidade de 0,5 mm/min. Após o teste, as duas porções fraturadas foram avaliadas em microscópio óptico (40x). Os valores de RA foram submetidos aos testes de análise de variância (ANOVA 2 fatores) e Tukey, com nível de significância de 5%. Os valores médios, expressos em MPa, foram: DN/SB= 31,05; DN/OSP= 24,49; DH/SB= 23,97; DH/CLB= 19,32; DN/CLB= 19,00; DH/OSP= 17,84; DD/CLB= 15,81; DD/SB= 13,62; DD/OSP= 5,22. Houve interação estatística entre os sistemas adesivos e os tipos de dentina avaliados. Em DN, os sistemas adesivos SB e OSP foram significativamente mais efetivos que o adesivo CLB. Em DD, os adesivos SB e CLB apresentaram os maiores valores de RA. Em DH, todos os sistemas adesivos se comportaram de maneira semelhante. Não foi possível observar um benefício claro advindo da utilização de um único sistema adesivo em todos os níveis de mineralização dentinária.

Palavras-chave: dentina, sistemas adesivos, microtração, resistência adesiva.

Não há exceção. Tudo tem um motivo,
e o detalhe mais ínfimo é um sinal.
Richard Bach

ABSTRACT

The purpose of this *in vitro* study was to investigate the effect of dentin mineralization level: demineralized, normal or hypermineralized, on microtensile bond strength of the adhesive systems Clearfil Liner Bond 2V / Kuraray Co. (CLB), Single Bond / 3M (SB) and OptiBond Solo Plus / Kerr (OSP). 90 freshly extracted incisive bovine teeth were selected, thoroughly cleaned and mechanically polished with wet silicon carbide papers. Teeth were randomly assigned into three groups, which were submitted to different pH-cycling models: Group I – demineralized dentin (DD); Group II - hypermineralized dentin (HD) and Group III – normal dentin (ND). Each group, with its specific mineralization pattern, was randomly re-assigned into three subgroups, in order to receive one of each adhesive application, according to manufacturers' instructions. Resin "crowns" with 5 mm high were incrementally constructed with Filtek Z250 / 3M composite resin, and after 24 h of storage in distilled water at 37 °C, teeth were prepared to micro-tensile testing. Samples were serially sectioned on a precision cutter in 1mm slices, parallel to the dental long axis; and with diamond points, the *hour glass* devices were trimmed resulting in a cross-sectional area of 0.8 mm². Each specimen was individually tested on a microtensile device (MT Jig) attached to a universal testing machine / EMIC with a crosshead speed of 0.5 mm/min. After testing, each specimen was visually evaluated. The bond strengths were statistically evaluated with two-way ANOVA and Tukey's test ($p < 0.05$). The mean values obtained, recorded in MPa, were: ND/SB= 31.05; ND/OSP= 24.49; HD/SB= 23.97; HD/CLB= 19.32; ND/CLB= 19.00; HD/OSP= 17.84; DD/CLB= 15.81; DD/SB= 13.62; DD/OSP= 5.22. The statistical analysis showed a significant ($p < 0.05$) interaction between the adhesive systems and the dentin substrates evaluated. SB and OSP presented the higher tensile bond strength values on ND. In terms of tensile bond strengths to DD, the highest mean values originated from SB and CLB. Regarding the HD, no differences were found among the adhesive systems evaluated. It could not be observed a real benefit from a unique adhesive system in all dentin mineralization levels.

Key words: dentin, adhesive systems, micro-tensile test, bond strength

Trabalho intelectual é uma expressão errada.
Não é “trabalho” – é prazer, dissipação, nossa maior recompensa.
Mark Twain

1. INTRODUÇÃO

A longevidade das restaurações depende de uma série de fatores que incluem a habilidade do profissional, as características de cada paciente e as propriedades físico-químicas do material restaurador (SERRA, 1995). Uma propriedade importante, que pode aumentar a longevidade das restaurações, por interferir no desenvolvimento de cáries secundárias e na minimização do ciclo restaurador repetitivo, é a adesividade à estrutura dental (ELDERTON, 1984; NAKABAYASHI, 1992; SANO *et al.*, 1995).

Desde 1955, com o advento da técnica do condicionamento ácido por BUONOCORE, foi possível o ganho de retenção das resinas ao esmalte dental. Este processo de adesão é micromecânico, em função da formação de *tags* de resina intrinsecamente à superfície do esmalte condicionado (GWINNETT, 1967).

As resinas compostas, desde sua introdução na década de 60, têm sido consideradas materiais de eleição para tais procedimentos restauradores diretos (FOGEL *et al.*, 1988). Isso se deve às suas características semelhantes às propriedades mecânicas dentais, que permitem ao profissional maior conservação de estrutura dental sadia

(ELDERTON, 1984; BARATIERI *et al.*, 1998). As resinas compostas, entretanto, apresentam limitações com relação à sua resistência ao desgaste e sua capacidade de manter uma união duradoura com a estrutura dental (LEINFELDER, 1997). A longevidade das restaurações em resina composta, aliada à utilização de sistemas adesivos, tem sido determinada pela sua capacidade de selamento e redução da infiltração marginal (ELDERTON, 1984; LEINFELDER, 1997; BARATIERI *et al.*, 1998).

Enquanto um selamento eficaz pode ser obtido em margens de esmalte, através da técnica do condicionamento ácido, a mesma qualidade de selamento não tem sido ainda conseguida em dentina (PASHLEY, 1989; TEN CATE, 1989; SÖDERHOLM, 1991; PASHLEY *et al.*, 1995). O desenvolvimento de materiais restauradores com capacidade de adesão à dentina resultou em um maior foco a esta estrutura, tornando o conhecimento detalhado da fisiologia deste tecido imprescindível para a interpretação de dados que buscam a obtenção de materiais restauradores com efetivos níveis de adesão (PASHLEY & CARVALHO, 1997; SCHILKE *et al.*, 2000).

Dentre os inúmeros fatores que determinam a capacidade de adesão à dentina, destaca-se a não uniformidade morfo-funcional deste substrato (MJÖR & PINDBORG, 1973). Contrariamente ao esmalte, que é formado por cerca de 95% de conteúdo inorgânico, a dentina é composta por cerca de 50% em volume de mineral, 30% de componentes orgânicos, representados quase que exclusivamente por fibras colágenas do tipo I, sendo os restantes 20% de água (MJÖR & PINDBORG, 1973). Adicionalmente a uma composição peculiar, a estrutura espacial de dentina é

caracterizada por uma distribuição tubular, de maneira radial a partir da câmara pulpar até a junção amelo-dentinária (FOGEL *et al.*, 1988; MARSHALL Jr, 1993).

Cada túbulo tem a forma de um cone, em que o menor diâmetro se localiza na periferia, e o maior junto à polpa. Os túbulos dentinários apresentam, circundando a sua luz, um anel de dentina altamente mineralizada, denominada dentina peritubular, cuja espessura também varia de acordo com a proximidade com a polpa, sendo maior na periferia e menor junto a este órgão (PASHLEY *et al.*, 1985; PERINKA *et al.*, 1992). Preenchendo os espaços por entre os túbulos, encontra-se a dentina intertubular, rica em colágeno, cujo volume varia de maneira inversamente proporcional à concentração de túbulos de acordo com a distância da polpa (PERINKA *et al.*, 1992). Considerando que, em condições normais, esses túbulos dentinários se encontram preenchidos por fluido tissular proveniente da polpa dentária, cuja composição é representada em cerca de 80% de água, além dos prolongamentos citoplasmáticos dos odontoblastos, é aceitável admitir que a permeabilidade, e conseqüentemente, a umidade regional da dentina, também varie em função da sua morfologia (WATANABE *et al.*, 1996; PASHLEY & CARVALHO, 1997).

O padrão de adesão dentinário atualmente obtido através da técnica do condicionamento ácido e utilização de adesivos, resulta em uma rede micromecânica entrelaçada que forma uma estrutura mista, constituída de uma matriz de colágeno circundada por material resinoso e por cristais residuais de hidroxiapatita, criando assim, uma camada híbrida (NAKABAYASHI, 1982), também denominada por VAN MEERBEEK *et*

al. como zona de interdifusão entre a resina e a dentina (1993b), ou ainda, uma camada de dentina modificada (PERDIGÃO *et al.*, 1997).

Partindo do princípio que a adesão à dentina com os sistemas adesivos atuais baseia-se em mecanismos micromecânicos de retenção, SIDHU *et al.*, em 1991, verificaram que a composição do substrato dentinário pode afetar a performance dos sistemas adesivos. Alguns adesivos podem ter melhor desempenho frente a substratos hipermineralizados (YOSHIYAMA *et al.*, 1996; NAKAJIMA *et al.*, 1999 a/b), enquanto outros têm maior afinidade por substratos mais orgânicos (PERDIGÃO *et al.*, 1994; SCHILKE *et al.*, 2000).

De acordo com PERDIGÃO *et al.*, em 1994, os baixos níveis de adesividade à dentina desmineralizada sugerem que a infiltração das resinas é um fator mais relevante na adesão do que a adesão química ao colágeno. Em adição, a adesividade à superfície dentinária hipermineralizada também é mais complicada que à superfície dentinária normal (DUKE & LINDERMUTH, 1990; NAKAJIMA *et al.*, 1995).

A dentina hipermineralizada está presente na cavidade bucal em várias situações. Como exemplo, a dentina peritubular é mais mineralizada que a dentina intertubular (TAKUMA, 1960). Variações na composição mineral da dentina são observadas ao longo da vida útil de todos os dentes, em função da deposição de tecido calcificado (DUKE & LINDERMUTH, 1990). Em áreas dessensibilizadas, a dentina apresenta-se também com alto conteúdo mineral, tendo a maioria dos túbulos ocluídos por cristais

romboédricos (YOSHIYAMA *et al.*, 1989). Subjacente às lesões de cárie há a deposição de cristais de beta cálcio trifosfato, que aumentam o teor mineral e reduzem a permeabilidade dentinária, isolando o resto da lesão da dentina sadia (DUKE & LINDERMUTH, 1991). É possível observar também dentina desmineralizada ou hipermineralizada em áreas radiculares com retrações gengivais, dentes preparados para overdentures e fendas entre o dente e as restaurações (TEN CATE *et al.*, 1998).

No entanto, ao invés de serem realizados em substratos clinicamente relevantes, tais como em dentina esclerótica ou em dentina afetada por cárie (PASHLEY *et al.*, 1995; YOSHIYAMA *et al.*, 1996; KIMOCHI *et al.*, 1999; KWONG *et al.*, 2002), praticamente todos os estudos que buscam avaliar a eficiência de sistemas adesivos são executados em dentina normal (PAUL *et al.*, 1999; TAY *et al.*, 1999; NAKAJIMA *et al.*, 2000).

Frente a estes aspectos, fica claro o conceito que o estudo da efetividade de diferentes adesivos em diversos substratos dentinários torna-se importante na busca da otimização dos tratamentos adesivos e no conhecimento de sua performance, predizendo assim, sua longevidade clínica.

A educação produziu uma vasta população capaz de ler,
mas incapaz de distinguir o que vale a pena ler.
George Trevelyan

2. REVISÃO DE LITERATURA

Neste capítulo são apresentados os trabalhos pertinentes a este estudo. A revisão da literatura foi didaticamente subdividida em: 1) Histórico dos sistemas adesivos; 2) Características e interações do substrato dentinário com os adesivos; 3) Ciclagem de pH; 4) Ensaios mecânicos de adesão.

2.1. Histórico dos sistemas adesivos

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

ação do adesivo resinoso a base de GPDM copolimerizado por ácido sulfínico, quando aplicado na superfície dentinária.

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

A partir dos promissores resultados obtidos em esmalte, no ano seguinte, BUONOCORE *et al.* (1956) descreveram a primeira tentativa de adesão à dentina com resinas acrílicas, após condicionamento ácido da superfície. Neste estudo, uma resina de ácido glicerofosfórico foi aplicada sobre a superfície dentinária previamente tratada com ácido clorídrico a 7% por um minuto. Os resultados demonstraram que este pré-tratamento praticamente dobrou os valores de resistência adesiva, em comparação com o grupo não tratado. Contudo, os valores de adesão eram acentuadamente reduzidos após a imersão em água, pois para as superfícies tratadas com ácido, a resistência de união

inicial foi de 5,19 MPa e, após cinco meses de estocagem, os valores decaíram para 2,74 MPa. Já para o grupo não condicionado, o valor de resistência adesiva inicial foi de 2,74 MPa, e após a estocagem, caiu para 1,87 MPa. Os resultados obtidos sugeriram que o mecanismo de adesão deste adesivo estava baseado em uma possível adesão química entre os constituintes da resina e a matriz orgânica dentinária.

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

A adesão micromecânica de materiais resinosos ao esmalte já se constituía em um procedimento clínico altamente embasado e seguro. Já a adesão ao substrato dentinário permanecia um desafio na busca de resultados confiáveis e duradouros. Aliado ao problema da baixa qualidade de adesão obtida, o condicionamento ácido era altamente questionado no que concernia ao potencial dano pulpar causado sobre a

dentina biologicamente vital (RETIEF *et al.*, 1974). A efetividade do condicionamento ácido na promoção da adesão ao esmalte levou ao desenvolvimento de pesquisas que voltassem a avaliar a aplicação deste pré-tratamento no substrato dentinário.

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

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

No ano seguinte, FUSAYAMA *et al.* (1979) avaliaram, através de um novo dispositivo para testes de tração, a adesão do sistema adesivo Clearfil Bond System F em superfícies de esmalte, dentina hígida e dentina cariada. Foi empregado o condicionamento ácido prévio tanto das superfícies de esmalte quanto de dentina com ácido fosfórico a 40%. Os espécimes foram estocados por uma semana, um mês ou três meses. Os resultados do experimento revelaram que, com o condicionamento ácido, os valores de adesão em esmalte foram aumentados de 2,58 MPa para 10,93 MPa, assim como em dentina, de 1,65 MPa para 6,10 MPa. Mesmo em dentina cariada, os valores obtidos foram semelhantes aos mostrados para a dentina não condicionada. Achados importantes deste estudo mostram que, após três meses de estocagem, os valores de adesão não apresentaram decréscimo, e em esmalte foi possível observar um leve aumento nos valores de adesão, contrariamente aos sistemas adesivos previamente estudados. Este fato sugeriu a possibilidade de uma adesão química deste material com o substrato. Além disso, o adesivo avaliado mostrou animadores valores de adesão à dentina cariada, o que permitiu a manutenção desta camada, também chamada *inner layer*, preservando uma maior quantidade de estrutura dental.

Com este estudo, o tabu do condicionamento ácido em dentina foi totalmente desmistificado. Apesar de muitos pesquisadores (VOJINOVIC *et al.*, 1973; STANLEY *et al.*, 1975) já terem mostrado anteriormente que o principal fator causador de irritação pulpar era a microinfiltração, causada pela falta de selamento marginal desses sistemas adesivos, o condicionamento das paredes dentinárias ainda era evitada por

muitos clínicos, pois estes temiam que o ácido viesse a causar possíveis danos pulpares, ou viessem a facilitar a penetração de bactérias ou irritantes químicos por entre os túbulos dentários abertos.

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

Tendo em vista as possíveis desvantagens dos agentes condicionantes à base de oxalatos, NAKABAYASHI *et al.* (1982) estudaram o efeito do condicionamento de superfícies de esmalte e dentina com soluções à base de ácido cítrico a 10% e cloreto férrico a 3% (solução 10:3) por 30 segundos. Os autores avaliaram a efetividade do monômero 4-META, tanto em dentes humanos quanto em dentes bovinos. Os monômeros hidrófilos e hidrófobos, como o 4-META, interpenetraram de modo micromecânico por entre a teia de fibras expostas de colágeno, formando uma estrutura

mista com fibras envolvidas por resina e cristais de hidroxiapatita, sendo que, após a polimerização, esta se constituía em uma zona ácido-resistente. Tal camada promoveu um aumento na resistência de união da resina chegando a valores de 18 MPa, em dentina bovina. Posteriormente, esta camada foi denominada camada híbrida, ou zona de interdifusão resina/dentina. A obtenção de tais resultados permitiu concluir que a obtenção de uma ótima adesão não se dava exclusivamente pela formação de *tags* no interior da dentina, mas sim pela retenção micromecânica dos agentes resinosos com as fibras colágenas na dentina intertubular.

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

A partir da determinação de que os valores de resistência adesiva eram dependentes da concentração de HEMA no *primer* (MUNKSGAARD & ASMUSSEN, 1985),

foi proposto o tratamento da dentina com uma solução aquosa de 2,5% de ácido maleico, 55% de HEMA e resíduos de ácido metacrílico, o qual recebeu o nome comercial Scotchbond 2 (3M). O agente condicionante era responsável pela solubilização e dissolução da *smear layer*, além de interagir com a dentina superficial, desmineralizando a superfície e mantendo íntegra a rede de colágeno. Sobre a dentina condicionada era aplicada uma resina fluida à base de Bis-GMA e HEMA que infiltrava sobre a dentina condicionada e era polimerizado. Este adesivo fornecia médias de resistência adesiva em torno de 10 MPa (ERICKSON, 1989), sendo o primeiro sistema a receber aceitação completa por parte da ADA (American Dental Association), em 1987. No entanto, os resultados *in vivo* deste sistema adesivo não foram animadores.

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

KANCA III (1992) e SWIFT JR. & TRILO JR. (1992), descreveram a importância da manutenção da umidade do substrato dentinário durante a aplicação de sistemas

adesivos. Quando a superfície dentinária apresentava-se umedecida após a remoção dos excessos de água com papel absorvente, valores superiores de resistência adesiva entre a dentina e a resina composta foram verificados, em conjunto com a utilização de adesivos dentinários contendo *primers* hidrófilos. Mediante a secagem excessiva pela ação de jatos de ar, os autores puderam observar redução na resistência adesiva. O ressecamento da superfície dentinária pode causar colapso das fibras colágenas, diminuindo os espaços entre as mesmas, reduzindo a infiltração do *primer* e assim, conseqüentemente, resultando em baixos valores de adesão.

A durabilidade de um sistema adesivo fotopolimerizável que não remove a *smear layer* foi avaliada longitudinalmente por WATANABE & NAKABAYASHI, em 1993. O sistema adesivo era baseado em uma solução de Fenil-P a 5%, canforoquinona a 0,5% e NPG à 0,5% em uma solução de TEGDMA, sendo que o Fenil-P constituía-se no monômero ácido promotor de difusão. Após a polimerização do sistema adesivo e da resina composta, os espécimes foram estocados por 1 dia, 6 meses ou 1 ano. Os valores médios de tração para 1 dia, 6 meses e 1 ano foram, respectivamente: 6,7 MPa, 4,1 MPa e 2,8 MPa. As avaliações microscópicas dos espécimes, após o teste de tração, mostraram que a estocagem em água enfraqueceu os valores de adesão entre a *smear layer* e o agente adesivo, provavelmente devido à insuficiente difusão dos monômeros ácidos através da *smear layer* não removida.

Este estudo foi o pioneiro no desenvolvimento dos novos sistemas adesivos autocondicionantes ou a base de *primers* ácidos, que atuam dissolvendo a *smear layer*,

descalcificando a dentina e ao mesmo tempo envolvendo as fibras colágenas expostas, formando uma camada híbrida menos espessa. Inicialmente, uma solução aquosa de baixo pH, à base do monômero resinoso Fenil-P, foi comercializado como o primeiro sistema adesivo autocondicionante do mercado.

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

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

A resistência de união de um adesivo dentinário hidrófilo foi calculada em função da profundidade dentinária para avaliar a importância das variáveis em um modelo simples. A hipótese testada por PASHLEY *et al.*, em 1995 (1995b) foi de que a resistência total de união era resultante do somatório das resistências obtidas pela camada híbrida, *tags* resinosos e a adesão de superfície. Foram consideradas as propriedades físicas da dentina mineralizada, do colágeno e dos monômeros resinosos, estimando a contribuição

de cada um desses componentes na adesão total, em dentinas superficial, média e profunda. Isso é explicado pela área ocupada pelos túbulos dentinários e dentina intertubular, que variam significativamente com a profundidade. Desse modo, a quantidade de *tags*, seus respectivos calibres e a área disponível para a formação da camada híbrida também variam de acordo com a profundidade da dentina. Considerando os fatores supracitados, foi calculado que em dentina superficial a camada híbrida contribuiria com 55,7% de adesão total, a adesão de superfície com 37,2% e os *tags* com apenas 7,1%. Em dentina profunda, os *tags* de resina contribuiriam de forma mais significativa com 40,3%, restando 35,8% para formação da camada híbrida e 23,9% para a adesão de superfície. Os cálculos foram baseados em condições ideais, considerando que os *tags* estariam perfeitamente aderidos às paredes internas dos túbulos dentinários.

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

A partir da introdução destes sistemas adesivos simplificados, SWIFT Jr & BAYNE (1997) compararam a resistência ao cisalhamento dos sistemas adesivos frasco único Prime & Bond (Dentsply), One-Step (Bisco) e Single Bond (3M) com o sistema multi frasco Scotchbond Multi Purpose (3M). Além disso, foi avaliado o comportamento dos

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

Atualmente, o mais recente avanço na tecnologia de adesivos dentinários inclui os novos adesivos autocondicionantes frasco único, ou seja, materiais que incluem as etapas de condicionamento ácido, *primer* e *bonding* combinadas em uma única aplicação. O maior representante desta categoria é o sistema Prompt L-Pop (ESPE), que contém metacrilatos fosfonatados, à base de ácidos maleico e itacônico dissolvidos em água, bem como um componente fluoretado com zinco.

O padrão de condicionamento ácido conseguido por este sistema em superfícies de esmalte e dentina foi recentemente avaliado sob microscopia eletrônica de

varredura por PERDIGÃO *et al.*, em 2000. Segundo os autores, o padrão de condicionamento obtido com este sistema é extremamente semelhante ao efeito conseguido após a aplicação de ácido fosfórico. No entanto, os valores de adesão obtidos com este adesivo são de maior magnitude quando da combinação com compômeros, ao invés de compósitos. Especula-se que em função das características extremamente hidrófilas do adesivo, este seja mais compatível com materiais restauradores com melhores propriedades hidrófilas, como os compômeros.

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

para o adesivo Prime & Bond NT. Comparando-se os sistemas restauradores, melhores valores de adesão também foram obtidos com quando da utilização de compômeros.

A busca por uma adesão efetiva e estável ainda não chegou ao fim. Quer seja através da utilização de sistemas autocondicionantes, que está baseada em um conceito muito promissor de tratamento da superfície dental, preservando a *smear layer*; seja através da remoção da *smear layer* e exposição das fibras colágenas, por sistemas que se fundamentam no condicionamento ácido e subsequente aplicação de uma resina fluida, as perspectivas para o surgimento de sistemas adesivos mais eficazes e que apresentam maior longevidade são bastante positivas.

2.2. Características e interações do substrato dentinário com os adesivos

2.1. Dentina Normal

A dentina primária é formada durante o desenvolvimento dental. Seu volume e conformação, que refletem na configuração dental, variam conforme o tamanho e a forma do dente. A dentina é um tecido duro, mas poroso, composto por 50% de matéria inorgânica, que inclui principalmente carbonatos e apatita; 30% de matéria orgânica, que inclui basicamente colágeno do tipo I; e aproximadamente 20% de fluidos, o qual é similar ao plasma (MJOR & PINDBORG, 1973).

Os principais componentes da matriz dentinária estão distribuídos por diferentes estruturas, formando um tecido vital complexo na qual a morfologia varia de acordo com a localização, além de sofrer alterações conforme a idade ou frente à patologias (TEN CATE, 1989). Como qualquer tecido vivo, contém em seus túbulos prolongamentos de células especializadas, denominadas odontoblastos, envoltos por uma substância intercelular. Embora os corpos dos odontoblastos estejam arranjados na superfície pulpar, toda a célula pode ser considerada tanto biológica como morfológicamente, como célula da dentina (MARSHALL Jr *et al.*, 1997).

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

Os túbulos da matriz mineralizada representam as estruturas pelas quais as células odontoblásticas, com seus prolongamentos, permanecem desde a superfície do tecido pulpar até a junção cemento-esmalte. Cada célula dá origem a um prolongamento que atravessa a pré-dentina e a dentina calcificada para terminar em uma ramificação em

rede na junção com o esmalte e o cimento. Os processos odontoblásticos são extensões citoplasmáticas dos odontoblastos. Estas células localizam-se na periferia da polpa, no limite polpa/pré-dentina e seus prolongamentos se estendem para dentro dos túbulos dentinários (TEN CATE et al, 1989; MARSHALL Jr, 1997).

Os túbulos estão dispostos em toda a extensão da dentina normal, convergindo em direção à polpa dental. O número de túbulos dentinários é menor na região da junção amelo-dentinária, aumentando conforme se aproxima da pré-dentina, onde as células odontoblásticas estão dispostas regularmente. Internamente, além dos processos odontoblásticos, os túbulos são preenchidos por fluidos (PASHLEY, 1989). Além disso, são de maior diâmetro junto à cavidade pulpar (3 a 4 μm) e menor em suas extremidades externas (1 μm). A proporção entre o número de túbulos por unidade de área nas superfícies pulpar e externa é cerca de 4:1. Próximo à superfície pulpar da dentina, seu número por milímetro quadrado varia entre 50.000 a 90.000 (MJOR & PINDBORG, 1973; TEN CATE, 1989; PASHLEY, 1989).

O lúmen tubular é preenchido pela dentina intratubular, também denominada peritubular, que circunda diretamente os túbulos dentinários, menos junto à polpa. É descrita como um anel hipermineralizado com espessura de, aproximadamente, 44 nm próximo à polpa e 750 nm junto ao limite amelo-dentinário. Esta dentina é 40% mais mineralizada que a dentina intertubular e sua formação é contínua, podendo ser acelerada por estímulos do meio, causando uma progressiva redução do lúmen dos túbulos até a

sua completa obliteração, processo este denominado de esclerose dentinária (TEN CATE, 1989; PASHLEY, 1989).

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

Muitos pesquisadores utilizam-se de dentes humanos extraídos para avaliar a resistência adesiva dentinária frente a diferentes materiais restauradores. No entanto, estes se tornam a cada dia de mais difícil acesso, graças aos avanços no tratamento dental baseado em uma filosofia mais conservadora. Um estudo histoquímico e de anatomia comparativa mostrou que todos os dentes provenientes de mamíferos são essencialmente iguais (SUGA *et al.*, 1971). Na busca de substitutos equiparáveis, os dentes bovinos têm sido os mais utilizados na avaliação dos mais diversos materiais e técnicas restauradoras.

Sendo assim, NAKAMICHI *et al.*, em 1983, avaliaram a resistência adesiva de cinco cimentos dentais e duas resinas compostas a dentes humanos e bovinos. Não foi constatada diferença estatisticamente significativa na adesão entre a dentina superficial bovina e humana, independentemente do material restaurador avaliado, apesar dos

valores da dentina bovina apresentarem-se um pouco menores. Além disso, os autores verificaram que a adesão à dentina bovina superficial é extremamente maior do que à dentina profunda (de 1,6 até 10,7 vezes maior), pois se encontra em um estágio de maturação muito mais avançado.

Mais recentemente, SCHILKE *et al.* (2000) compararam o número e o diâmetro dos túbulos dentinários em dentina humana e bovina, através de avaliações em microscopia eletrônica de varredura. Foram avaliadas coroas e raízes bovinas, bem como a porção coronária de terceiros molares humanos permanentes e decíduos. Não foi constatada diferença significativa quanto ao número de túbulos dentinários na dentina coronária bovina e a dentina coronária humana, tanto decídua quanto permanente. O diâmetro dos túbulos dentinários bovinos foi levemente maior do que os humanos. Os autores concluíram que pode haver correspondência dos substratos coronários humano e bovino.

A estrutura dentinária em três níveis de profundidade, próximo ao esmalte, região central e próximo à polpa foi examinada por OLSSON, em 1993. A superfície dentinária foi avaliada através de microscopia eletrônica de varredura. Foram utilizados discos de dentina obtidos das faces oclusais e vestibulares. De cada dente foram retiradas três fatias em diferentes profundidades. Os discos de dentina profunda apresentaram maior número de túbulos dentinários por área (51.100/mm²), bem como maior diâmetro. A variabilidade regional encontrada nos discos da face oclusal foi igualmente encontrada nos discos obtidos na face vestibular do mesmo dente, sendo que essa variação foi

acentuada com o aumento da profundidade. Os discos obtidos em dentina superficial das faces vestibulares apresentaram uma maior área em dentina sólida, ou seja, uma área dentinária com baixa densidade de túbulos e ocupada em sua maior porção pela dentina intertubular.

Vários são os estudos que comparam a efetividade dos mais diversos sistemas adesivos disponíveis no mercado na adesão à dentina sadia. No entanto, os resultados dos mais diferentes estudos, por mais que trabalhem com a mesma metodologia, diferem consideravelmente, em função das características do substrato dentinário e principalmente em função das diferenças na preparação dos espécimes.

A maioria dos estudos que envolvem a avaliação da interface adesiva, incluem a observação, através de microscopia eletrônica de varredura, da qualidade de penetração dos monômeros resinosos por entre a dentina desmineralizada, com a subsequente formação da camada híbrida. Idealmente, os monômeros devem penetrar por toda a extensão da dentina desmineralizada, fazendo com que todas as fibras colágenas expostas sejam recobertas por resina, protegendo-as assim de eventos de hidrólise, provendo um efetivo selamento da superfície dentinária.

SANO *et al.* (1995) definiram a difusão de pequenos íons ou moléculas por entre a zona de interdifusão resina/dentina, como nanoinfiltração. Uma análise comparativa da nanoinfiltração por entre a camada híbrida, através de microscopia eletrônica de varredura ou de transmissão, utilizando uma técnica de penetração por nitrato de prata, foi

realizado para os sistemas adesivos Clearfil Liner Bond e All-Bond 2. Ambos sistemas adesivos demonstraram penetração de íons prata por entre a camada híbrida. A importância da determinação, localização e morfologia das porosidades nanométricas da camada híbrida podem permitir maior compreensão da hidrólise das fibras colágenas e degradação dos monômeros resinosos, pela infiltração de fluidos na interface adesiva.

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

Partindo da premissa de que a durabilidade da interface adesiva em restaurações de compósito é de suma importância na longevidade do tratamento odontológico, SANO *et al.* (1999) avaliaram, através de um estudo *in vivo*, a integridade

adesiva promovida por um sistema autocondicionante. Cavidades com formato arredondado foram preparadas em 12 dentes de um macaco (*Macaca fuscata*), sob anestesia geral. As cavidades foram restauradas com o sistema adesivo Clearfil Liner Bond 2 e com a resina composta Clearfil Photo Posterior. Os dentes foram extraídos em diferentes intervalos de tempo (imediatamente, 180 dias e 360 dias após os procedimentos restauradores), sendo preparados e submetidos ao teste de microtração um dia após o sacrifício. Microscopicamente, ao longo do tempo, pode-se observar um aumento das porosidades no topo da camada híbrida. A força de união manteve-se relativamente constante, não diferindo estatisticamente para os três intervalos de tempo avaliados (média de 19 MPa).

Já PHRUKKANON *et al.*, em 1999, avaliaram a influência da localização dentinária e da orientação dos túbulos na resistência a microtração dos sistemas adesivos Single Bond e MF-102 (autocondicionante experimental). Foram utilizados 22 pré-molares humanos, que foram seccionados verticalmente em duas metades. Uma metade foi utilizada para adesão paralela aos túbulos dentinários, e a outra perpendicular. Para cada secção, seis localizações dentais foram selecionadas para adesão. Cada material foi utilizado de acordo com as normas do fabricante, e espécimes com formato de ampulheta, com interface adesiva cilíndrica de 1,2 mm de diâmetro, foram preparadas para o teste de microtração. Para o sistema adesivo autocondicionante, não houve diferença nos valores de adesão, independentemente da localização dental. Para ambos sistemas adesivos, a orientação dos túbulos dentinários não influenciou nos valores de

adesão. Os resultados indicaram que o adesivo Single Bond pode ter dificuldade de penetrar por entre a dentina desmineralizada, dependendo da localização dental, fato que pode vir a comprometer a qualidade adesiva em restaurações extensas que venham a envolver áreas cervicais.

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

NAKAJIMA *et al.*, em 2000, compararam a adesão dos sistemas adesivos One-Step, Single Bond e Clearfil PhotoBond sobre substratos dentinários secos ou úmidos. Terceiros molares humanos tiveram suas superfícies dentinárias expostas e restauradas de acordo com as normas dos fabricantes, sobre uma superfície dentinária úmida ou sobre a

superfície seca por 5 seg. com jatos de ar comprimido. Os dentes foram avaliados quanto a resistência a microtração, bem como sob microscopia eletrônica de varredura. Os valores de adesão foram significativamente menores, para todos os sistemas adesivos, quando da união à dentina seca. Além disso, não foi possível verificar a presença de uma camada híbrida definida. Os maiores valores de adesão foram obtidos pelo sistema adesivo Single Bond, quando da aplicação em dentina úmida (49,9 MPa), não diferindo estatisticamente do adesivo One-Step. Os resultados suportam a hipótese de que a adesão formada somente através de *tags* resinosos (dentina seca) é catastroficamente menor do que a adesão promovida por um substrato dental devidamente hibridizado (dentina úmida).

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

promoveu a camada híbrida mais espessa (1,4 μm), e os sistemas Liner Bond 2V e SE Bond produziram camadas híbridas mais finas (0,5 μm). A aplicação do adesivo SE Bond em diferentes rugosidades de *smear layer* produziu hibridização de diferentes espessuras, permanecendo em um padrão consistente para todos os grupos (0,5 μm). Através das observações microscópicas, pode-se concluir que os sistemas adesivos autocondicionantes produzem camadas híbridas finas, que incorporam a *smear layer*, independentemente da sua espessura.

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

Na tentativa de se verificar uma possível correlação entre força de adesão e nanoinfiltração, PEREIRA *et al.* (2001) compararam a efetividade de um sistema adesivo *total-etch* (Single Bond) e um sistema adesivo autocondicionante (Clearfil Liner Bond 2V). Terceiros molares humanos, após os procedimentos restauradores, foram preparados para

os testes de microtração ou para a avaliação da nanoinfiltração. No que concerne a microtração, não foi possível detectar diferenças significantes entre os dois sistemas adesivos. Adicionalmente, não foi possível observar uma correlação entre nanoinfiltração e microtração. A penetração de íons prata foi significantemente maior nas camadas híbridas criadas pelo adesivo Single Bond, provavelmente em função do fato que este sistema adesivo promove camadas híbridas mais espessas (3 μm) que o adesivo autocondicionante Clearfil Liner Bond 2V (0,5 μm). Quanto maior a profundidade de penetração, maior o potencial para a nanoinfiltração dos íons prata por entre a dentina desmineralizada e não encapsulada.

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

Na tentativa de caracterizar a interface adesiva através de análises fractográficas, HASHIMOTO *et al.* (2001) avaliaram os sistemas adesivos Mac Bond II, One-Step e Single Bond. Pré-molares humanos receberam a aplicação dos sistemas adesivos de acordo com as normas dos fabricantes, sendo restaurados com a resina composta Z100. Para o teste de microtração, espécimes com formato de palito foram preparados, com área adesiva de teste de 0,9 mm². Não houve diferença estatisticamente significativa entre os adesivos *total-etch* Single Bond e One-Step (62,1 e 53,8 MPa, respectivamente). No entanto, o adesivo autocondicionante Mac Bond apresentou valores estatisticamente inferiores aos demais adesivos (36,5 MPa). Os resultados mostraram que a integridade da camada híbrida depende do sistema adesivo utilizado, sendo que nos adesivos que utilizam condicionamento ácido, uma zona de dentina desmineralizada com fibras colágenas não encapsuladas pela resina é visível. Em contrapartida, tal zona não foi observada para o sistema adesivo autocondicionante Mac Bond II.

A hipótese de que a durabilidade da interface adesiva está diretamente relacionada a nanoinfiltração, quando da utilização de sistemas adesivos autocondicionantes, foi avaliada por OKUDA *et al.* (2002). Foram avaliados os sistemas adesivos Clearfil Liner Bond 2V e Fluoro Bond, aplicados de acordo com as recomendações do fabricante. Os dentes foram preparados para o teste de microtração, com área adesiva de 1 mm², sendo estocados para posterior avaliação por 1 dia; 3, 6 e 9 meses. Metade dos espécimes foram avaliados quanto à microtração, sendo a outra metade avaliada quanto à nanoinfiltração. Para ambos sistemas adesivos, a força de união

gradualmente decresceu em função do tempo, apesar de não haver diferenças significantes para o adesivo Fluoro Bond entre os quatro intervalos de tempo avaliados. Já a nanoinfiltração aumentou gradativamente conforme o tempo, mostrando uma alta correlação com os valores de microtração, para o adesivo Clearfil Liner Bond 2V, quando da avaliação de 9 meses. A degradação hidrolítica da camada híbrida aumentou gradativamente por entre os canais nanométricos, resultando em menores valores de união em um espaço de tempo relativamente curto (9 meses)

2.2. Dentina alterada: Esclerótica ou Desmineralizada

Lesões não-cariosas dentinárias logo abaixo da junção cimento-esmalte são relativamente comuns. A etiologia destas lesões é multifatorial, envolvendo principalmente episódios de erosão, abrasão e abfração, sendo que a incidência aumenta com a idade do paciente (LEVITH *et al.*, 1994).

Além da perda da estrutura dental, estas lesões comumente apresentam uma dentina esclerótica ou translúcida, em função de depósitos minerais que normalmente ocluem o lúmen tubular. Estes depósitos levam a um aumento da dureza e induzem alterações nas características ópticas dentinárias, conferindo à esta estrutura um aparência transparente (MARSHALL Jr *et al.*, 2000).

Não há consenso na literatura no que diz respeito à qualidade e composição da dentina esclerótica. WEBER (1974) encontrou translucência prévia à oclusão de

praticamente todos os túbulos avaliados. BRÄNNSTRÖM & GARBEROGLIO (1980) encontraram muitos túbulos com material semelhante à dentina peritubular, sendo que vários outros túbulos apresentavam diferentes graus de redução do lúmen. VASILADIS *et al.* (1983) também verificaram que a esclerose ocorria pela oclusão dos túbulos dentinários por minerais com índice de refração similar ao da dentina, sendo que o fenômeno da translucência ocorria anteriormente à oclusão completa dos túbulos.

YOSHIYAMA *et al.* (1989) verificaram que, em dentina esclerótica, 75% dos túbulos estavam ocluídos, conferindo a esta estrutura perda de sensibilidade. A alteração no processo de esclerose de lesões cervicais foi associada, por YAGI & SUGA (1990), à deposição de cristais cubóides e romboédricos por entre os túbulos, sendo que a morfologia dos cristais variava de túbulo para túbulo.

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

túbulos de dentina esclerótica submetidos à atrição são ocluídos através de um crescimento contínuo de dentina peritubular, tanto o meio oral quanto os componentes salivares contribuem para este processo.

Os túbulos intactos de dentina coronária variam consideravelmente de diâmetro, sendo que próximo à polpa, onde ainda não há formação da dentina peritubular altamente mineralizada, a luz do túbulo pode chegar a ter aproximadamente 2 microns. Conforme há a progressão em direção da superfície de esmalte, a luz dos túbulos vão diminuindo para aproximadamente 1 micron na parte mediana e, na junção cimento-esmalte, pode-se encontrar túbulos completamente ocluídos (GARBEROGLIO & BRÄNNSTRÖM, 1976).

Ainda de acordo com BRÄNNSTRÖM (1962, 1968), quando a dentina é exposta, as toxinas provenientes da placa dental se depositam sobre a superfície, chegando rapidamente à região pulpar e causando um distúrbio na atividade odontoblástica. Estes odontoblastos entram por entre os túbulos, seguindo o fluxo em função do gradiente de pressão, resultado de uma alta pressão hidrostática proveniente da polpa. Em um período de no máximo dois dias, estas células desaparecem e novas células são ativadas na tentativa de produzir dentina atubular, com conformação totalmente irregular. Esta atividade pode ser observada durante as primeiras semanas de exposição, e possivelmente durante este período, materiais produzidos por estas células da parede pulpar são distribuídos por entre os túbulos dentinários, contribuindo para sua oclusão.

A maioria destes trabalhos sugere que os túbulos dentinários se tomam ocluídos em função de uma deposição contínua de dentina peritubular, associada também à ação de componentes salivares do meio oral. Sendo assim, estas lesões respondem aos tratamentos de condicionamento e adesão diferentemente de uma dentina normal, acarretando em respostas variadas e não previsíveis, podendo comprometer os resultados do tratamento adesivo (GWINNETT & JENDRESSEN, 1978; HEYMANN & BAYNE, 1993).

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

VAN MEERBEEK *et al.* (1994) sugeriram que a desmineralização promovida pelo condicionamento ácido é mais difícil, tanto nas regiões peritubulares, quanto nas regiões intertubulares da dentina esclerótica, sendo que a camada híbrida formada é normalmente mais fina, com *tags* resinosos raros ou ausentes, quando comparada à dentina normal.

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

Testando a hipótese de que a adesão à dentina afetada por cárie é inferior à adesão à dentina normal, NAKAJIMA *et al.* (1995) avaliaram a influência da diferença do grau de mineralização do substrato dentinário na resistência à microtração de três sistemas adesivos: um autocondicionante (Clearfil Liner Bond 2), um frasco único (All-Bond 2) e um múltiplo frasco (Scotchbond Multi Purpose). Molares humanos extraídos, apresentando cárie oclusal que se estendia pelo menos até a metade da distância da junção amelo-dentinária à câmara pulpar, e que possuía dentina normal suficiente em volta, em um

mesmo plano oclusal, foram utilizados. Para os adesivos Clearfil e All-Bond 2, os valores de adesão à dentina normal (26,9 e 29,5 MPa, respectivamente) foram significativamente maiores que à dentina afetada (13,0 e 14,0 MPa, respectivamente). Somente o sistema Scotchbond apresentou valores similares para os dois substratos avaliados. Os autores concluíram que as variações morfológicas dentinárias podem determinar uma redução da qualidade adesiva, sendo que esse efeito pode ser dependente dos adesivos utilizados. Além disso, a espessura e qualidade da camada híbrida nem sempre é determinante nos valores de adesão.

YOSHIYAMA *et al.*, em 1995, avaliaram a força de adesão, através de ensaios de microtração, bem como as características microscópicas, através de microscopia eletrônica de varredura, da interface adesiva de três sistemas adesivos (All-Bond 2, Scotchbond Multi Purpose e Clearfil Liner Bond 2V) frente a defeitos cervicais com dentina esclerótica, ou em dentes sem lesão com defeitos artificialmente preparados em dentina normal de dentes humanos. Para cada lesão cervical, as paredes oclusal e cervical foram avaliadas individualmente. Os resultados mostraram que não houve diferença estatisticamente significativa na força de adesão entre as paredes oclusal e gengival, para cada tipo de dentina – normal ou esclerótica – avaliada. No entanto, quando comparada à dentina normal, a força de adesão da dentina esclerosada foi significativamente menor, para os três sistemas adesivos avaliados. No que diz respeito à avaliação microscópica, tanto para o adesivo autocondicionante quanto para os adesivos *total-etch*, em dentina

esclerosada, provavelmente em função de depósitos minerais obliterantes com resistência ácida considerável, não foi possível observar uma espessura de camada híbrida relevante.

No ano seguinte, YOSHIYAMA *et al.* (1996) avaliaram valores de resistência à microtração da dentina radicular e coronária, bem como a interface adesiva, em microscopia eletrônica de varredura. O cimento e o esmalte dental foram removidos, expondo a superfície de dentina coronária e radicular de pré-molares humanos. Os dentes foram restaurados com os sistemas adesivos All-Bond 2 (*total-etch*) e Imperva Bond (autocondicionante), sendo cobertos com a resina composta Protect Liner. O adesivo All-Bond 2 apresentou altos valores de adesão (23,5 MPa) à dentina coronária e apical, mas estes valores foram estatisticamente menores à dentina radicular cervical (12,3 MPa). Já o adesivo autocondicionante Imperva Bond comportou-se de uma maneira semelhante em todas as regiões dentinárias. A microscopia eletrônica de varredura mostrou que a espessura da zona de interdifusão formada pelo adesivo All-Bond 2, em dentina coronária, foi maior que em dentina radicular. A infiltração do adesivo autocondicionante Imperva Bond foi menor que 0,5µm, para todas as regiões avaliadas. Os resultados sugerem que altos valores de resistência adesiva podem ser obtidos em dentina radicular, mesmo com uma reduzida infiltração dos monômeros resinosos.

A eficácia de três sistemas adesivos autocondicionantes em dentina afetada por cárie foi avaliada por NAKAJIMA *et al.*, em 1999 (1999b). Lesões cariosas de molares humanos foram planificadas em combinação com a utilização de um detector de cáries, para a obtenção de superfícies com dentina hígida e afetada por cárie. Foram utilizados os

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

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

Em função da dúvida quanto à efetividade das diferentes concentrações de agentes condicionantes frente à dentina afetada por cárie, NAKAJIMA *et al.* (2000)

avaliaram o comportamento de três concentrações de ácido fosfórico (10, 32 e 35%) e dois sistemas adesivos (One Step e Single Bond), em testes de microtração. Os autores verificaram que, para o adesivo One Step, a utilização de ácido fosfórico a 10% decaiu significativamente os valores de adesão à dentina afetada por cárie, quando comparada à dentina normal. Com a utilização do ácido a 32%, não detectou-se mais esta diferença. Já para o adesivo Single Bond, independentemente da concentração do ácido fosfórico (10 ou 35%), os valores de adesão à dentina normal (51,7 e 49,5 MPa) foram significativamente maiores que os valores à dentina afetada por cárie (41,2 e 40,2 MPa). A partir dos resultados obtidos, concluiu-se que a utilização de uma concentração de ácido fosfórico adequada é de suma importância para a obtenção de valores de adesão mais altos, principalmente em dentina afetada por cárie.

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

similares tanto para a dentina esclerótica quanto para a dentina coronária e radicular normal. O *plateau* de recessão intertubular da dentina esclerótica e da dentina normal foi, respectivamente, de 558 nm e 744 nm.

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

KWONG *et al.*, em 2002, avaliaram a força de adesão do sistema adesivo Clearfil Liner Bond 2V, através de ensaios de microtração, além de estudar os efeitos da aplicação de um agente condicionante previamente ao adesivo autocondicionante, em

dentina esclerosada. Lesões cervicais não-cariosas, provenientes de pré-molares humanos recém-extraídos, bem como lesões artificialmente criadas com pontas diamantadas foram divididas em dois grupos: pré-condicionamento com ácido fosfórico a 40% associado à aplicação do sistema adesivo, ou aplicação do adesivo de acordo com as normas do fabricante. Os dentes foram restaurados e preparados para teste de microtração, bem como avaliados em microscopia eletrônica de varredura e de transmissão. Independentemente do método de condicionamento, a adesão à dentina normal foi significativamente maior que à dentina esclerosada. Em dentina esclerótica, a aplicação do agente condicionante mostrou melhorias na adesão somente na parede gengival das lesões. A análise microscópica comprovou a inefetividade destes sistemas adesivos em condicionar a camada superficial hipermineralizada da dentina esclerótica. Já com a aplicação do ácido fosfórico, uma fina camada híbrida pode ser observada, mas pequenos depósitos minerais remanescentes puderam ser observados em ambos os grupos.

A hipótese de que a dentina infectada, bem como a afetada por cárie produz menores valores de resistência de união, em comparação com a dentina normal, foi testada por YOSHIYAMA *et al.* em 2002. Foram avaliados dois sistemas adesivos, um autocondicionante (ABF) e um frasco único. As médias de resistência adesiva foram correlacionadas com avaliações ultraestruturais, através de microscopia eletrônica de varredura. Os valores promovidos por ambos sistemas adesivos, em dentina normal, foram significativamente maiores que os obtidos em dentina afetada por cárie, que, por sua vez,

foram significativamente maiores que os valores encontrados em dentina afetada por cárie. Para os dois sistemas adesivos, a camada híbrida formada em dentina infectada por cárie foi mais espessa, contudo mais porosa, quando comparada à camada híbrida formada em dentina normal. Os baixos valores de adesão obtidos em dentina infectada por cárie sugerem uma possível relação com a baixa resistência à tração deste tipo de substrato dentinário.

2.3. Ciclagem de pH

De acordo com CURY (1992), a cárie dental é uma conseqüência do desequilíbrio entre os processos de desmineralização e remineralização que ocorrem constantemente no ambiente oral. Um fluxo mineral nos tecidos duros dentais surge durante estes processos de desmineralização e remineralização, refletindo em ganho e perda de minerais (e.g., hidroxiapatita e substâncias similares à hidroxiapatita, como a apatita carbonatada).

O estudo do mecanismo destas trocas minerais entre meio e substrato dental, bem como o perfil de determinados produtos sobre perda e ganho de minerais pode ser realizado através de experimentos *in vitro*, (SERRA & CURY, 1992; TEN CATE *et al.*, 1995; PIMENTA *et al.*, 1998), *in situ* (TEN CATE, 1994) e *in vivo* (WHITE, 1992).

Os modelos *in situ* são úteis na avaliação de novas teorias, agentes e procedimentos na prevenção de cáries, bem como no teste de pequenas alterações nos

produtos existentes (TEN CATE, 1994). Por sua vez, os modelos *in vitro*, segundo WHITE (1992), são capazes de simular os efeitos cinéticos e termodinâmicos gerais durante a formação e reversão da lesão, com taxas absolutas mais rápidas que aquelas *in vivo*. Além disso, os modelos *in vitro* permitem que as condições em estudo possam ser bem controladas, possibilitando modificações diretas na sensibilidade do modelo.

Vários métodos de indução de lesões de cárie artificial, como: imersão em solução tampão de acetato ou lactato, imersão em meio de cultura de bactérias acidogênicas, contato com gel acidificado e ciclagem de pH, são vastamente relatados na literatura, na tentativa de simular condições do substrato dental ideais para a avaliação dos mais diversos materiais e técnicas.

Um dos mais consagrados métodos de avaliação do comportamento dos substratos dentais sobre eventos de desmineralização e remineralização é denominado ciclagem de pH, que é delineado de maneira a simular uma situação mais próxima das condições clínicas, através de um processo físico-químico dinâmico, com trocas minerais entre tecidos duros dentais e fluidos bucais (FEATHERSTONE *et al.*, 1986).

Na ciclagem de pH, o substrato dental – esmalte e/ou dentina – é imerso alternadamente em soluções desmineralizantes e remineralizantes. Vários protocolos têm sido utilizados de acordo com o delineamento experimental, com variações na composição e pH das soluções, volume de solução por área dental exposta, tempo de imersão nas soluções e duração da ciclagem.

TEN CATE & DUJSTERS, em 1982, propuseram um modelo pioneiro de ciclagens de pH para superfícies de esmalte. Foram utilizados dentes bovinos com lesão de cárie subsuperficial, que foram imersos em soluções desmineralizadora (pH 4,7), e remineralizadora (pH 7) com concentrações de cálcio e fosfato próximas às encontradas na saliva, sendo que foi adicionado flúor nas soluções usadas em alguns grupos. O tempo de imersão variava para grupos distintos, em 3 e 8 horas diárias. Os ciclos foram realizados em 10 dias consecutivos, e ganhos e perdas minerais foram analisados pelas alterações nas concentrações de cálcio, fosfato e flúor nas soluções utilizadas.

Este modelo inicialmente proposto foi modificado por FEATHERSTONE *et al.*, em 1986, adaptando-o para um padrão com maior correlação clínica, e assim, possibilitando aos produtos fluoretados uma razoável predição da sua eficácia. Este modelo de ciclagem de pH foi estabelecido com a utilização de resultados encontrados em experimentos *in vivo*, simulando o que acontece no ambiente bucal em situações de alto desafio cariogênico. Neste estudo, espécimes de esmalte dental humano permaneciam 6 horas por dia em solução desmineralizadora (pH 4,3) e aproximadamente 17 horas na solução remineralizadora (pH 7). A solução desmineralizadora constituía-se de tampão acetato contendo 2,0 mmol/L de cálcio, 2,0 mmol/L de fosfato e 0,075 mol/L de ácido acético, sendo que cada espécime ficava imerso em 40 ml desta solução. Já a solução remineralizadora tinha composição semelhante à utilizada por TEN CATE & DUJSTERS (1982), com volume de 40 ml de solução para cada fragmento. O sistema de

ciclagem foi repetido por 14 dias consecutivos, sendo que nos finais de semana os espécimes permaneceram na solução remineralizadora.

Uma nova composição para a solução desmineralizadora foi proposta por FORSS & SEPPÄ em 1990. Esta solução constituía-se em 0,1 M de ácido láctico tamponado por hidróxido de sódio, com pH 5. Os fragmentos permaneciam na solução desmineralizante por 30 minutos diários, com ciclos repetidos por 9 dias. O volume de solução utilizado por espécime foi de 3 ml para a solução desmineralizante e 1,2 ml por espécime para a solução remineralizante.

Buscando avaliar a importância da matriz colágena no processo de remineralização dental de superfícies radiculares bovinas, KLONT & TEN CATE (1991) induziram lesões erosivas com solução de ácido acético 0,1 M, pH 4 e lesões subsuperficiais com solução de ácido láctico 0,1 M e hidroximetano difosfonado 0,2 mM, pH 5. Em seguida, os fragmentos foram submetidos à remineralização em solução contendo 20 mmol/L de cacodilato (tampão), 0,13 M de cloreto de potássio, e cálcio e fosfato em uma proporção molar de 1,67; sendo que cada fragmento ficava imerso em 40 ml/cm² de solução por 8 dias. Para ambos os tipos de lesão, a remoção do colágeno não afetou a taxa de deposição mineral na superfície radicular, ou seja, a remineralização não ocorreu por enucleação do mineral pela matriz orgânica, mas sim pelo crescimento de cristais residuais na superfície desmineralizada.

HERKSTRÖTER *et al.*, em 1991, compararam o padrão de desmineralização do esmalte e da dentina humana, em um dispositivo de ciclagem que permitia um constante monitoramento da composição das soluções utilizadas. A solução desmineralizadora era constituída por 3 mM de cálcio, 3 mM de fosfato, e 50 mM de ácido acético em 20 litros de água, com pH 4,5. A solução remineralizadora consistia de 1,5 mM de cálcio, 0,9 mM de fosfato e 20 mM de tampão HEPES a um pH 7. À solução desmineralizante foram adicionadas concentrações de 0,02, 0,2 ou 2 ppm de flúor na forma de fluoreto de sódio. Os autores observaram correlação logarítmica entre a adição de flúor e o decréscimo do processo de desmineralização, sendo que este efeito foi mais pronunciado em esmalte. No entanto, em dentina, 2 ppm de flúor não foi suficiente para frear completamente o processo de desmineralização.

Em 1993, UJIMA *et al.* buscaram quantificar a resistência ao desafio ácido de superfícies dentinárias artificialmente cariadas, através de mensuração dos níveis minerais e de flúor. Em um modelo estático de desmineralização, blocos dentinários de 35 mm² foram expostos, por 3 semanas, a um gel de ácido acético a 0,1 M espessado por carboximetilcelulose, com pH 5, à 37 °C. Para cada 12 fragmentos, 100 mL de gel era dispensado, sendo que o gel era trocado semanalmente. Em seguida, para a obtenção de superfícies hipermineralizadas, cada 12 fragmentos eram imersos em um litro de solução hipermineralizante, composta por 1,5 mM de cálcio, 0,9 mM de fosfato e 10 ppm de flúor na forma de fluoreto de sódio, com pH 7, à 37° C. Após a indução de hipermineralização, os fragmentos foram novamente submetidos à desmineralização por 1, 2 ou 3 dias. Os

resultados mostraram que as superfícies hipermineralizadas acumularam aproximadamente 30.000 ppm de flúor, o que consiste em um valor substancialmente maior que a dentina normal, que contém aproximadamente 900 ppm F. Os desafios ácidos não causaram alteração mineral na dentina hipermineralizada, ocorrendo somente uma redistribuição mineral. Os autores concluíram que a dentina hipermineralizada rica em flúor é mais ácido-resistente que a dentina normal ou desmineralizada.

Revisando os mecanismos da cárie dental e o papel dos compostos fluoretados na inibição ou na reversão do processo desta doença, FEATHERSTONE (1994) reforçou a importância da presença de flúor na placa dental durante os desafios cariogênicos, como sendo um dos mecanismos de inibição da cárie radicular. Segundo o autor, maiores concentrações de flúor são necessárias para a inibição da cárie radicular, quando comparadas à cárie em esmalte. No entanto baixas concentrações de flúor podem provavelmente inibir a progressão da lesão. A presença de flúor potencializa o crescimento dos cristais parcialmente desmineralizados durante o processo de remineralização, aumentando o produto de solubilidade, juntamente com sais de cálcio e fosfato.

TEN CATE *et al.* (1995) utilizaram-se de uma solução desmineralizadora com pH 4,8 e constituída por 1,5 mmol/L de cloreto de cálcio, 0,9 mmol/L de fosfato e 50 mmol/L de ácido acético. A solução remineralizadora (pH 7,0) era composta por 1,5 mmol/L de cloreto de cálcio, 0,9 mmol/L de fosfato e 20 mmol/L de tampão HEPES. Os espécimes foram imersos na solução desmineralizadora por 30 minutos, seis vezes ao dia,

sendo que estas imersões eram distribuídas num período de 16 horas durante o dia. À noite, os espécimes ficavam imersos em solução remineralizadora. Os ciclos foram realizados em 2 períodos de 5 dias, intermediados por 2 dias nos quais os espécimes permaneciam em solução remineralizadora.

A influência da secagem com ar na remineralização da dentina bovina previamente desmineralizada foi avaliada por INABA *et al.*, em 1995. Blocos de dentina bovina com 56 mm² de área foram desmineralizadas em gel ácido à base de 0,1 M de ácido láctico, pH 5, à 37° C por 3 semanas. O gel era trocado semanalmente, sendo que cada 6 blocos dentais estavam cobertos por 100 ml de gel. Após secagem em temperatura ambiente ou imersão em água destilada por 24 horas, os blocos foram imersos na solução remineralizante, constituída de 20 mM de tampão HEPES, 1,5 mM de cálcio, 0,9 mM de fosfato e 10 ppm de flúor na forma de fluoreto de sódio. Cada 6 blocos permaneciam imersos em 500 ml de solução, sendo que os dentes foram avaliados após 2, 4 ou 8 dias de imersão em solução remineralizante. Através de microradiografias, os autores puderam perceber que a remineralização é potencializada nos espécimes que foram secados, provavelmente devido a um “efeito esponja”, na qual o fluido remineralizante é sugado por entre os túbulos previamente secos, resultando em uma nucleação mais rápida e profunda dos minerais presentes na solução.

Os efeitos benéficos de compostos fluoretados em esmalte já estão bem estabelecidos. No entanto, no que concerne a superfícies dentinárias, quer seja radicular ou coronária, permanecem dúvidas quanto à quantidade de flúor necessária para se obter

estes benefícios. Sendo assim, o objetivo do estudo de HEILMAN *et al.* (1997) foi investigar a localização, extensão e quantidade de remineralização em superfícies radiculares previamente desmineralizadas. Secções dentais foram imersas em solução desmineralizante composta por 2,2 mM de cálcio, 2,2 mM de fosfato e 50 mM de ácido acético, pH 4,5, com diferentes concentrações de fluoreto de sódio (0; 0,25; 0,5; 1; 5 e 10 ppm). Os dentes foram estocados nesta solução por 7 dias, sendo que no quarto dia a solução foi trocada. Ao término do processo de desmineralização, os dentes foram então imersos em uma solução remineralizante constituída por 1,5 mM de cálcio, 0,9 mM de fosfato, 0,15 M de cloreto de potássio e 10 ppm de flúor (pH 7). Foram feitas avaliações de microscopia de luz polarizada e microradiografia após 1, 3 e 7 dias de imersão na solução remineralizante. Após os exames, os autores puderam constatar que a remineralização ocorreu sobre a camada mineral remanescente, e não sobre a matriz orgânica desmineralizada. Comprovando os resultados encontrados por outros autores, a profundidade das lesões foi inversamente proporcional à concentração de flúor.

Na busca de se obter informações necessárias para a implementação de um programa preventivo, TEN CATE *et al.* (1998) procuraram determinar os efeitos do flúor e do pH na desmineralização da dentina. Blocos dentinários bovinos foram submetidos à desmineralização em uma solução contendo 2,2 mM de cálcio, 2,2 mM de potássio, 50 mM de ácido acético e 1 mM de nitrato, com diferentes pHs (4; 4,5; 5; 5,5 e 6) e diferentes concentrações de fluoreto de sódio (0; 0,5; 1; 1,5; 2; 5 e 10 ppm). Os blocos foram avaliados quanto à concentração de cálcio e flúor nos dias 0, 1, 3, 5, 7, 14 e 21 de

imersão em solução desmineralizante. Os resultados mostraram que a desmineralização dentinária depende tanto do pH quanto da concentração de flúor na solução desmineralizante. Foram observados espécimes hipermineralizados, imersos em soluções contendo 5 ou 10 ppm F. Os autores propuseram um mecanismo de desmineralização onde o ácido penetra rapidamente por entre os túbulos dentinários, liberando íons cálcio e fosfato. Na presença de flúor, estes íons são rapidamente “capturados” e reprecipitados, formando uma camada superficial praticamente hipermineralizada, rica em fluorapatita.

Buscando avaliar a influência de diferentes agentes cimentantes no desenvolvimento de cárie em esmalte e dentina adjacentes a restaurações metálicas cimentadas, SHINKAI *et al.* (2001) modificaram o modelo proposto por FEATHERSTONE *et al.* (1986), diminuindo o número de ciclos para 8, e aumentando para 7 horas o tempo de imersão dos espécimes em solução desmineralizadora. A solução desmineralizadora empregada foi previamente descrita por WEFEL *et al.* (1995), constituindo-se de 2,2 mmol/L de cálcio, 2,2 mmol/L de fosfato, 0,05 M de ácido acético e 1 ppm de flúor, pH 4,5. Já a solução remineralizante era composta por 1,5 mM de cálcio, 0,9 mM de fosfato, 0,15 M de cloreto de potássio e 0,1 M de tampão TRIS, pH 7. As proporções solução/área exposta foram 6,25 ml/mm² para a solução desmineralizadora e 3,125 ml/mm² para a solução remineralizadora. Os autores observaram perdas minerais, tanto em esmalte quanto em dentina, para todos os grupos que sofreram ciclagem de pH, independentemente do agente cimentante utilizado (fosfato de zinco ou híbrido de ionômero de vidro).

Sendo assim, a possibilidade de se controlar diversas variáveis dentro da metodologia de ciclagem de pH justifica a quantidade de modelos de ciclagem já existentes, propiciando ao pesquisador adaptar modelos para responder às questões propostas para cada delineamento experimental.

2.4. Ensaio mecânicos de adesão

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

Por serem os materiais restauradores muito solicitados mecanicamente e expostos a tensões complexas, grande parte das pesquisas está direcionada para o estudo de parâmetros que avaliam esta resistência. No entanto, os resultados destes testes variam consideravelmente, fato atribuído a diferentes propriedades dos materiais restauradores e do substrato a ser estudado, bem como a diferenças na preparação dos espécimes e na dinâmica dos ensaios mecânicos.

MUENCH (1976) estudou a retenção da resina composta sobre o esmalte dental em função da orientação das forças de ensaio, utilizando-se da resina composta

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

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

Preocupados com carência de valores de adesão consistentes, VAN NOORT *et al.*, em 1989, relataram uma crítica aos testes de cisalhamento e tração, que podem levar a ambíguas interpretações de dados. Justificaram a oportunidade do estudo ao constatarem a falta de coerência entre os resultados de resistência de união à dentina obtida por tração ou por cisalhamento: as diferenças são normalmente atribuídas aos

diferentes desempenhos dos sistemas adesivos. Porém, segundo os autores, os detalhes de aplicação dos ensaios mecânicos não tem sido suficientemente considerados. Os resultados mostraram que os testes de cisalhamento e tração são altamente dependentes da geometria, bem como das características mecânicas dos materiais envolvidos. Durante a aplicação do carregamento para o ensaio de cisalhamento, verificou-se uma distribuição não uniforme do estresse, dependente da geometria, forma e tamanho do aderente, bem como da relação entre os módulos de elasticidade dos materiais unidos. O carregamento médio calculada é, de fato, controlada pela obtenção de uma carga crítica localizada na região mais sensível da união aderida, sendo que não é possível estabelecer uma relação entre duas medidas de resistência obtidas por métodos diferentes. Os autores concluíram que há necessidade de se padronizar estes procedimentos, para que possa comparar a diferentes resultados obtidos universalmente.

Ainda no que concerne à padronização dos ensaios adesivos, VAN NOORT *et al.*, em 1991, estudaram novamente o efeito da distribuição da tensão na interface dentina-compósito durante testes de tração. O sistema adesivo Scotchbond 2 (3M), em conjunto com a resina composta P-50, foi aplicado de duas maneiras: A) a dentina recebeu o *primer*, o foi adesivo aplicado por toda a superfície, removendo os excessos grosseiros, resultando em uma camada de aproximadamente 50 μm de espessura. Um molde foi preenchido com resina, deixando ao seu redor o excedente de adesivo; B) o molde foi colocado na dentina depois de receber o *primer*. O adesivo foi aplicado, posteriormente, apenas no interior do molde. Os autores observaram que os detalhes

geométricos da interface adesiva, em duas diferentes formas de aplicação do adesivo, podem produzir diferenças significativas nos valores de resistência adesiva. A distribuição de tensões pela análise de elementos finitos detectou, para o grupo A, concentração de tensões na interface adesivo/resina, não refletindo a real resistência adesivo/dentina. Para o grupo B, pela análise, a concentração de tensões ocorreu na interface adesivo/dentina, sendo nesse caso, segundo os autores, uma medida mais representativa da real resistência de união.

Frente às grandes variações encontradas nos resultados obtidos por diferentes pesquisadores, ØILO, em 1993, fez uma revisão sobre vários e importantes fatores relacionados à resistência adesiva. Destacou, entre eles, o tipo de teste, a qualidade do substrato e as condições de armazenagem como os fatores que mais acentuadamente influem nos resultados encontrados. No que diz respeito aos testes observou que os testes de tração e cisalhamento eram os mais utilizados, costumando fornecer o mesmo escalonamento de valores. Dentro do teste de tração, considerou como principal problema o alinhamento das partes durante a colagem e também durante o teste. Já o teste de ruptura por cisalhamento pode, com facilidade, transformar-se em teste de dobramento ou clivagem, fornecendo valores alterados, não confiáveis. O autor alerta que pequenas modificações nestes tipos de teste podem acarretar em resultados muito discrepantes de resistência de união do mesmo produto. Já para o fator substrato, o tipo e idade do dente, bem como o tamanho, o número e a localização dos túbulos dentinários são parâmetros que também conduzem a dificuldades de padronização dos

testes. Dentro deste fator, o autor incluiu também os tratamentos superficiais, como tipo de lixa e aplicação de ácidos. Finalmente, para as condições de armazenagem, tais como tipos de solução, tempo de estocagem dos dentes e ciclagens também podem contribuir para a não uniformidade dos resultados. O autor acrescentou que além de todas as variáveis envolvidas que afetam a resistência de união, devem ser consideradas a qualidade e a manipulação dos materiais a serem avaliados.

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

WATANABE & NAKABAYASHI, em 1994, em uma revisão sobre os métodos mais utilizados para mensuração da resistência de adesão à dentina, teceram considerações sobre os testes de tração e cisalhamento. Segundo aos autores, no teste de tração, o ponto mais fraco da junção se rompe primeiramente, tornando-se um teste

útil no estudo do mecanismo de adesão. Já no teste de cisalhamento, a ruptura nem sempre ocorre no ponto mais fraco, pois começa no ponto onde a lâmina produz um esforço de cisalhamento perpendicular. Além dos tipos de teste utilizados, foram abordados outros fatores que podem afetar a resistência de união, tais como: substrato dentinário, condições de armazenagem e ciclagem térmica. A partir das considerações expostas, os autores comentaram também que é muito difícil explicar e discutir a adesão à dentina usando somente os valores de resistência, fazendo-se necessária uma análise por microscopia eletrônica.

O modo na qual a interface é tensionada nestes testes é muito descontínuo, concentrado em uma determinada localização do corpo-de-prova, podendo levar a trincas dentinárias, ou seja, falhas coesivas. Sendo assim, esses métodos de avaliação podem não ocasionar padrões de fratura reais, em função da natureza não uniforme de distribuição da tensão na interface adesiva. Consequentemente, a magnitude adesiva dessa interface não é corretamente mensurada (VAN NOORT *et al.*, 1989, 1991; WATANABE & NAKABAYASHI, 1994).

Na tentativa de sanar os problemas advindos dos diversos testes de resistência adesiva, e buscando testar a hipótese de que valores de força de adesão em testes de tração são inversamente proporcionais à área adesiva em questão, SANO *et al.*, em 1994 (1994a), introduziram um teste de tração que, pelas dimensões do corpo-de-prova, foi denominado “microtração”. Terceiros molares humanos tiveram suas superfícies de esmalte removidas, e os sistemas adesivos Clearfil Liner Bond 2, Scotchbond Multi Purpose e

Vitremer receberam uma cobertura de resina composta ou ionômero de vidro com aproximadamente 5 mm de altura. Fatias de cortes paralelos ao longo eixo dental, com espessuras variando de 0,5 a 3,0 mm foram desgastadas lateralmente, formando uma curva com a parte mais estreita coincidindo com a interface adesiva, com áreas que variavam de aproximadamente 0,25 mm² a 11 mm². Os espécimes, tendo a parte superior composta por resina, e a parte inferior composta por dentina, foram coladas com cola à base de cianocrilato em um dispositivo (Bencor-Multi-T) atrelado à uma máquina de ensaio universal. Os resultados apresentaram uma relação inversa entre a área adesiva e a resistência à tração para os três adesivos testados. Para o adesivo Clearfil Liner Bond 2, fraturas coesivas em dentina ocorreram em todas as amostras com área maior que 7,17 mm² e em áreas menores que 2,31 mm² ocorreram somente falhas adesivas.

Os autores supracitados consideraram que a microtração é um método adequado para se testar espécimes de tamanho diminuto e que apresenta vantagens em relação aos testes convencionais, por permitir a observação de uma alta porcentagem de falhas adesivas, principalmente em áreas menores que 2 mm². Maiores valores de resistência à tração são encontrados em espécimes com áreas adesivas menores, provavelmente, de acordo com a teoria proposta por GRIFFITH (1920), em função da presença de uma menor quantidade de defeitos em áreas diminutas. Sendo assim, espécimes com área adesiva menor apresentariam menos defeitos e uma propagação de tensões mais uniforme, que resultariam em maiores valores de resistência à tração.

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

No ano seguinte, CARVALHO *et al.* (1995), tiveram como propósito verificar a formação ou não da camada híbrida entre um cimento de ionômero de vidro fotopolimerizável (Variglass) e a dentina condicionada por ácido, através de testes de microtração e microscopia eletrônica de varredura. A dentina preparada foi condicionada com ácido maleico a 10% e tratada com o *primer* ProBond. No outro grupo experimental, a dentina foi apenas tratada com o *primer*, e em ambos os grupos, receberam uma camada do cimento resinoso. As amostras foram fatiadas paralelamente ao longo eixo dental, e desgastadas na região mediana formando uma curvatura que proporcionou uma interface adesiva com 0,9 mm² de área. Os espécimes foram afixados a um dispositivo de testes Bencor-Multi-T, e submetidos ao ensaio de tração em uma máquina Instron a uma velocidade de 1 mm/min. Os resultados de resistência à tração foram significativamente maiores no grupo tratado com ácido, sendo que a avaliação microscópica mostrou uma camada desmineralizada e impregnada por resina de aproximadamente 3 µm no grupo tratado com ácido, e de 0,5 a 1,5 µm no outro grupo. Os autores encontraram como resultados uma relação inversa entre a resistência à tração e a área de superfície adesiva, confirmando os achados do trabalho anterior de SANO e colaboradores.

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

Uma análise visando determinar o número de corpos-de-prova necessários para estabelecer uma metodologia padronizada para testes de microtração foi realizada por CHAPPELL *et al.*, em 1997. Seis molares inclusos foram tratados com o sistema adesivo Scotchbond Multi Purpose, e, em seguida, uma coroa de aproximadamente 4mm foi construída pela técnica incremental, utilizando-se a resina composta Z100 (3M). Cada dente foi seccionado em cinco fatias com a espessura de 1 mm. Desgastes laterais resultaram em espécimes com uma área adesiva de $1,7 \text{ mm}^2$. Para o teste de microtração também foi utilizado o dispositivo Bencor-Multi-T, com velocidade de carregamento de 0,5 mm/min. As resistências médias obtidas foram: para a dentina mais externa $30,4 \pm 7,2 \text{ MPa}$,

intermediária $32,3 \pm 6,4$ MPa, e mais interna $25,5 \pm 6,0$ MPa. Em 30 amostras, 6 espécimes registraram falhas coesivas da dentina. A análise de variância não apresentou diferenças para dentes ou localização dentinária. O estudo de poder de análise mostrou que, para testes futuros, são necessárias 27 fatias ou 6 dentes por grupo para satisfazer a obrigatoriedade de $\alpha = 0,01$, poder de 0,80 e uma diferença estatisticamente significativa de 20% entre as médias.

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

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

PHRUKKANON *et al.* (1998a) buscaram determinar a influência da área adesiva sobre a resistência à microtração e ao microcisalhamento para os sistemas adesivos Scotchbond Multi Purpose, OptiBond FL, OptiBond Solo e One-Step. Blocos de resina composta (Silux Plus) de 5mm de altura foram aderidos à superfície dentinária de molares

humanos. Os blocos dentais foram cortados verticalmente, obtendo-se barras com secção transversal quadrada, que, desgastadas, atingiram conformação cilíndrica, para os ensaios de cisalhamento, e de ampulheta para os de tração, com diâmetros de 1,2; 1,4 e 2 mm para ambos os testes. Os valores de resistência adesiva foram significativamente maiores para os espécimes com diâmetro de 1,2 mm, mas não diferindo estatisticamente dos espécimes de 1,4 mm. Com relação ao tipo de teste, o cisalhamento apresentou valores significativamente mais altos apenas entre 1,2 e 2,0 mm, e somente para o adesivo OptiBond Solo. A maioria das amostras de 1,2 e 1,4 mm apresentou falhas adesivas entre substrato dentinário e adesivo.

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

estatisticamente dos com secção circular, não tendo efeitos sobre os valores de resistência à microtração. Com relação à área, os valores obtidos com os espécimes de 1,1 e 1,5 mm² não diferiram significativamente, sendo estatisticamente maiores que os com área de 3,1 mm².

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

Considerando a escassa literatura comparativa de diferentes métodos de avaliação da resistência adesiva, o objetivo do estudo de CARDOSO *et al.* (1998) foi avaliar o comportamento de três sistemas adesivos – Scotchbond Multi Purpose, Single Bond e Etch & Prime – em superfícies dentinárias submetidas aos testes de microtração, cisalhamento e tração. Terceiros molares humanos foram incluídos em resina de poliestireno, tendo as superfícies dentinárias exposta em três faces dentais. Cada face foi

preparada para ser submetida a um dos diferentes testes propostos. Para os testes de tração e cisalhamento, cones de 3 mm de diâmetro e 3 mm de altura foram confeccionados com a resina composta Z100. Para o teste de microtração, uma coroa de 5mm de altura foi confeccionada sobre a superfície dental, e após secções longitudinais nos sentidos vestibulo-lingual e mésio-distal, foram obtidos espécimes em forma de palitos com área adesiva de 0,25 mm². Para os sistemas adesivos testados, quando do teste de microtração, não foram detectadas diferenças estatisticamente significantes. Já nos testes de cisalhamento e microtração, o adesivo Single Bond apresentou os melhores resultados. Comparando todos os testes, o teste de microtração forneceu as maiores médias e o menor coeficiente de variação. Frente aos resultados obtidos, pode-se concluir que diferenças entre materiais restauradores podem não ser detectadas, dependendo do teste mecânico aplicado.

Durante o desenvolvimento da metodologia empregada para testes de microtração, muitas variações na resistência adesiva são observadas entre vários corpos-de-prova provenientes do mesmo dente. No entanto, a razão para tal discrepância ainda não é conhecida. Sendo assim, o objetivo do trabalho de SHONO *et al.* (1999) foi avaliar a resistência à microtração ao longo de toda a superfície dentinária oclusal, através da confecção de espécimes com o formato de palitos. Coroas de resina composta foram confeccionadas sobre a superfície tratada com os sistemas adesivos One-Step ou Mac Bond. Secções seriadas vestibulo-linguais e mésio-distais foram realizadas em cortadeira metalográfica, resultando em múltiplos corpos-de-prova com o formato de “palitos”, com

área adesiva de 1 mm². Apesar do perigo de tensionar a interface adesiva em função do duplo seccionamento para a obtenção dos espécimes, os valores obtidos neste estudo foram similares aos encontrados por outros autores que se utilizaram de espécimes com o formato de ampulheta. Os autores ressaltaram que diferenças regionais ao longo da superfície dentinária puderam ser detectadas, mas estas diferenças podem surgir também em função da técnica adesiva.

PASHLEY *et al.* (1999) publicaram uma revisão de literatura procurando enfocar as mais diversas modificações propostas para testes de microtração, opinando sobre as vantagens e desvantagens de cada etapa técnica. A essência do teste de microtração está no seccionamento do conjunto dente-resina em várias fatias com espessura variável entre 0,5 e 1 mm, sendo que, em seguida, estas fatias são torneadas de modo que a concentração das forças de tensão seja concentrada na interface adesiva durante o teste. Dentre as muitas vantagens desta metodologia, os autores citam a possibilidade de se obter vários espécimes provenientes do mesmo dente, bem como a não necessidade de matrizes que delimitem a área adesiva, já que esta é determinada pelo *trimming* da interface. Relataram que várias modificações do teste de microtração são utilizadas para avaliar diferenças regionais ao longo da interface adesiva, em diferentes pontos da estrutura dental, na superfície interna dos canais radiculares; além de comparar substratos dentinários normal e afetado por cárie, ou cervical hígido e esclerótico. Observaram ainda que esta técnica é ideal para a realização de estudos longitudinais, que avaliam a durabilidade da interface adesiva.

Os autores concluíram que este método oferece uma versatilidade que normalmente não pode ser oferecido por outros testes mecânicos. Apesar de se constituir em um método extremamente trabalhoso, a microtração apresenta grande potencial para poder avaliar a adesão dos mais diversos materiais restauradores em sítios em substratos dentais clinicamente relevantes.

A meta final de qualquer pesquisa não é a objetividade,
mas sim, a verdade!
Helene Deutsch

3. PROPOSIÇÃO

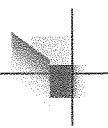
Partindo do princípio que a capacidade de formar uma união forte e durável com os tecidos dentais duros é uma das propriedades mais desejáveis dos atuais materiais restauradores disponíveis, subentende-se que os tratamentos adesivos dentinários são totalmente dependentes das propriedades do substrato dental a ser restaurado. Sendo assim, o objetivo deste estudo *in vitro* foi:

Investigar, através de ensaios de microtração, o efeito da aplicação de três diferentes sistemas adesivos hidrófilos - Clearfil Liner Bond 2V (Kuraray Co.), Single Bond (3M) e OptiBond Solo *Plus* (Kerr) – na união à superfícies dentinárias com diferentes níveis de mineralização - desmineralizada, normal e hipermineralizada – produzidas artificialmente através de ciclagens dinâmicas de pH.

Se a aparência e a essência dos fenômenos fossem a mesma coisa,
a ciência seria desnecessária.

Karl Marx

4. MATERIAIS E MÉTODOS



4.1. Delineamento experimental

Os fatores em estudo deste trabalho *in vitro* foram superfície dentinária em três níveis (hipermineralizada, desmineralizada e normal), e sistema adesivo, em três níveis (Clearfil Liner Bond 2V, Single Bond e Optibond Solo *Plus*). As unidades experimentais foram 90 incisivos inferiores bovinos, divididos aleatoriamente em nove grupos, a receberem os diferentes tratamentos de superfície e de sistema adesivo. Este estudo caracterizou-se como um experimento de blocos ao acaso com parcelas subdivididas (VIEIRA & HOFFMANN, 1989). A variável de resposta, força de adesão, em MPa (Mega Pascal) foi avaliada quantitativamente, através de ensaios de microtração. A análise estatística foi realizada através do teste ANOVA dois fatores em esquema fatorial 3 x 3 (sistema adesivo x substrato dentinário) e teste Tukey. O fluxograma que esquematiza o delineamento experimental proposto para este estudo está exposto na FIG. 1.

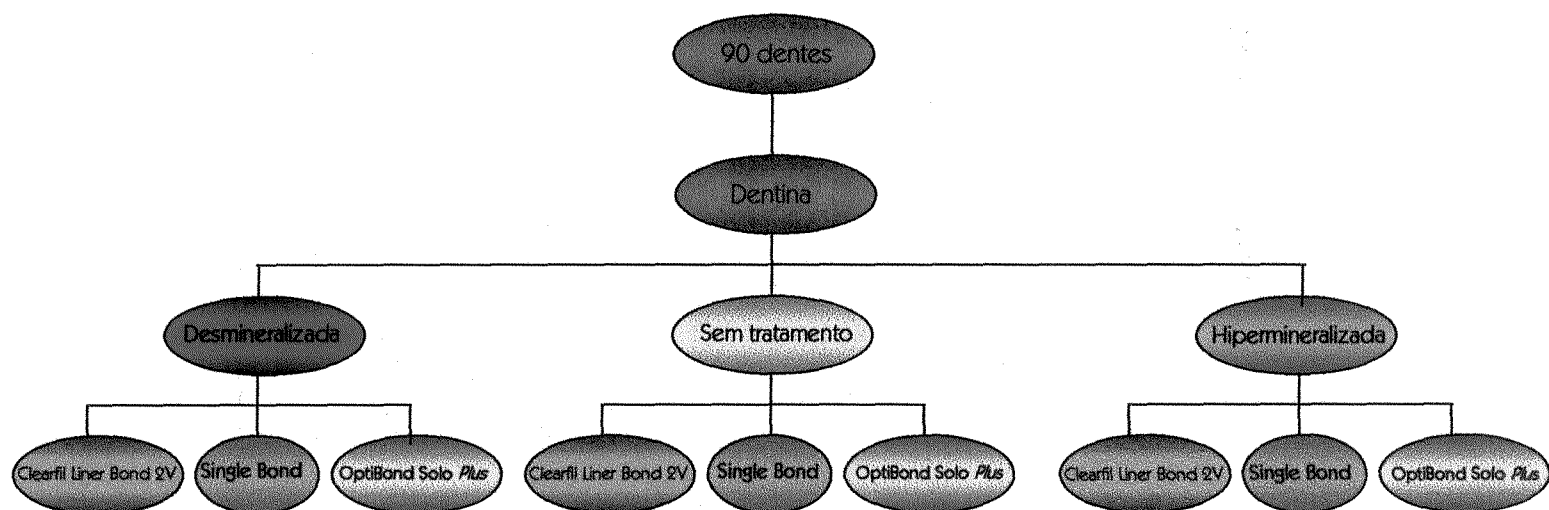


Figura 1. Esquema do delineamento experimental utilizado.

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

A amostra foi constituída por noventa incisivos inferiores bovinos recém-extraídos (FIG. 2), que foram armazenados em suspensão de timol a 0,1% (em peso) para desinfecção, a uma temperatura de 4°C, até o momento de sua utilização, sendo que a solução foi trocada semanalmente. Estes dentes foram armazenados por um período não superior a um mês. Dentes que não apresentavam volume coronário adequado foram excluídos deste estudo, através de avaliação da espessura radicular.

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

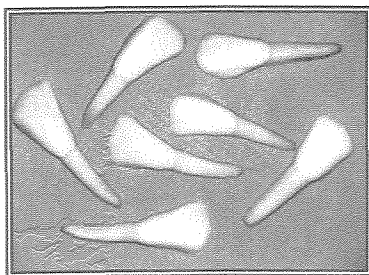


Figura 2. Incisivos bovinos selecionados

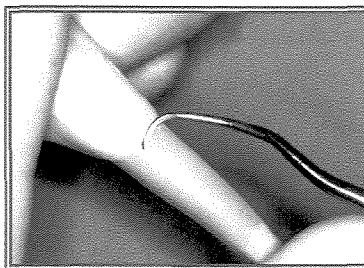


Figura 3. Remoção de debris com curetas periodontais

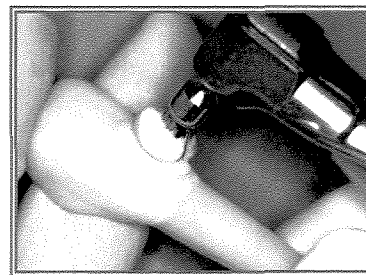


Figura 4. Polimento com pasta de pedra pomes

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

² SS White, Rio de Janeiro, RJ, Brasil

4.3. Preparo da superfície dentinária

O esmalte vestibular foi removido, através da utilização de lixas de carbetto de silício³ acopladas em politriz mecânica⁴, sob constante irrigação à água (FIG. 5). Foram utilizadas lixas de granulação decrescente, partindo da granulação 150, passando pelas granulações 320, 400 e 600. Após a exposição da superfície dentinária (FIG. 6), os dentes tiveram suas porções radiculares removidas com o auxílio de discos diamantados dupla face⁵ em baixa rotação (FIG. 7), para possibilitar acesso à região da câmara pulpar (FIG. 8).



Figura 5. Desgaste do esmalte vestibular em politriz mecânica

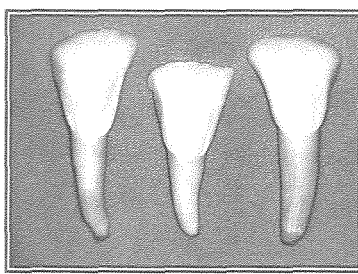


Figura 6. Padrão de exposição da superfície dentinária

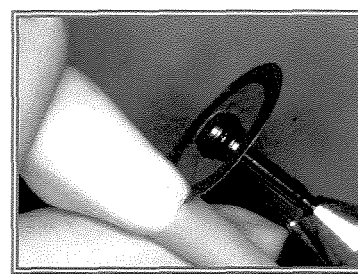


Figura 7. Seccionamento da porção radicular dos dentes

Após este procedimento, todas as superfícies dentinárias foram inspecionadas em microscópio ótico⁶ com 20 vezes de aumento, a fim de se encontrar possíveis áreas de esmalte remanescente. Os dentes que possuíam superfícies em esmalte voltaram a ser desgastados em politriz mecânica, com a lixa de granulação 600.

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

⁴ MaxiGrind Solotest, São Paulo, SP, Brasil

⁵ KG Sorensen Ind e Com. LTDA, Barueri, SP, Brasil

⁶ Meiji Techno América, San Jose, CA, Estados Unidos

Já que a força de adesão de alguns sistemas adesivos dentinários varia diretamente com a espessura dentinária remanescente (SUZUKI & FINGER, 1986), e para que fosse possível obter uma superfície dentinária não profunda, distante da câmara pulpar, todos os dentes foram inspecionados com o auxílio de um especímetro (FIG. 9), para verificar a espessura dentinária remanescente. Sendo assim, dentes que apresentavam espessura de dentina remanescente menor que 2 mm foram excluídos do experimento.

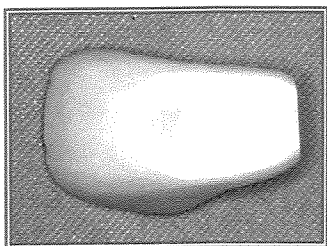


Figura 8. Aspecto dental pós-seccionamento

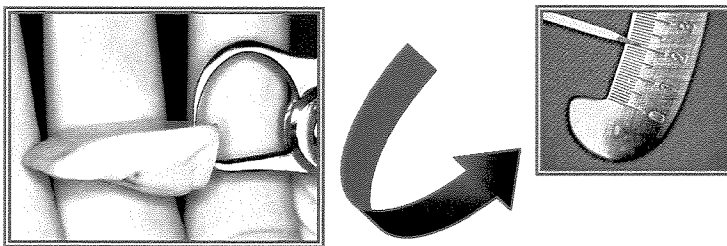


Figura 9. Avaliação da espessura dentinária remanescente (mínimo de 2mm na região central)

4.4. Preparo dos dentes para a ciclagem de pH

Três grupos de blocos dentais foram então aleatoriamente formados, baseando-se nas três modalidades de tratamento da superfície dentinária, conforme a tabela abaixo (TAB. 1):

Tabela 1. Blocos experimentais e número de repetições empregados neste estudo.

Grupo Experimental	Tratamento dentinário	n
DN	Dentina Normal	30
DD	Dentina Desmineralizada	30
DH	Dentina Hipermineralizada	30

Nos grupos DD e DH, uma fita adesiva⁷ retangular com medidas de 5 x 5 mm foi fixada sobre a superfície dentinária previamente planificada (FIG. 10). Todas as áreas dentais remanescentes não cobertas pela fita foram então isoladas, através da aplicação de duas camadas de esmalte para unhas⁸ ácido resistente (FIG. 11). Em seguida, uma complementação deste isolamento foi feita com cera rosa⁹ # 7 aquecida. Ao ser removida, a fita adesiva deixava exposta uma pequena área de 25 mm² para ser tratada e posteriormente restaurada (FIG. 12).

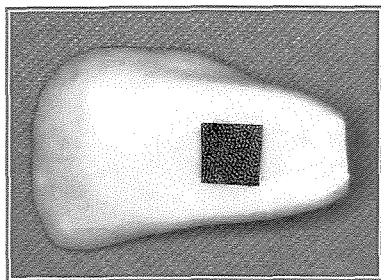


Figura 10. Delimitação dental com fita adesiva (25mm²)

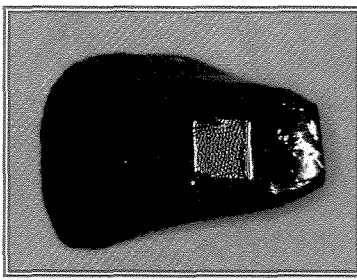


Figura 11. Aplicação de duas camadas de esmalte

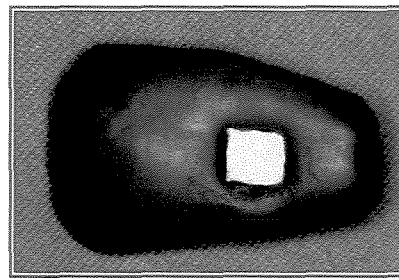


Figura 12. Isolamento com cera #7 expondo a área submetida aos ciclos

Os dentes do grupo normal / DN não receberam nenhum tipo de isolamento. Este grupo (n=30) não foi submetido a nenhum tratamento, atuando assim como grupo controle.

Ao término dos preparos de delimitação, todos os dentes foram mantidos imersos em água destilada e deionizada, à 37° C, até o início dos ciclos de pH.

⁷ Vulcan Material Plástico LTDA, Irajá, RJ, Brasil

⁸ Impala, Lab. Avamiller de Cosméticos LTDA, Guarulhos, SP, Brasil

⁹ Proben Divisão Odontológica, Catanduva, SP, Brasil

4.5. Tratamento dentinário superficial: Ciclagem dinâmica de pH

Os sessenta dentes previamente preparados foram separados por aleatorização em dois grupos.

A metodologia de ciclagem de pH, bem como o padrão de superfície dentinária desejada para cada grupo experimental, foi determinada de acordo com um estudo piloto, através da realização de mensurações de dureza Knoop.

4.5.1. Ciclagem de pH: indução de dentina desmineralizada.

O grupo experimental DD (dentina desmineralizada), n= 30, teve seus dentes imersos alternadamente por 2 horas em 156,25 ml de solução desmineralizante (TAB. 2), contidos em recipientes plásticos individualizados, acondicionados em estufa à 37°C. Nas 22 horas restantes do ciclo (FIG. 13), os dentes foram individualmente imersos em 78,125 ml de solução remineralizante (TAB. 3), sendo que esta solução foi renovada diariamente. Este ciclo foi repetido por quatro vezes consecutivas.

Tabela 2. Composição da solução desmineralizante.

Molalidade	Sal/ Solução usados
2,2 mM Ca^{2+}	CaCl_2
2,2 mM PO_4	$\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$
0,05 M ácido acético	$\text{HC}_2\text{H}_3\text{O}_2$
1 ppm F	NaF
pH 4,5	ajustado com KOH

Tabela 3. Composição da solução remineralizante.

Molalidade	Sal/ Solução usados
1,5 mM Ca^{2+}	CaCl_2
0,9 mM P	H_3PO_4
0,15 M	KCl
pH 7, 0.1M	ajustado com tampão TRIS

Entre as imersões, os dentes foram lavados com jatos de água destilada e deionizada, sendo levemente secados com papel absorvente. Foram utilizados 6,25 ml/mm² de solução desmineralizante e 3,125 ml/mm² de solução remineralizante por dente, em relação à área dental exposta (SHINKAI *et al.*, 2001).

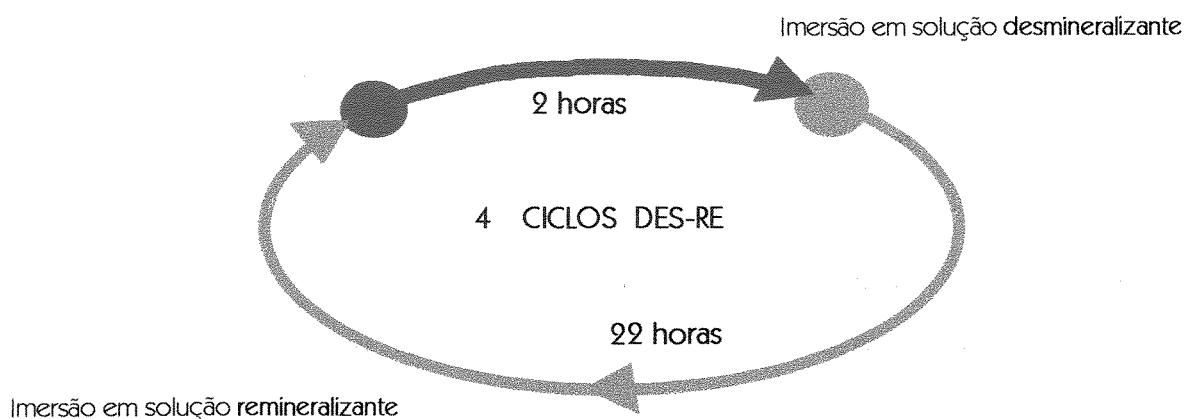


Figura 13. Desenho esquemático do ciclo dinâmico de desmineralização.

Ao término dos ciclos para obtenção de superfície dentinária desmineralizada, os dentes foram limpos com jatos de água deionizada e secados com papel absorvente. Somente a cera dos fragmentos dentais foi removida, permanecendo a camada de esmalte, e estes foram mantidos em estufa a 37° C e 100% de umidade relativa, até que fossem preparados para os procedimentos restauradores.

4.5.2. Ciclagem de pH: indução de dentina hipermineralizada

O grupo experimental DH (dentina hipermineralizada), n= 30, teve seus dentes imersos alternadamente por 3 horas em 156,25 ml de solução desmineralizante (TAB. 2), contidos em recipientes plásticos individualizados, em estufa à 37°C. Nas 45 horas

restantes do ciclo (FIG. 14), os dentes foram individualmente imersos em 78,125 ml de solução hipermineralizante (TAB. 4), sendo que esta solução foi renovada ao final de cada ciclo. Este ciclo foi repetido por oito vezes consecutivas.

Tabela 4. Composição da solução hipermineralizante.

Molaridade	Sal/ Solução usados
1,5 mM Ca ²⁺	CaCl ₂
0,9 mM P	H ₃ PO ₄
0,15 M	KCl
10 ppm F *	NaF
pH 7 , 0.1M	ajustado com tampão TRIS

* Iijima *et al.*, 1993; Heilman *et al.*, 1997

Entre as imersões, os dentes foram lavados com jatos de água destilada/deionizada e levemente secados com papel absorvente. Foram utilizados 6,25 ml/mm² de solução desmineralizante e 3,125 ml/mm² de solução remineralizante por dente, em relação à área dental exposta (SHINKAI *et al.*, 2001).

Ao término dos ciclos para a obtenção de superfície dentinária hipermineralizada, os dentes foram limpos com jatos de água deionizada e secos com papel absorvente. Somente a cera dos fragmentos dentais foi removida, permanecendo a camada de esmalte, e estes foram mantidos em estufa a 37°C e 100% de umidade relativa, até que fossem preparados para os procedimentos restauradores.

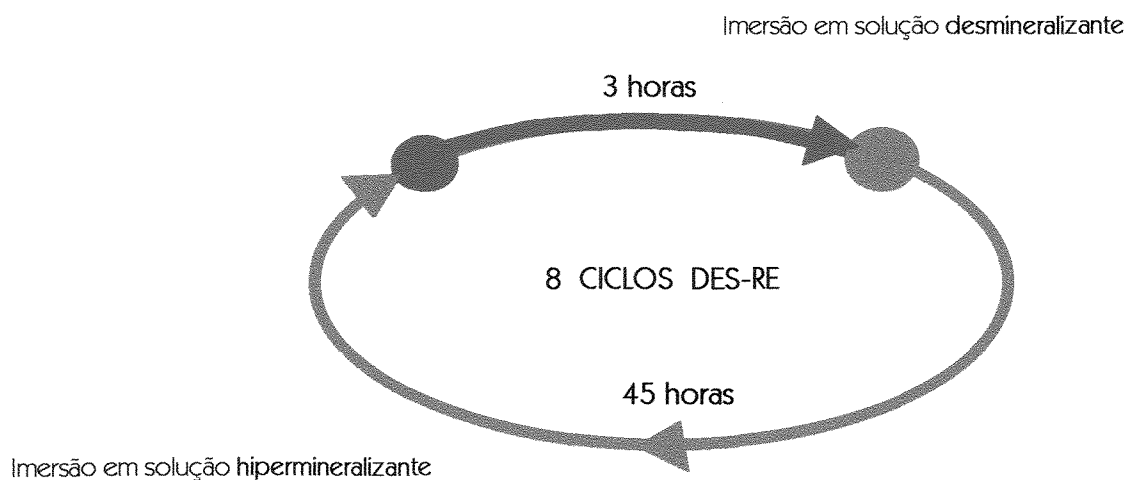


Figura 14. Desenho esquemático do ciclo dinâmico de hipermineralização.

4.6. Procedimentos adesivos e restauradores

Imediatamente após o término de cada protocolo de ciclagem de pH, os trinta dentes de cada bloco foram novamente separados, por aleatorização, em três subgrupos de 10 dentes cada, para receberem os tratamentos adesivos e restauradores. A aleatorização por sorteio para os procedimentos adesivos encontra-se exposto no ANEXO 7.

4.6.1. Procedimentos adesivos

Grupo 1 – Clearfil Liner Bond 2V¹⁰ – Uma gota do Primer A foi misturada com uma gota do Primer B, e esta mistura foi “friccionada” sobre o dente por 30 segundos. Em seguida, um jato de ar foi aplicado, a fim de remover os possíveis excessos e permitir a evaporação do solvente. O adesivo (Liquid A) foi aplicado, levemente secado e fotopolimerizado com luz halógena (Curing Light 2500)¹¹ por 20 segundos.

Grupo 2 - Single Bond¹² – A superfície dental foi condicionada por 15 segundos com gel de ácido fosfórico¹³ 37% (FIG. 15), lavada com água corrente por 15 segundos e levemente secada com jato de ar por 2 segundos. Duas camadas consecutivas do adesivo foram aplicadas (FIG. 16), levemente espalhadas com jato de ar por dois segundos, e em seguida, o adesivo foi fotopolimerizado por 10 segundos.

Grupo 3 - Optibond Solo Plus¹⁴ – A superfície dental foi condicionada por 15 segundos com gel de ácido fosfórico 37%, lavada com água corrente por 15 segundos e levemente secada com jato de ar por 2 segundos. O adesivo foi aplicado e deixado em “repouso” sobre o dente por 30 segundos, recebeu um leve jato de ar por 2 segundos e, em seguida, foi fotopolimerizado por 20 segundos.

¹⁰ Kuraray Co., LTD, Umeda, Osaka, Japão

¹¹ 3M Dental Products Division, St. Paul, MN, Estados Unidos

¹² 3M Dental Products Division, St. Paul, MN, Estados Unidos

¹³ 3M Dental Products Division, St. Paul, MN, Estados Unidos

¹⁴ Kerr Corporation, Orange, CA, Estados Unidos

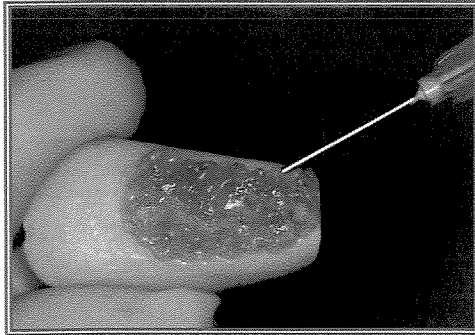


Figura 15. Condicionamento com ácido fosfórico 37% por 15 segundos

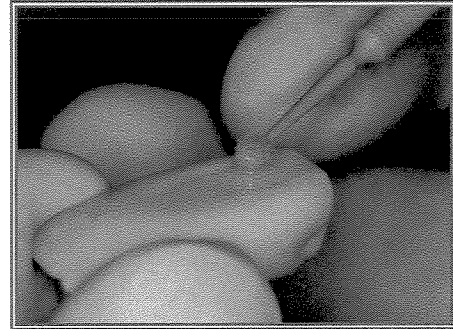


Figura 16. Aplicação do sistema adesivo sobre a superfície dentinária



Figura 17. Sistemas adesivos utilizados. OSP: OptiBond Solo Plus / CLB: Clearfil Liner Bond 2V / SB: Single Bond

4.6.2. Procedimentos restauradores

Após a execução dos procedimentos adesivos, de acordo com cada grupo experimental (FIG. 17), um bloco de resina composta (FIG. 18) fotopolimerizável Filtek

Z250¹⁵ (FIG. 19) com 4 mm de altura, foi incrementalmente confeccionado sobre as superfícies dentinárias tratadas, sendo fotopolimerizado com o aparelho Curing Light 2500. A resina composta foi inserida em dois incrementos, cada um de 2,0 mm de altura, sendo cada incremento fotopolimerizado por 40 segundos. A intensidade de luz foi periodicamente monitorada através de um radiômetro¹⁶, encontrando-se entre 450 e 500 mW/cm².

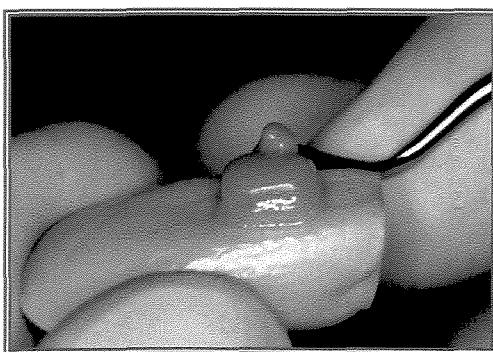


Figura 18. Construção da coroa de resina composta com 4mm de altura

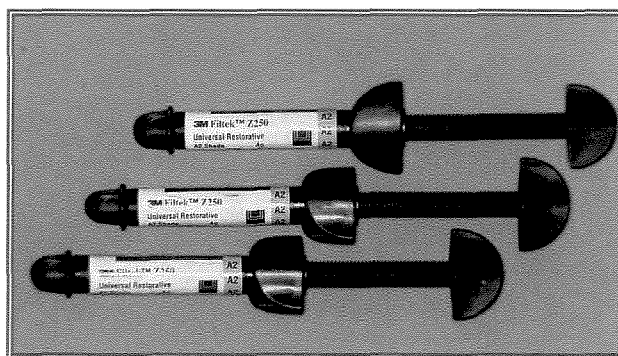


Figura 19. Resina composta Filtek Z250

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

¹⁵ 3M Dental Products Division, St. Paul, MN, Estados Unidos

¹⁶ Radiometer, Demetron Research Corporation, Danbury, CT, Estados Unidos

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

Após o armazenamento, os espécimes foram individualmente fixados em uma placa acrílica com cera pegajosa¹⁷, paralelamente ao longo seu eixo, para serem adaptadas à cortadeira metalográfica de precisão¹⁸. Em seguida, secções seriadas com espessuras de 0,8 a 1,0 mm paralelas ao longo eixo do conjunto dente-restauração foram realizados através de um disco diamantado de alta concentração¹⁹, girando em baixa velocidade sob irrigação constante com água destilada (FIG. 20).

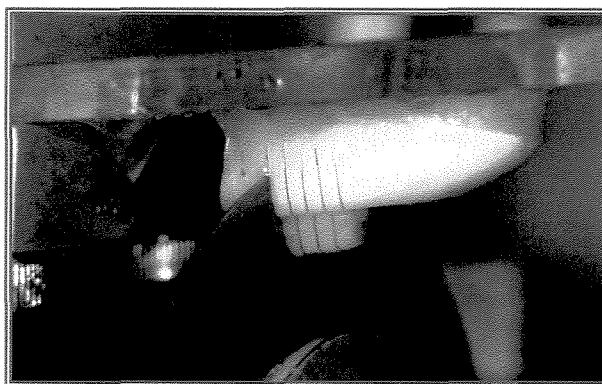


Figura 20. Seccionamentos seriados no sentido méso-distal para a obtenção das fatias dentais

Estes cortes foram realizados tomando o cuidado para não separar totalmente as fatias da base acrílica fixada com cera (FIG. 21). No final, a base dos espécimes foi seccionada perpendicularmente ao seu longo eixo com discos diamantados dupla face,

¹⁷ KOTA Ind. E Com. LTDA, São Paulo, SP, Brasil

¹⁸ Isomet 1000, Buehler, Lake Bluff, IL, Estados Unidos

¹⁹ Extec Corp., Enfield, CT, Estados Unidos

para posterior obtenção de vários espécimes em forma de fatias. As fatias tiveram suas espessuras mensuradas com o auxílio de um paquímetro digital²⁰ (FIG. 22), e foram acondicionadas em eppendorfs plásticos contendo água destilada e deionizada.

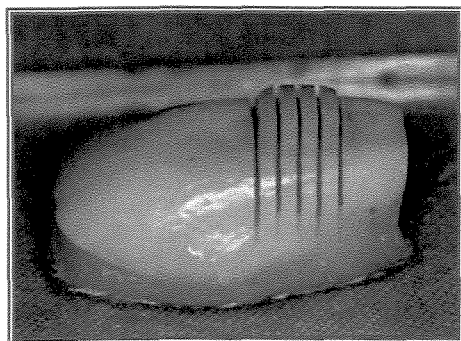


Figura 21. Vista lateral dos cortes

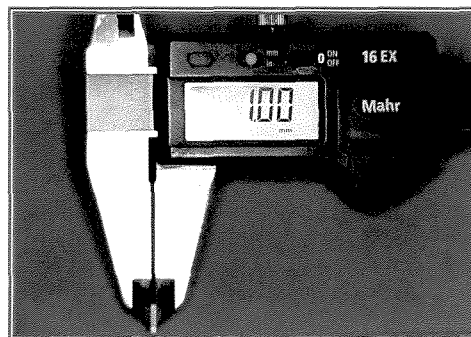


Figura 22. Mensuração da espessura das fatias obtidas

Para obtenção dos espécimes com o formato de *hour glass* (ou ampulheta), cada fatia foi apreendida pela porção dentinária com uma pinça hemostática, e com o auxílio de uma ponta diamantada cilíndrica extrafina²¹ #1093 FF montada em alta rotação²² sob refrigeração constante, foram realizados desgastes proporcionais na altura da interface adesiva (FIG. 23), de forma a obter espécimes com o formato de *hour glass* (FIG. 24), procurando-se sempre obter corpos-de-prova com uma área adesiva de aproximadamente 0,8 mm². A área da secção transversal da interface dente-restauração foi constantemente monitorada com o auxílio de um paquímetro digital (FIG. 25).

²⁰ Carl Mahr, GmbH, Esslinger, Alemanha

²¹ KG Sorensen Ind. e Com. LTDA, Barueri, SP, Brasil

²² Kavo do Brasil S.A. Ind. e Com., Joinville, SC, Brasil

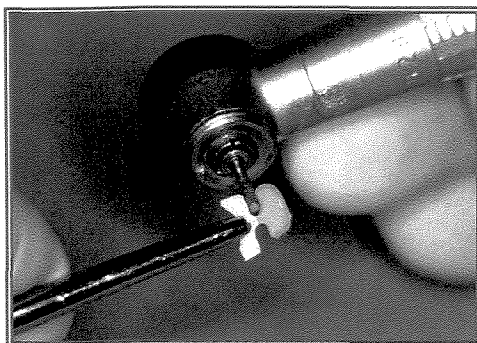


Figura 23. Desgastes laterais para constrição da área adesiva

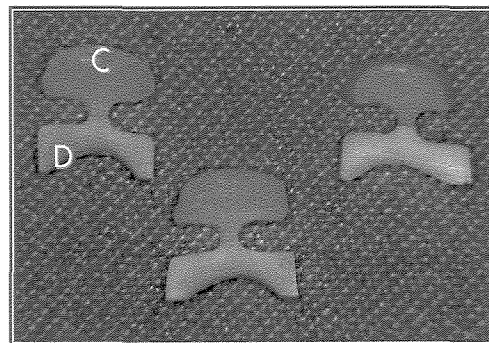


Figura 24. Aspecto final dos espécimes com formato de ampulheta ou *hour glass* (C: compósito / D: dentina)

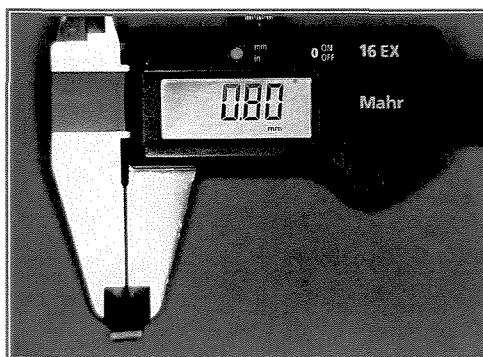


Figura 25. Mensuração dos desgastes realizados

Os espécimes, antes de serem submetidos ao teste de microtração, foram avaliados em microscópio óptico com 40x de aumento, para verificar a integridade da interface adesiva (presença de poros), bem como a presença de superfícies restauradas totalmente em dentina. Foram selecionados somente os espécimes que apresentavam no mínimo 2 mm de espessura de dentina remanescente. Os espécimes que não se enquadraram nestes pré-requisitos foram descartados do experimento.

4.8. Ensaios de microtração: detalhes de execução

Após a mensuração da área da interface adesiva com paquímetro digital, os espécimes selecionados foram individualmente afixados aos microdispositivos (FIG. 26) ao dispositivo de microtração MT Jig (FIG. 27), em máquina de ensaio universal²³, com um adesivo à base de cianocrilato²⁴ pelas suas extremidades, de modo a posicionar a área de adesão perpendicularmente ao longo eixo da força de tração.

Para acelerar o endurecimento do adesivo ao aparato acrílico com o corpo-de-prova, foi aplicada com o auxílio de um microbrush²⁵ uma gota de monômero²⁶ de resina acrílica sobre a superfície da cola.

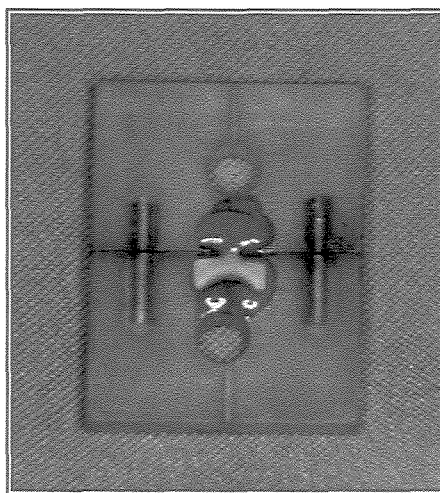


Figura 26. Posicionamento e colagem do espécime no microdispositivo

²³ EMIC LTDA, São José dos Pinhais, PR, Brasil

²⁴ Henkel Loctite Adesivos LTDA, Itapevi, SP, Brasil

²⁵ Microbrush Disposable Applicators, Microbrush Corporation, Grafton, WI, Estados Unidos

²⁶ Artigos Odontológicos Clássico LTDA, Campo Limpo Paulista, SP, Brasil

Os testes foram realizados com velocidade constante de 0,5 mm/min. Durante todo o teste, o evento foi monitorado por um programa de computador²⁷ que apresenta em sua tela um gráfico representativo do carregamento em função do deslocamento. Os valores máximos da força de tração, em quilograma-força (kgf), foram registrados no momento da fratura, logo após a interrupção dos movimentos da máquina de ensaio. Os dados foram então coletados para posterior cálculos da força de união, sendo que o valor da área foi transformada de mm² em cm², para que os valores finais de resistência adesiva fossem expressos em MPa.

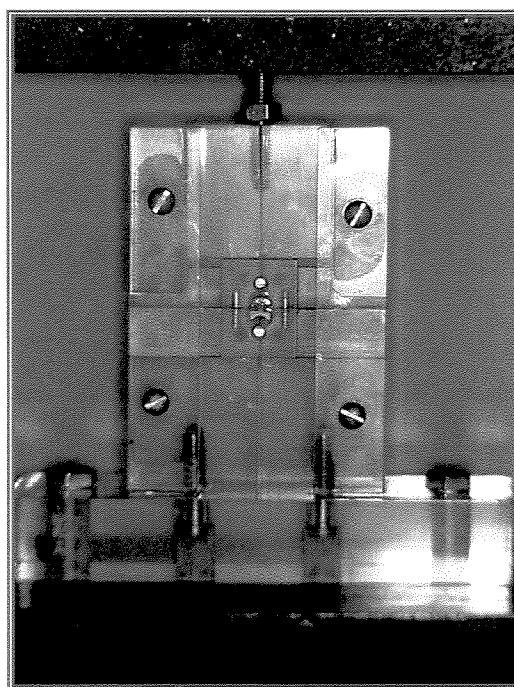


Figura 27. Adaptação da matriz ao dispositivo de microtração acoplado em máquina de ensaio

²⁷ MT Test

Após o teste, as duas porções fraturadas foram removidas das respectivas micromatrizes, e as superfícies transversais foram analisadas quanto ao padrão de fratura da interface adesiva, sendo classificadas em quatro tipos: adesiva, coesiva em dentina, coesiva em resina e mista.

4.9. Análise estatística

Os valores obtidos nos teste de resistência adesiva foram tabulados e submetidos à análise de variância em 2 fatores (ANOVA), adotando-se o nível de significância de 5% para tomada de decisão. Para as variações individuais de inter-relação entre os fatores, foi empregado o teste paramétrico Tukey.

Não é bom ter dúvidas,
mas precisamos investigar continuamente para aprofundar nossas certezas.
Rimpoche

5. RESULTADOS

Os valores de resistência adesiva de todos os grupos experimentais encontram-se detalhados nos ANEXOS IX.

A análise de variância (QUADRO 1) dos valores de resistência à tração demonstrou diferenças estatísticas significantes para o fator sistema adesivo ($p = 0,00227$) e para o fator substrato dentinário ($p = 0,00001$). Por conseguinte, foi verificada também uma interação significativa entre os fatores em estudo ($p = 0,01250$).

Vale ressaltar que, em função da normalidade dos dados e da homogeneidade das variâncias, não houve a necessidade de transformação de dados.

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

Fatores	Grau de Liberdade	Soma dos Quadrados	Quadrado Médio	Valor de F	Probabilidade de F
Dentina (Dent)	2	2748.5193234	1374.2596617	24.0127	0.00001*
Adesivo (Ades)	2	776.5729076	388.2864538	6.7846	0.00227*
Dent x Ades	4	780.9922741	195.2480685	3.4116	0.01250*
Resíduo	81	4635.6648326	57.2304300		
TOTAL	89	8941.7493378			

Média geral: 18,928778

Coefficiente de variação: 39,966%

* Diferença estatisticamente significativa

O Teste Tukey foi então empregado para evidenciar as diferenças estatísticas significativas entre cada fator em estudo, além da interação dos fatores.

5.1. Fator Sistema Adesivo

Para o adesivo Optibond Solo *Plus*, não houve diferença estatística significativa entre os substratos dentinários normal e hipermineralizado, sendo que em dentina desmineralizada, os valores foram menores, diferindo estatisticamente (TAB. 5).

Tabela 5. Médias de resistência a microtração de dentina, dentro do fator adesivo, para o sistema Optibond Solo *Plus* (n=10).

Dentina	Médias (MPa)	Desvio padrão	5%
Normal (DN)	24,49	4,57	A
Hipermineralizada (DH)	17,84	9,5	A
Desmineralizada (DD)	5,22	5,75	B

Médias seguidas por letras distintas diferem entre si ao nível de significância de 5%, pelo teste Tukey
D.M.S. 5%=8,08354

Já para o adesivo Single Bond, igualmente ao adesivo Optibond Solo *Plus*, os substratos dentinários normal e hipermineralizado se comportaram de maneira semelhante, sem diferenças significantes entre si, sendo estatisticamente maiores que os valores do substrato desmineralizado (TAB. 6).

Tabela 6. Médias de resistência a microtração de dentina, dentro do fator adesivo, para o sistema Single Bond (n=10).

Dentina	Médias (MPa)	Desvio padrão	5%
Normal (DN)	31,05	4,35	A
Hipermineralizada (DH)	23,97	7,88	A
Desmineralizada (DD)	13,62	10,42	B

Médias seguidas por letras distintas diferem entre si ao nível de significância de 5%, pelo teste Tukey
D.M.S. 5%=8,08354

Finalmente, para o adesivo Clearfil Liner Bond 2V, pode-se notar um comportamento semelhante no que diz respeito aos três substratos dentinários avaliados, não havendo diferenças estatisticamente significante entre os grupos (TAB. 7).

Tabela 7. Médias de resistência a microtração de dentina, dentro do fator adesivo, para o sistema Clearfil Liner Bond 2V (n=10).

Dentina	Médias (MPa)	Desvio padrão	5%
Hipermineralizada (DH)	19,32	8,66	A
Normal (DN)	19,00	9,02	A
Desmineralizada (DD)	15,81	4,59	A

Médias seguidas por letras distintas diferem entre si ao nível de significância de 5%, pelo teste Tukey
D.M.S. 5%=8,08354

5.2. Fator Substrato Dentinário

Quando da avaliação dos adesivos frente ao substrato dentinário normal, o adesivo Single Bond apresentou os mais altos valores de resistência adesiva, apesar de não diferir estatisticamente do adesivo Optibond Solo Plus. Por sua vez, o adesivo Clearfil Liner

Bond 2V, apesar de apresentar os menores valores, não diferiu estatisticamente do adesivo Optibond Solo *Plus* (TAB. 8).

Tabela 8. Médias de resistência a microtração dos adesivos, dentro do fator dentina, para o substrato normal (n=10).

Adesivo	Médias (MPa)	Desvio padrão	5%
Single Bond (SB)	31,05	4,35	A
OptiBond Solo (OSP)	24,49	4,57	AB
Clearfil LB 2V (CLB)	19,00	9,02	B

Médias seguidas por letras distintas diferem entre si ao nível de significância de 5%, pelo teste Tukey
D.M.S. 5%=8,08354

Em dentina desmineralizada, os sistemas adesivos Clearfil Liner Bond 2V e Single Bond apresentaram os melhores valores de resistência adesiva, diferindo estatisticamente do adesivo Optibond Solo *Plus* (TAB. 9).

Tabela 9. Médias de resistência a microtração dos adesivos, dentro do fator dentina, para o substrato desmineralizado (n=10).

Adesivo	Médias (MPa)	Desvio padrão	5%
Clearfil LB 2V (CLB)	15,81	4,59	A
Single Bond (SB)	13,62	10,42	A
OptiBond Solo (OSP)	5,22	5,75	B

Médias seguidas por letras distintas diferem entre si ao nível de significância de 5%, pelo teste Tukey
D.M.S. 5%=8,08354

Por fim, em dentina hipermineralizada, todos os sistemas adesivos se comportaram de maneira estatisticamente semelhante (TAB. 10).

Tabela 10. Médias de resistência a microtração dos adesivos dentro do fator dentina, para o substrato hipermineralizado (n=10).

Adesivo	Médias (MPa)	Desvio padrão	5%
Single Bond	23,97	7,88	A
Clearfil LB 2V	19,32	8,66	A
OptiBond Solo	17,84	9,50	A

Médias seguidas por letras distintas diferem entre si ao nível de significância de 5%, pelo teste Tukey
D.M.S. 5%=8,08354

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

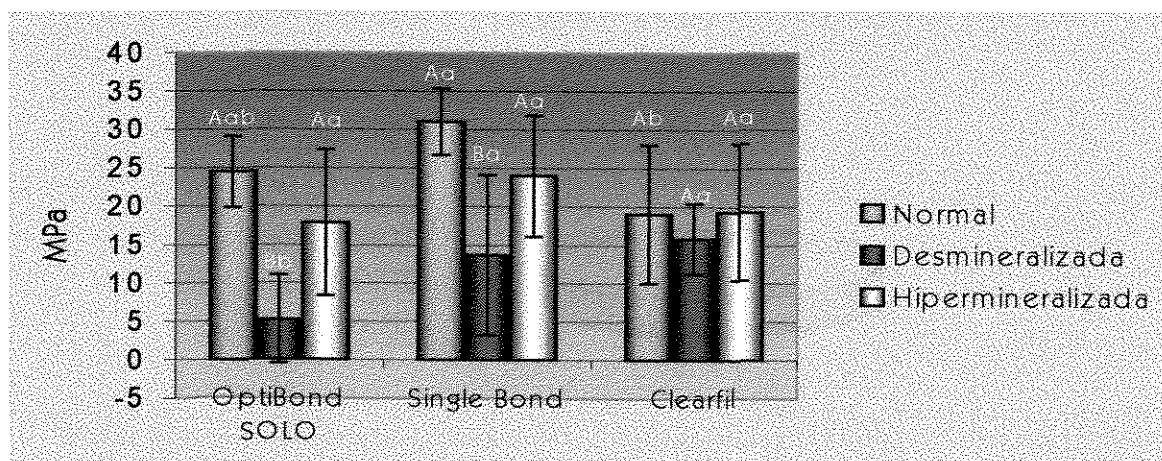


Gráfico 1. Gráfico de barras para os valores médios de resistência adesiva e desvios padrão em função dos substratos dentinários e dos sistemas adesivos (Letras diferentes diferem estatisticamente entre si ao nível de 5%, maiúsculas para o fator substrato e minúsculas para o fator adesivo)

5.3. Avaliação do padrão de fratura da interface adesiva

A avaliação dos modos de fratura das interfaces adesivas dos corpos-de-prova foi realizada em microscópio óptico, com 40x de aumento, demonstrando que 97,58% dos espécimes avaliados apresentaram fraturas adesivas.

Somente um espécime do sistema adesivo Single Bond, quando da aplicação em dentina normal, apresentou fratura coesiva em dentina a um valor de 42,15 MPa. Quatro espécimes, nos mais diferentes grupos experimentais avaliados, apresentaram fratura mista. Não foi encontrado nenhum espécime com fratura coesiva em resina.

Estas observações podem ser observadas nos ANEXOS IX. As porcentagens de cada tipo de padrão de fratura estão sumarizados no GRÁFICO 2.

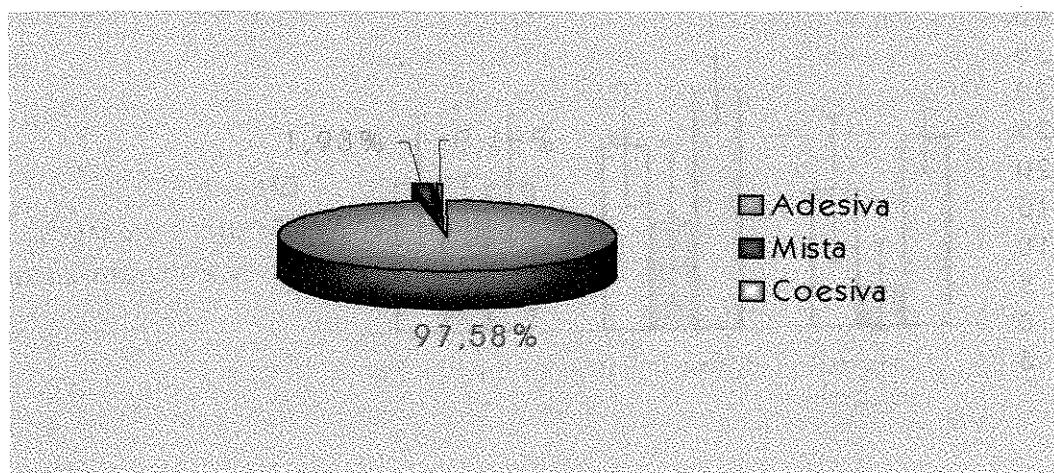
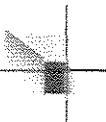


Gráfico 2. Gráfico em pizza para as porcentagens de padrão de fratura.

Nenhum espelho reflete melhor a imagem do homem do que suas palavras.
Juan Luis Vives

6. DISCUSSÃO



Comparada ao esmalte, a dentina é um substrato com um grau de complexidade muito maior no que diz respeito à adesão, principalmente em função de suas características histológicas peculiares (SWIFT *et al.*, 1995; PASHLEY *et al.*, 1997; PERDIGÃO *et al.*, 2000). Alterações pós-eruptivas de ordem fisiológica e/ou patológica podem resultar em condições de esclerose ou de hipomineralização (MJÖR & PINDBORG, 1973; WEBER, 1974; TEN CATE, 1989). No entanto, praticamente todos os estudos que buscam avaliar a eficiência de sistemas adesivos são executados em dentina normal (PAUL *et al.*, 1999; TAY *et al.*, 1999; NAKAJIMA *et al.*, 2000), ao invés de serem realizados em substratos clinicamente relevantes, tais como em dentina esclerótica ou em dentina afetada por cárie (PASHLEY *et al.*, 1995; YOSHIYAMA *et al.*, 1996; KIMOCHI *et al.*, 1999; KWONG *et al.*, 2002).

Sendo assim, o presente estudo teve como objetivo investigar o comportamento de diferentes sistemas adesivos dentinários (OptiBond Solo *Plus*, Clearfil Liner Bond 2V e Single Bond), frente a diversos graus de mineralização dentinária (hipermineralizada, normal e desmineralizada) induzidos artificialmente através da

execução de ciclagens dinâmicas de pH. A avaliação da resistência adesiva foi realizada utilizando-se o teste de microtração, um método laboratorial eficiente na comparação de diferentes materiais e técnicas restauradoras, nas mais diversas regiões dentais disponíveis para adesão, fornecendo vários espécimes advindos do mesmo dente (SANO *et al.*, 1994; PHRUKKANON *et al.*, 1998; SHONO *et al.*, 1999; PASHLEY *et al.*, 1999).

Os resultados mostraram não haver diferença nos valores de adesão para todos os sistemas adesivos avaliados, entre os substratos dentinários normal e hipermineralizado, exceto para o sistema adesivo autocondicionante Clearfil Liner Bond 2V, que apresentou menores valores de adesão em dentina normal. No que concerne ao substrato dentinário desmineralizado, somente o sistema adesivo OptiBond Solo *Plus*, com carga, apresentou valores de adesão estatisticamente inferiores, quando comparado aos outros sistemas adesivos avaliados. Estes resultados podem ser mais bem visualizados no GRÁFICO 1.

Uma visão mais conservadora do tratamento odontológico permitiu maior manutenção dos dentes na cavidade bucal por mais tempo, dificultando a oferta destes órgãos para a realização de pesquisas laboratoriais. Além disso, para a obtenção de resultados confiáveis em testes de adesão, faz-se necessária uma seleção e padronização da amostra, principalmente com relação ao grau de maturação e o meio de armazenamento dos dentes. Neste estudo, em função do delineamento experimental proposto, um número relativamente grande de dentes era solicitado - aproximadamente 100 – para que uma estatística confiável pudesse ser realizada .

Frente a este problema, optou-se pela utilização de incisivos bovinos recém extraídos. Estudos prévios já relataram a equivalência na morfologia e na resposta à adesão entre superfícies coronárias humanas e bovinas. NAKAMICHI *et al.* (1983) não verificaram diferenças estatísticas na adesão à dentina humana e bovina. SCHILKE *et al.* (2000) mostraram que a superfície coronária de incisivos bovinos é um substituto adequado à dentina coronária humana para testes de adesão, pois não verificaram diferenças significantes no número e no diâmetro de túbulos dentinários destes substratos.

A hibridização dos tecidos dentinários permitiu que tratamentos dentais, que antes eram impossíveis de serem realizados com as técnicas convencionais disponíveis, pudessem acontecer, abrindo novas fronteiras nos procedimentos restauradores adesivos. MERTZ-FAIRHUST *et al.* (1991) sugeriram que a dentina cariada pode ser paralisaada através do selamento resinoso, sem remoção de grandes quantidades de tecido dentinário. Se as bactérias residuais presentes na dentina infectada por cárie podem ser “sepultadas” pela resina, tornando-as inativas, o tratamento conservativo destas superfícies dentinárias, quer seja afetadas ou infectadas por cárie, deve ser exaustivamente estudado, visando preservar e, sobretudo, buscar uma adesão efetiva a estas superfícies (FUSAYAMA, 1979).

A indução das condições de hipermineralização e desmineralização do substrato dentinário, no presente estudo, foi obtida através da utilização de um modelo dinâmico de ciclagem de pH (TEN CATE & DUJSTERS, 1982; FEATHERSTONE *et al.*, 1986; SHINKAI *et al.*, 2001). Este método emprega soluções desmineralizadoras e remineralizadoras, nas quais o substrato dental é imerso por períodos alternados de

tempo, buscando reproduzir assim, os vários momentos de declínio de pH que ocorrem na placa dental e na superfície do esmalte durante o dia (WHITE *et al.*, 1992). O estágio de desmineralização é simulado com o emprego de tampões ácidos contendo cálcio e fosfato em pH baixo (HEILMAN *et al.*, 1997), enquanto a solução remineralizadora contém cálcio e fosfato em um grau de saturação que mimetiza as propriedades remineralizadoras da saliva (SHINKAI *et al.*, 2001).

A ciclagem dinâmica de pH constitui-se no método laboratorial com melhores condições de simular os fenômenos físico-químicos que ocorrem *in vivo*, no qual as condições experimentais podem ser altamente controladas (WHITE, 1992), na tentativa de se obter substratos dentinários mais próximos daqueles que são considerados clinicamente relevantes para os estudos de adesividade à estrutura dental.

Neste trabalho, para a indução de hipermineralização dentinária, foi ainda empregada uma solução hipermineralizadora, que, além dos componentes químicos presentes na solução remineralizadora, possuía 10 ppm de flúor, na forma de NaF (HEILMAN *et al.*, 1997). Esta solução foi utilizada a fim de se produzir uma dentina hipermineralizada, com agregação de minerais em sua superfície, através da realização de repetidos ciclos de desmineralização e hipermineralização (IJIMA *et al.*, 1993; HEILMAN *et al.*, 1997). Esta agregação de minerais foi possível, segundo TEN CATE (1998), por um mecanismo de desmineralização onde o ácido penetra rapidamente por entre os túbulos dentinários, liberando íons cálcio e fosfato. Na presença de flúor, estes íons são

capturados e reprecipitados, formando uma camada superficial praticamente hipermineralizada, rica em fluorapatita.

A efetiva modificação deste substrato pode ser verificada em função das diferenças observadas nos valores de resistência adesiva entre os padrões dentinários hipermineralizados e desmineralizados, quando da utilização dos sistemas adesivos *total-etch* OptiBond Solo *Plus* e Single Bond, pois estes mostraram-se susceptíveis às diferentes condições minerais avaliadas. Estes sistemas adesivos apresentaram valores estatisticamente mais baixos em dentina desmineralizada, quando comparados à dentina normal, ou à dentina hipermineralizada (TAB. 5 e TAB. 6). Já o adesivo autocondicionante Clearfil Liner Bond 2V apresentou comportamento semelhante para todos os níveis de mineralização dentinária (TAB. 7).

Estes achados estão de acordo com os resultados obtidos por PERDIGÃO *et al.* (1994) e YOSHIYAMA *et al.* (2002). No entanto, as superfícies dentinárias avaliadas por YOSHIYAMA *et al.* foram obtidas através de dentes humanos extraídos, que apresentavam lesões naturais de cárie. Apesar do estudo realizado por PERDIGÃO *et al.* também ter avaliado diferentes níveis de mineralização dentinária induzidos através de um modelo *in vitro*, cabe ressaltar que o modelo de indução de desmineralização utilizado foi através da aplicação de ácido acético de forma estática, diferentemente do modelo dinâmico adotado no atual estudo. Além disso, as avaliações da resistência adesiva foram efetuadas por testes de cisalhamento, e não de microtração. Partindo da premissa que estes trabalhos apresentaram metodologias muito distintas do presente estudo, cuidados

devem ser tomados ao se tentar extrapolar e comparar os resultados obtidos (SCHREINER *et al.*, 1998; CARDOSO *et al.*, 1999).

Neste estudo, o colágeno da dentina desmineralizada, no momento dos procedimentos adesivos, provavelmente estava alterado pelo processo de ciclagem de pH, que consistia em repetidas exposições ao meio ácido (HARNIRATTISAI *et al.*, 1992; PERDIGÃO *et al.*, 1994; NAKAJIMA *et al.*, 2000). Por já não conter uma camada de *smear layer* “protetora”, previamente removida pelos desafios ácidos da ciclagem de desmineralização, a superfície dentinária pode ter perdido parte de sua capacidade tampão, sendo assim, a profundidade de desmineralização pelos agentes condicionantes deve ter excedido a profundidade de penetração dos monômeros adesivos, comprometendo a formação de uma camada híbrida e reduzindo substancialmente os valores de adesão (SANO *et al.*, 1995; KIMOCHI *et al.* 1999; OKUDA *et al.*, 2002).

Estas hipóteses se ajustam aos resultados obtidos no presente estudo, onde o adesivo autocondicionante Clearfil Liner Bond 2V promoveu efetivos valores de adesão em dentina desmineralizada (TAB. 9). Em contrapartida, KIMOCHI *et al.* (1999) avaliando também a resistência adesiva de um sistema autocondicionante (Unfil Bond), observaram uma redução nos valores de resistência a microtração em dentina infectada por cárie, quando comparada à dentina normal. Variações no que concerne à composição dos sistemas adesivos, bem como a diferenças nos substratos avaliados – sendo um *in vivo* e o outro *in vitro* - podem explicar tal discrepância frente aos resultados encontrados no presente estudo.

Neste estudo, foi utilizado um sistema adesivo autocondicionante (Clearfil Liner Bond 2V), que condiciona por entre a *smear layer* não removida e a dentina subjacente (WATANABE *et al.*, 1990; WATANABE & NAKABAYAH, 1993). Diferentemente dos sistemas adesivos *total-etch*, que possuem passos distintos de condicionamento e lavagem, estes sistemas adesivos não requerem estas etapas operatórias (WATANABE *et al.*, 1994; YOSHIYAMA *et al.*, 1989; TAY *et al.*, 2000). Monômeros com características ácidas são utilizados para simultaneamente condicionar e atuar como um *primer*, sendo assim, espera-se não haver diferenças entre a profundidade de desmineralização e na penetração dos monômeros adesivos, resultando em camadas híbridas mais finas, mas devidamente aderidas à estrutura dental (TAY *et al.*, 2000).

Com relação ao adesivo OptiBond Solo *Plus*, os valores obtidos no presente estudo em dentina desmineralizada foram baixos (TAB. 9), sugerindo que não foram suficientes para suportar adequadamente as tensões de contração de polimerização da resina composta (MUNKSGAARD *et al.*, 1985). Os modestos valores obtidos em dentina desmineralizada nos permitem supor que o embricamento micromecânico na dentina condicionada foi prejudicado pelo colapso das fibras colágenas. Estes achados suportam a tese de que o embricamento mecânico é um fator muito mais importante na promoção de efetivos valores de adesão, do que a adesão química ao colágeno (ERICKSON, 1989; PERDIGÃO *et al.*, 1994).

Os baixos valores obtidos para este adesivo com carga, em dentina desmineralizada, mostraram que, apesar de se acreditar que nanopartículas de 7 nm

possam infiltrar sem dificuldade por orifícios de até 20 nm (TAY *et al.*, 1999; NUNES *et al.*, 2001), bem como por entre os espaços interfibrilares, provavelmente ocorreu uma agregação das partículas na camada superior da dentina condicionada, impedindo a devida infiltração dos monômeros resinosos até a base da dentina desmineralizada.

Devido à massa molecular das partículas ser maior que a massa molecular da resina, a taxa de difusão destas partículas é muito menor, resultando também em uma camada híbrida pouco homogênea (TAY *et al.*, 1999). A manutenção de uma zona de colágeno não protegida, logo abaixo da camada híbrida, pode ter funcionado como uma zona de indução de estresses, exatamente por ser o ponto mais fraco da interface adesiva (SANO *et al.*, 1995; PEREIRA *et al.*, 2001; OKUDA *et al.*, 2002). Além disso, supõe-se que uma maior rigidez da fase resinosa da camada híbrida promovida por este adesivo, em função da presença de partículas de carga, pode vir a comportar-se de uma maneira mais frável, quando da aplicação das forças de tensão.

Conforme a dentina vai sofrendo desmineralização, somente parte da matriz não-colágena (ou proteoglicanas) é solubilizada e “extraída” da porção orgânica da dentina, sendo que a maioria da porção remanescente só é liberada quando o colágeno exposto é enzimaticamente degradado pela collagenase. Estas proteoglicanas podem se impor restritivamente à difusão das nanopartículas presentes no sistema adesivo OptiBond Solo *Plus*, mas, em contrapartida, monômeros resinosos com pesos moleculares variando de 130 (HEMA) até 513 (Bis-GMA) encontram pouca dificuldade para penetrar através de todos os componentes da dentina desmineralizada (TAY *et al.*, 1999).

Estes dois monômeros estão presentes na composição dos três sistemas adesivos avaliados neste estudo, fato que pode reforçar as explicações dos baixos valores obtidos para o adesivo OptiBond Solo *Plus* em dentina desmineralizada, devido à carga inorgânica presente em sua composição (TAB. 5), que conferiu à camada híbrida um maior módulo de elasticidade. Além destas propriedades dos monômeros resinosos presentes na composição do adesivo Single Bond, a presença de solventes como a água e o álcool podem ter interferido positivamente na obtenção de valores de adesão à dentina desmineralizada (TAB. 9), já que estes provavelmente tiveram ação determinante na reexpansão das fibras colágenas (NUNES *et al.*, 2001).

Em dentina hipermineralizada, não foi possível detectar diferenças significativas entre os três sistemas adesivos avaliados. Ambos sistemas *total-etch* utilizados neste estudo apresentaram menores valores de adesão à dentina hipermineralizada, quando comparados à dentina normal. No entanto, estes valores não foram estatisticamente significantes (TAB. 10).

Estes resultados não estão totalmente de acordo com o trabalho realizado por YOSHIYAMA *et al* (1995), que encontraram valores de adesão estatisticamente maiores para o adesivo autocondicionante Clearfil Liner Bond 2, quando em comparação com o adesivo *total-etch* Scotchbond Multi Purpose, o qual apresenta composição química – contendo ácido polialcenóico, além de solventes à base de água e etanol - semelhante ao sistema adesivo Single Bond. Contrariamente aos achados deste estudo, que observou um comportamento semelhante para o adesivo autocondicionante Clearfil Liner Bond 2V para

todos os níveis de mineralização dentinária, foi o adesivo *total-etch* Scotchbond Multi Purpose mostrou-se insensível aos diferentes substratos.

Para o sistema adesivo Single Bond, em dentina hipermineralizada, é possível especular que a presença do co-polímero polialcenóico presente em sua composição pode ter sido um fator determinante nos bons valores de adesão obtidos (TAB. 6). Este co-polímero, presente também em composições de ionômeros de vidro híbridos, como o Vitrebond, são responsáveis pela quelação de minerais, como o cálcio e o fosfato (MITRA, 1991). Sendo assim, em dentina hipermineralizada, mesmo que o condicionamento ácido não tenha sido suficientemente efetivo na exposição dos túbulos dentinários e da dentina intertubular, a presença de remanescentes minerais na superfície pode ter agido como mais um mecanismo de ancoragem para este adesivo, pois, além da infiltração e da união micromecânica, a quelação de remanescentes minerais pode ter funcionado como um coadjuvante na promoção da adesão.

Da mesma forma, em dentina hipermineralizada, o sistema adesivo OptiBond Solo Plus, com a adição de nanopartículas, apresentou altos valores de resistência a microtração (TAB. 10). Com o objetivo de possibilitar a infiltração das partículas por entre os espaços interfibrilares da dentina previamente condicionada, as cargas de sílica provavelmente agiram de maneira efetiva como um agente de reforço comparável aos cristais de hidroxiapatita na dentina não-desmineralizada. Além disso, uma camada de resina reforçada, nestas condições, pode vir a atuar resistindo às tensões de contração de polimerização, reduzindo a formação de *gaps* na camada híbrida (SANO *et al.*, 1995).

Os resultados do presente estudo não se mostram concordantes com os trabalhos de alguns autores (NAKAJIMA *et al.*, 2000; YOSHIYAMA *et al.*, 2000), que observaram um decréscimo significativo nos valores de adesão em dentina hipermineralizada quando comparada à dentina normal, tanto para adesivos *total-etch* como para adesivos autocondicionantes. Uma explicação para tais resultados pode ser devido ao fato de que estes autores trabalharam com lesões de cárie naturalmente formadas, ao contrário do presente estudo, em que as lesões foram artificialmente produzidas.

Sendo assim, a menor força de adesão observada em dentina afetada por cárie, nos estudos *in vivo*, pode estar relacionada à presença de substâncias depositadas na superfície dentinária ao longo dos anos, que podem comprometer o grau de conversão dos sistemas adesivos e das resinas durante o processo de polimerização (YOSHIYAMA *et al.*, 1995). Sabe-se que laboratorialmente torna-se impossível a simulação de todas as condições *in vivo*, não sendo viável a formação de uma dentina reparadora resultante da ação dos odontoblastos (BRÄNNSTRÖM, 1962; BRÄNNSTRÖM & GARBEROGLIO, 1968) que secretam mucopolissacarídeos que interferem na polimerização dos adesivos (YOSHIYAMA *et al.*, 1995).

Na tentativa de se explicar o possível déficit adesivo deste substrato, em lesões produzidas *in vivo*, alguns fatores podem ser agregados: 1) a inabilidade de condicionamento da superfície, em função da utilização de ácidos mais fracos - principalmente para adesivos autocondicionantes, 2) inabilidade de se remover os

depósitos minerais escleróticos que obliteram os túbulos dentinários, impossibilitando a devida formação de *tags* resinosos, 3) a presença de bactérias na camada resinosa podem induzir a defeitos que enfraquecem a força de união do adesivo polimerizado (DUKE & LINDERMUTH, 1990, 1991; GWINNETT & KANCA, 1992; HARNIRATTISAI *et al.*, 1993; VAN MEERBEEK *et al.*, 1994; MARSHALL Jr *et al.*, 2000; KWONG *et al.*, 2002).

Existem suposições que, na presença de uma superfície hipermineralizada com mais de 0,5 μm de espessura, torna-se difícil a formação de uma camada híbrida, quando da utilização de um adesivo autocondicionante, já que estes sistemas adesivos não conseguem penetrar por entre a superfície dentinária muito além dessa profundidade. Entretanto, os resultados deste trabalho mostraram que o adesivo autocondicionante Clearfil Liner Bond 2V mostrou-se tão efetivo quanto os demais sistemas estudados. Uma possível explicação é que o *primer* autocondicionante tenha se difundido pela matriz dentinária, desmineralizando parcialmente a superfície hipermineralizada e criando porosidades retentivas ao redor dos cristais. Sendo assim, apesar de não hibridizar dentina esclerótica completamente, a adesão a essa estrutura vai estar diretamente dependente da força de união da camada hipermineralizada à dentina hígida subjacente.

Os bons valores de adesão encontrados para o adesivo Clearfil Liner Bond 2V em dentina hipermineralizada neste estudo, também podem ser explicados, segundo NAKAJIMA *et al.* (1999) em função de uma maior permeabilidade da fase intertubular da dentina esclerótica. Esta se apresenta mais receptiva ao *primer* ácido dos adesivos autocondicionantes, que possuem um pH mais suave, presumivelmente porque a dentina

afetada por cárie, apesar de apresentar maior quantidade de minerais, já sofreu anteriormente um processo de desmineralização.

Além de contrariar algumas expectativas, frente aos resultados obtidos por estudos realizados em lesões naturais, nossos resultados mostraram-se contrários também aos encontrados por PERDIGÃO *et al.* (1994), que, assim como o presente estudo, avaliaram o comportamento de sistemas adesivos frente a diferentes níveis de mineralização dentinária. Como relatado anteriormente, o estudo conduzido por PERDIGÃO *et al.* (1994) utilizou-se de um modelo estático de produção de dentina desmineralizada e hipermineralizada. No presente estudo, foi utilizado um modelo dinâmico, que visa simular mais apropriadamente as condições encontradas na cavidade oral, conferindo resultados com uma maior correlação clínica.

No trabalho realizado por PERDIGÃO *et al.* (1994) uma explicação mais plausível para os baixos valores de união em dentina hipermineralizada, frente à dentina normal, para todos os sistemas adesivos avaliados, seria a da formação de um precipitado de minerais fracamente ligados à superfície dentinária, e não a formação de uma camada hipermineralizada, que pode ser mais facilmente obtida através das ciclagens dinâmicas de pH. Dessa forma, o precipitado mineral formado no método utilizado no pelo autor supracitado pode ter agido simplesmente como uma barreira mecânica à difusão dos monômeros resinosos, e não verdadeiramente como uma dentina hipermineralizada.

Um dos pré-requisitos básicos para a produção de uma efetiva adesão está na habilidade dos monômeros em penetrar eficazmente por entre a rede colágena exposta e a zona de dentina desmineralizada, na tentativa de encapsular as fibras colágenas e os cristais de hidroxiapatita até a base de dentina desmineralizada, produzindo assim uma camada híbrida devidamente polimerizada e durável (NAKABAYASHI *et al.*, 1982; NAKABAYASHI, 1992).

Esta zona de interdifusão resina/dentina pode ser conseguida através do condicionamento dentinário com ácidos, que inicialmente remove a *smear layer*, camada semipermeável de 0,5 a 0,2 μm de espessura, composta basicamente de colágeno desnaturado e cristais de hidroxiapatita (GWINNETT, 1994). Subseqüentemente, os ácidos provocam microporosidades na superfície dentinária, removendo cristais de hidroxiapatita e expondo as fibras colágenas e deixando espaços interfibrilares que poderão vir a ser preenchidos por monômeros resinosos (FUSAYAMA *et al.*, 1979; NAKABAYASHI *et al.*, 1982; VAN MEERBEEK *et al.*, 1993; PASHLEY, 1997). Dessa forma, confirma-se que a hibridização foi efetiva em dentina normal, quando da utilização dos sistemas adesivos Single Bond e OptiBond Solo *Plus*, que, apesar de apresentarem mecanismos de ação distintos, principalmente em função da sua composição, baseiam-se no condicionamento ácido dental.

Neste estudo, em dentina normal, estes sistemas adesivos não diferiram estatisticamente entre si, apesar dos valores promovidos pelo sistema Single Bond (31,05 MPa) serem relativamente maiores que os do adesivo OptiBond Solo *Plus* (24,49 MPa). Por

consequente, os valores obtidos pelo sistema adesivo Clearfil Liner Bond 2V não diferiram estatisticamente dos obtidos para o adesivo OptiBond Solo *Plus*, mas foram estatisticamente menores que os encontrados para o adesivo Single Bond.

Todavia, quando foi utilizado o sistema adesivo autocondicionante Clearfil Liner Bond 2V, os resultados demonstraram valores de resistência adesiva numericamente inferiores aos adesivos *total-etch* (TAB. 8). Estes resultados estão de acordo com os resultados encontrados por NAKAJIMA *et al.* (2000), PEREIRA *et al.* (2001) e HASHIMOTO *et al.* (2001), que encontraram maiores valores de adesão à dentina normal para os sistemas adesivos *total-etch*, quando comparados aos sistemas adesivos autocondicionantes. Contudo, em um estudo realizado por TANUMIHARJA *et al.* (2000), o sistema adesivo Clearfil Liner Bond 2V, quando comparado a outros seis sistemas adesivos que se utilizam condicionamento ácido, apresentou os mais efetivos valores de adesão, fato que contraria os achados do presente estudo.

Este sistema adesivo é aplicado em duas etapas, por ser composto por um *primer* ácido obtido através da mistura de dois frascos, e uma resina fluida com baixo conteúdo de carga. Sendo assim, este adesivo concomitantemente condiciona e atua como um *primer* na superfície dentinária. A utilização de um *primer* à base de Phenyl-P à 20% e HEMA limita a profundidade de desmineralização dentinária a no máximo 1µm em dentina normal, já que os efeitos iônicos das altas concentrações de cálcio e fosfato tendem a limitar a capacidade de dissolução da apatita, por ação de tamponamento. Em função do *primer* não ser removido, os íons cálcio e fosfato que são solubilizados a partir

da apatita ficam suspensos juntamente com os solventes HEMA, álcool e água provenientes do *primer*. Quando estes solventes são eliminados com jatos de ar, a concentração desses íons excede o produto de solubilidade e permanecem precipitados na superfície dentinária.

A subsequente aplicação do adesivo à base de HEMA, sílica coloidal e dimetacrilatos, provavelmente não consegue fazer com que estes componentes penetrem adequadamente por entre a superfície pré-condicionada, preenchendo somente alguns espaços deixados pela aplicação do *primer*, além de prover radicais livres para a polimerização (YOSHIYAMA *et al.*, 1995). A capacidade tampão inerente ao substrato dentinário e a *smear layer*, bem como a não remoção dos íons solubilizados, levam a pequena profundidade de desmineralização (ITOU *et al.*, 1994; TAY *et al.*, 2000). As camadas híbridas formadas, quando da aplicação deste tipo de sistema adesivo, com uma qualidade provavelmente pouco homogênea, pode ser uma das possíveis explicações para as médias de resistência à união estatisticamente inferiores encontradas no presente estudo.

Diferenças nas metodologias utilizadas nos estudos de adesão podem explicar a falta de consenso nos resultados encontrados na literatura. A avaliação da performance dos mais diversos sistemas adesivos, através de técnicas laboratoriais como a microtração, apresenta limitações inerentes à técnica, que devem ser conscienciosamente levados em consideração, já que os valores encontrados por estudos *in vitro* não são completamente representativos da real condição clínica. Além disso, essa problemática também ocorre

quando se trabalha na avaliação do substrato dentinário, por se tratar de um tecido de difícil manipulação para a obtenção de corpos-de-prova com formato adequado às particularidades de execução de muitos ensaios mecânicos.

Em vista dos aspectos discutidos e dentro das condições experimentais do presente estudo, observou-se que, quando da adesão em dentina normal, bons resultados de adesão são fornecidos com a utilização de adesivos que se baseiam no condicionamento ácido dentinário. Em contrapartida, adesivos autocondicionantes podem ser uma ótima alternativa frente a substratos desmineralizados. Por outro lado, frente à dentina hipermineralizada, todos os sistemas adesivos avaliados comportaram-se de modo semelhante, fornecendo bons valores de adesão.

Assim sendo, não se constatou um benefício claro advindo da utilização de um único sistema adesivo em todos os níveis de mineralização dentinária. Trabalhos adicionais sobre o efeito destes adesivos em substratos dentais obtidos num modelo *in situ*, ou em dentes extraídos podem fornecer dados complementares para a avaliação mais ampla da qualidade da adesão promovida em substratos clinicamente relevantes. Estudos longitudinais também seriam desejáveis, embora o longo período de acompanhamento ou armazenamento requerido para a avaliação da qualidade da interface adesiva possa inviabilizar a obtenção de resultados a curto prazo. De qualquer maneira, todo o conjunto de características físico-químicas e biológicas da superfície dentinária a ser restaurada deve ser considerada na análise do benefício de qual o melhor sistema adesivo a ser aplicado.

A maior recompensa do nosso trabalho não é o que nos pagam por ele,
mas aquilo em que ele nos transforma.
John Ruskin

7. CONCLUSÃO



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

- 1) Não foi possível observar um benefício claro advindo da utilização de um único sistema adesivo em todos os níveis de mineralização dentinária;
- 2) O grau de mineralização do substrato dentinário pode afetar a performance dos sistemas adesivos;
- 3) No que concerne à dentina normal, os sistemas adesivos que empregam a técnica de condicionamento ácido da dentina, Single Bond e OptiBond Solo *Plus*, apresentaram os melhores resultados de resistência adesiva;
- 4) Frente ao substrato dentinário desmineralizado, a presença de partículas nanométricas de carga - como no sistema adesivo OptiBond Solo *Plus* - pode comprometer os resultados de adesão;

5) Já na dentina hipermineralizada, independentemente do método de condicionamento dentinário – através da utilização de ácido fosfórico ou de *primers* ácidos - não foi possível constatar diferenças na performance dos adesivos estudados, pois todos se comportaram de maneira semelhante.

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

Se você rouba idéias de um autor, é plágio.
Se você rouba de muitos autores, é pesquisa.
Wilson Mizner

8. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

De acordo com a NBR- 6023 de 1989, da Associação Brasileira de Normas Técnicas (ABNT). Abreviaturas de periódicos em conformidade com o *Word List of Scientific Periodicals*.

ARMSTRONG, S.R.; BOYER, D.B.; KELLER, J.C. Microtensile bond strength testing and failure analysis of two dentin adhesives. *Dent Mater*, Washington, v. 14, n. 5, p. 471-474, May, 1998.

ASMUSSEN, E.; MUNKSGAARD, E.C. Formaldehyde as bonding agent between dentin and restorative resins. *Scand J Dent Res*, Copenhagen, v. 92, n. 5, p. 480-483, Oct, 1984.

BARATIERI, L.N.; DE ANDRADA, M.A.; MONTEIRO JUNIOR, S.; RITTER, A.V. Direct posterior composite resin restorations: current for technique. *Pract Periodontics Aesthet Dent*, v. 10, n. 7, p. 875-886, Sep, quiz 888, 1998.

BOWEN, R.L. Adhesive bonding of various materials to hard tooth tissues V. The effect of a surface-active comonomer on adhesion to diverse substrates. *J Dent Res*, Washington, v. 44, n. 6, p. 1369-1373, Nov-Dec, 1965.

BOWEN, R.L.; COBB, E.N.; RAPSON, J.E. Adhesive bonding of various materials to hard tooth tissues: improvement in bond strength to dentin. *J Dent Res*, Washington, v. 61, n. 9, p. 1070-1076, Sep, 1982.

BRÄNNSTRÖM, M. Observations on exposed dentine and the corresponding pulp tissue. *Odontol Revy*, v. 13, p. 235-245, 1962.

BRÄNNSTRÖM, M. The effect of dentin dessication and aspirated odontoblasts on the pulp. *J Prosthet Dent*, v. 20, n. 2, p. 165-171, Aug, 1968.

BRÄNNSTRÖM, M.; GARBEROGLIO R. Occlusion of dentinal tubules under superficial attrited dentine. *Swed Dent J*, v. 4, n. 3, p. 87-91, 1980.

BRÄNNSTRÖM, M. Dentin and pulp in restorative dentistry. Nacka, Sweden: Dental Therapeutics AB; p. 9-24, 1982.

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.849-53, Dec, 1955.

BUONOCORE, M.G.; WILEMAN, W.; BRUDEVOLD, F. A report on a resin composition capable of bonding to human dentin surfaces. *J Dent Res*, Washington, v. 35, n. 6, p. 394-398, Dec, 1956.

CARDOSO, P.E.C.; BRAGA, R.R.; CARRILHO, M.R.O. Evaluation of micro-tensile, shear and tensile tests determining the bond strength of three adhesive systems. *Dent Mater*, Washington, v. 14, n. 6, p. 394-398, May, 1999.

CARVALHO, R.M.; YOSHIYAMA, M.; HORNER, J.A.; PASHLEY, D.H. Bonding mechanism of Variglass to dentin. *Am J Dent*, San Antonio, v. 8, n. 5, p. 253-258, Oct, 1995.

- CHAPPELL, R.; SCHREINER, R.; GLAROS, A.; EICK, J. Pilot study to determine sample size for micro-tensile testing. II. J Dent Res, Washington, v. 76, p. 38, Mar, 1997. (Special Issue IADR / Abstr. n. 193)
- CURY, J.A. Uso do flúor. //n: BARATIERI, L.N. et al. Dentística, procedimentos preventivos e restauradores. 2 ed. São Paulo: Quintessence, 1992, p. 43-68.
- DUKE, E.S.; LINDERMUTH, J. Polymeric adhesion to dentin: contrasting substrates. Am J Dent, San Antonio, v.3, n. 6, p.264-270, Dec, 1990.
- DUKE, E.S.; LINDERMUTH, J. Variability of clinical dentin substrates. Am J Dent, San Antonio, v.4, n. 5, p.241-246, Oct, 1991.
- ELDERTON, R.J. New approaches to cavity design. Br Dent J, London, v.157, n. 12, p.421-427, Dec, 1984.
- ERICKSON, R.L. Mechanism and clinical implications of bond formation for two dentin bonding agents. Am J Dent, San Antonio, v. 2, Spec No., p. 117-123, Jul, 1989.
- FEATHERSTONE, J.D.B. et al. Enhancement of remineralization in vitro and in vivo. In: LEACH, S.A. Factors relating to demineralization and remineralization of the teeth. Oxford: IRL Press Limited, p. 23-34, 1986.
- FOGEL, H.M.; MARSHALL, F.J.; PASHLEY, D.H. Effects of distance from the pulp and thickness on the hydraulic conductance of human radicular dentin. J Dent Res, Washington, v.67, n.11, p.1381-1385, Nov, 1988.
- FORSS, H.; SEPPÄ, L. Prevention of enamel demineralization adjacent to glass ionomer filling materials. Scand J Dent Res, v. 98, n. 2, p. 173-178, Apr, 1990.

- FRANKENBERGER, R.; PERDIGÃO, J.; ROSA, B.T.; LOPES, M. No-bottle " vs "multi-bottle" dentin adhesives - a microtensile bond strength and morphological study. *Dent Mater*, Washington, v. 17, n. 5, p. 373-380, Sep, 2001.
- FUSAYAMA, T.; NAKAMURA, M.; KUROSAKI, N.; MASAAKI, I. Non-pressure adhesion of a new adhesive restorative resin. *J Dent Res*, Washington, v. 58, n. 4, p. 1364-1370, Apr., 1979.
- GARBEROGLIO, R.; BRÄNNSTRÖM, M. Scanning electron microscopic investigation of human dentinal tubules. *Arch Oral Biol*, Oxford, v. 21, n. 6, p. 355-362, June, 1976.
- GRIFFITH, A.A. The phenomena of rupture and flow in solids. *Phil Trans Roy Soc London*, v. A221, p. 308-311, 1920.
- GWINNETT, A.J.; MATSUI, A. A study of enamel adhesives. The physical relationship between enamel and adhesive. *Arch Oral Biol*, Oxford, v.12, n. 12, p.1615-20, Dec, 1967.
- GWINNETT, A.J.; JENDRESEN, M.D. Micromorphologic features of cervical erosion after acid conditioning and its relation with composite resin. *J Dent Res*, Washington, v. 57, n. 4, p. 543-547, Apr, 1978.
- GWINNETT, A.J.; KANCA, J. Interfacial morphology of resin composite and shiny erosion lesions. *Am J Dent*, San Antonio, v. 5, n. 6, p. 315-317, Dec, 1992.
- GWINNETT, A.J. A new method to test the cohesive strength of dentin. *Quintessence Int*, Berlin, v. 25, n. 3, p. 215-218, Mar, 1994.

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

HARNIRATTISAI, C.; INOKOSHI, S.; SHIMADA, Y.; HOSODA, H. Interfacial morphology of an adhesive composite resin and etched caries affected dentin. *Oper Dent*, Seattle, v. 17, n. 6, p. 222-228, Nov-Dec, 1992.

HARNIRATTISAI, C.; INOKOSHI, S.; SHIMADA, Y.; HOSODA, H. Adhesive interface between dentin and dentin bonding systems revealed using argon ion beam etching. *Oper Dent*, Seattle, v. 18, n. 4, p. 8-16, Jul-Ago, 1993.

HASHIMOTO, M.; OHNO, H.; KAGA, M.; ENDO, K.; SANO, H.; OGUSHI, H. Fractographical analysis of resin-dentin bonds. *Am J Dent*, San Antonio, v. 14, n. 6, p. 355-360, Dec, 2001.

HEILMAN, J.R.; JORDAN, T.H.; WARWICK, R.; WEFEL, J.S. Remineralization of root surfaces demineralized in solutions of differing fluoride levels. *Caries Res*, Basel, v. 31, n. 6, p. 423-428, 1997.

HERKSTRÖTER, F.M.; WITJES, M.; ARENDS, J. Demineralization of human dentine compared with enamel in a pH-cycling apparatus with a constant composition during de- and remineralization periods. *Caries Res*, Basel, v. 25, n. 5, p. 317-322, 1991.

HEYMANN, H.O.; BAYNE, S.C. Current concepts in dentin bonding: Focusing on dentinal adhesion factors. *J Am Dent Assoc*, Chicago, v. 124, n. 5, p. 27-36, May, 1993.

IJIMA, Y.; RUBEN, J.L.; ZUIDGEEST, T.G.M.; ARENDS, J. Fluoride and mineral content in hyper-remineralized coronal bovine dentine in vitro after acid challenge. *Caries Res*, Basel, v. 27, n. 2, p. 106-110, 1993.

- INABA, D.; UJIMA, Y.; TAKAGI, O.; RUBEN, J.; ARENDS, J. The influence of air-drying on hyper-remineralization of demineralized dentine: a study on bulk as well as on thin wet section of bovine dentine. *Caries Res*, Basel, v. 29, n. 3, p. 231-236, 1995.
- ITOU, K.; TORII, Y.; SUZUKI, K.; NAKAI, H.; INOUE, K. Adhesion of restorative resin to tooth – Adhesion promoted by Liner Bond II. *J Adhes Dent*, Berlin, v. 12, p. 174-181, 1994.
- KANCA III, J. Resin bonding to wet substrate. I. Bonding to dentin. *Quintessence Int*, Berlin, v. 23, n. 1, p. 39-41, Jan, 1992.
- KIMOCHI, T.; YOSHIYAMA, M.; URAYAMA, A.; MATSUO, T. Adhesion of a commercial self-etching/self-priming bonding resin to human caries-infected dentin. *Dent Mater J*, v. 18, n. 4, p. 437-443, Dec, 1999.
- KLONT, B.; TEN CATE, J.M. Remineralization of bovine incisor root lesions in vitro: the role of the collagenous matrix. *Caries Res*, Basel, v. 25, n. 1, p. 39-45, 1991.
- KRAMER, I.R.H.; McLEAN, J.W. Alterations in the staining reactions of dentine resulting from a constituent of a new self-polymerizing resin. *Br Dent J*, London, v. 93, n. 6, p. 150-153, Sep., 1952.
- KWONG, S.M.; CHEUNG, G.S.P.; KEI, L.H.; ITTHAGARUN, A.; SMALES, R.J.; TAY, F.R.; PASHLEY, D.H. Micro-tensile bond strengths to sclerotic dentin using a self-etching and a total-etching technique. *Dent Mater*, Washington, v. 18, n. 5, p. 359-369, Jul, 2002.
- LEINFELDER, K.F. New developments in resin restorative systems. *J Am Dent Assoc*, Chicago, v. 128, n. 5, p. 573-581, May, 1997. Review.

- LEVITH, L.C.; BADER, J.D.; SHUGARS, D.A.; HEYMANN, H.O. Non-carious cervical lesions. *J Dent, Oxford*, v. 22, n. 4, p. 195-207, Ago, 1994. Review.
- MARSHALL Jr, G.W. Dentin: microestrutura and characterization. *Quintessence Int, Berlin*, v. 24, n. 9, p. 606-617, Sep., 1993.
- MARSHALL Jr, G.W.; MARSHALL, S.J.; KINNEY, J.H.; BALOOCH, M. The dentin substrate: structure and properties related to bonding. *J Dent, Oxford*, v. 25, n. 6, p. 441-458, Nov, 1997.
- MARSHALL Jr, G.W.; CHANG, Y.J.; SAEKI, K.; GANSKY, S.A.; MARSHALL, S.J. Citric acid etching of cervical sclerotic dentin lesions: An AFM study. *J Biomed Mater Res, New York*, v. 49, n. 1, p. 338-344, Jan, 2000.
- MITRA, S.B. Adhesion to dentin and physical properties of a light cured glass-ionomer liner/base. *J Dent Res, Washington*, v. 70, n. 1, p. 72-74, Jan, 1991.
- MJÖR, I.A.; PINDBORG, J.J. The mineralized tissues; An introduction with emphasis on techniques suitable for studies of tooth structure. In: *Histology of the human tooth*; Copenhagen, Munksgaard, cap. 1, p. 7-21, 1973.
- MUENCH, A. Retenção de resina composta em função do método de aplicação da solução ácida, da orientação dos esforços e da refixação. *Rev Assoc Paul Cir Dent, São Paulo*, v. 30, n. 6, p. 299-302, Set/Out, 1976.
- MUNKSGAARD, E.C.; ASMUSSEN, E. Bond strength between dentin and restorative resins mediated by mixtures of HEMA and glutaraldehyde. *J Dent Res, Washington*, v. 63, n. 8, p. 1087-1089, Aug, 1984.

- MUNKSGAARD, E.; IRIE, M.; ASMUSSEN, E. Dentin-polymer bond promoted by Gluma and various resins. *J Dent Res*, Washington, v. 64, n. 12, p. 1409-1411, 1985.
- NAKABAYASHI, N. Resin reinforced dentine due to infiltration of monomers into dentine at the adhesive interfaces. *J Jpn Dent Mater*, v 1, p. 78-81, 1982.
- NAKABAYASHI, N.; KOJIMA, K.; MASUHARA, E. The promotion of adhesion by infiltration of monomers into tooth substrates. *J Biomed Mater Res*, New York, v 16, n. 3, p. 265-273, May, 1982.
- NAKABAYASHI, N. Adhesive bonding with 4-META. *Oper Dent*, Seattle, suppl 5, p. 125-130, 1992.
- NAKABAYASHI, N.; WATANABE, A.; ARAO, T. A tensile test to facilitate identification of defects in dentin bonded specimens. *J Dent*, Oxford, v. 26, n. 4, p. 379-385, May, 1998.
- NAKAJIMA, M.; SANO, H.; BURROW, M.F.; TAGAMI, J.; YOSHIYAMA, M.; EBISU, S.; CIUCCHI, B.; RUSSEL, C.M.; PASHLEY, D.H. 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.
- NAKAJIMA, M.; SANO, H.; ZHENG, L.; TAGAMI, J.; PASHLEY, D.H. Effect of moist vs. dry bonding to normal vs. caries-affected dentin with Scotchbond Multi-Purpose Plus. *J Dent Res*, Washington, v. 78, n.7, p. 1298-1303, 1999a.
- NAKAJIMA, M.; OGATA, M.; OKUDA, M.; TAGAMI, J.; SANO, H.; PASHLEY, D.H. Bonding to caries-affected dentin using self-etching primers. *Am J Dent*, San Antonio, v. 12, n. 6, p. 309-314, Dec, 1999b.

- NAKAJIMA, M.; SANO, H.; URABE, I.; TAGAMI, J.; PASHLEY, D.H. Bond strength of single-bottle dentin adhesives to caries-affected dentin. *Oper Dent*, Seattle, v. 25, n. 1, p. 2-10, Jan-Feb, 2000.
- NAKAJIMA, M.; KANEMURA, N.; PEREIRA, P.N.R.; TAGAMI, J.; PASHLEY, D.H. Comparative microtensile bond strength and SEM analysis of bonding to wet and dry dentin. *Am J Dent*, San Antonio, v. 13, n. 6, p. 324-328, Dec, 2000.
- NAKAMICHI, I.; IWAKU, M.; FUSAYAMA, T. Bovine teeth as possible substitutes in the adhesion test. *J Dent Res*, Washington, v. 62, n. 10, p. 1076-1081, Oct, 1983.
- NUNES, M.F.; SWIFT Jr, E.J.; PERDIGÃO, J. Effects of adhesive composition on microtensile bond strength to human dentin. *Am J Dent*, San Antonio, v. 14, n. 6, p. 340-343, Dec, 2001.
- ÖILO, G. Bond strength testing – what does it mean. *Int Dent J*, London, v. 43, n. 5, p. 492-498, Oct, 1993.
- OLSSON, S.; ÖILO, G.; ADAMCZAK, E. The structure of dentin surfaces exposed for bond strength measurements. *Scand J Dent Res*, Copenhagen, v. 101, n. 3, p. 180-184, Jun, 1993.
- OKUDA, M.; PEREIRA, P.N.R.; NAKAJIMA, M.; TAGAMI, T.; PASHLEY, D.H. Long-term durability of resin dentin interface: nanoleakage vs microtensile bond strength. *Oper Dent*, Seattle, v. 27, n. 3, p. 289-296, May-June, 2002.

- PASHLEY, D.H.; OKABE, A.; PARHAM, P. The relationship between dentin microhardness and tubule density. *Endod Dent Traumat*, Copenhagen, v. 1, n. 5, p. 176-179, Sep./Out., 1985.
- PASHLEY, D.H. Dentin: a dynamic substrate – a review. *Scanning Microsc*, v. 3, n. 1, p. 161-176, Mar, 1989.
- PASHLEY, D.H.; SANO, H.; CIUCCHI, B.; YOSHIYAMA, M.; CARVALHO, R.M. Adhesion testing of dentin bonding agents: A review. *Dent Mater*, Washington, v. 11, n. 2, p. 117-125, Mar, 1995a.
- PASHLEY, D.H. et al. Bond strength versus dentine structure: a modelling approach. *Arch Oral Biol*, Oxford, v. 25, n. 12, p. 1109-1118, Dec, 1995b.
- PASHLEY, D.H.; CARVALHO, R.M. Dentine permeability and dentin adhesion. *J Dent*, Oxford, v. 25, n. 5, p. 355-372. Sep-Oct., 1997.
- PASHLEY, D.H.; CARVALHO, R.M.; SANO, H.; NAKAJIMA, M.; YOSHIYAMA, M.; SHONO, H.; FERNANDES, C.A.; TAY, F. The micro-tensile bond test: a review. *J Adhes Dent*, Berlin, v. 1, n. 4, p. 299-309, Oct/Nov/Dec, 1999.
- PAUL, S.J.; WELTER, D.A.; GHAZI, M.; PASHLEY, D.H. Nanoleakage at the dentin adhesive interface vs μ -tensile bond strength. *Oper Dent*, Seattle, v. 24, n. 3, p. 181-188, May-June, 1999.
- PERDIGÃO, J.; SWIFT JR, E.J.; DENEHY, G.E.; WEFEL, J.S.; DONLY, K.J. In vitro bond strengths and SEM evaluation of dentin bonding systems to different dentin substrates. *J Dent Res*, Washington, v. 73, n. 1, p. 44-55, Jan., 1994.

- PERDIGÃO, J.; RAMOS, J.C.; LAMBRECHTS, P. *In vitro* relationship between human dentin and one-bottle dental adhesives. *Dent Mater*, Washington, v. 13, n. 4, p. 218-227, Jul, 1997.
- PERDIGÃO, J.; FRANKENBERGER, R.; ROSA, B.T.; BRESCHI, L. New trends in dentin/enamel adhesion. *Am J Dent*, San Antonio, v. 13, Spec Issue, p. 25D-30D, Nov, 2000.
- PERINKA, L.; SANO, H.; HOSODA, H. Dentin thickness, hardness, and Ca-concentration vs bond strength of dentin adhesives. *Dent Mater*, Washington, v. 8, n. 4, p. 229-233, Jul., 1992.
- PIMENTA, L.A.F. et al. Inhibition of demineralization *in vitro* around amalgam restorations. *Quintessence Int*, Berlin, v. 29, n. 6, p. 363-367, June, 1998.
- PHRUKKANON, S.; BURROW, M.F.; TYAS, M.J. Effect of cross-sectional surface area on bond strengths between resin and dentin. *Dent Mater*, Washington, v. 14, n. 3, p. 120-128, Mar, 1998a.
- PHRUKKANON, S.; BURROW, M.F.; TYAS, M.J. The influence of cross-sectional shape and surface area on the microtensile bond test. *Dent Mater*, Washington, v. 14, n. 3, p. 212-221, June, 1998b.
- PHRUKKANON, S.; BURROW, M.F.; TYAS, M.J. The effect of dentine location and tubule orientation on the bond strengths between resin and dentin. *J Dent*, Oxford, v. 27, n. 4, p. 265-274, May, 1999.
- RETIEF, D.H.; AUSTIN, J.C.; FATTI, L.P. Pulpal response to phosphoric acid. *J Oral Pathol*, v. 3, n. 3, p. 114-122, 1974.

- SANO, H.; SHONO, T.; SONODA, H.; TAKATSU, T.; CIUCCHI, B.; CARVALHO, R.M.; PASHLEY, D.H. 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, June, 1994.
- SANO, H.; SHONO, T.; TAKATSU, T.; HOSODA, H. Microporous dentin zone beneath resin-impregnated layer. *Oper Dent*, Seattle, v. 19, n. 2, p. 59-64, Mar-Apr, 1994.
- SANO, H.; YOSHIYAMA, M.; EBISU, S.; BURROW, M.F.; TAKATSU, T.; CIUCCHI, B.; CARVALHO, R.M.; PASHLEY, D.H. Comparative SEM and TEM observations of nanoleakage within the hybrid layer. *Oper Dent*, Seattle, v. 20, n. 4, p. 160-167, Jul-Aug, 1995.
- SANO, H.; YOSHIKAWA, T.; PEREIRA, P.N.R.; KANEMURA, N.; MORIGAMI, M.; TAGAMI, J.; PASHLEY, D.H. Long-term durability of dentin bonds made with a self-etching primer, *in vivo*. *J Dent Res*, Washington, v. 78, n. 4, p. 906-911, Apr, 1999.
- SCHILKE, R.; LISSON, J.A.; BAUB, O.; GEURTSSEN, W. Comparison of the number and diameter of dentinal tubules in human and bovine dentine by scanning electron microscopic investigation. *Arch Oral Biol*, Oxford, v. 45, n. 5, p. 355-361, May, 2000.
- SCHREINER, R.F.; CHAPPELL, R.P.; GLAROS, A.G.; EICK, J.D. Microtensile testing of dentin adhesives. *Dent Mater*, Washington, v. 14, n. 3, p. 194-201, June, 1998.
- SERRA, M.C. Estudo *in vitro* do desenvolvimento de cárie em esmalte adjacente a materiais restauradores contendo flúor. In: Tese de doutorado apresentada a FOB-USP, p.3, 1995.

- SERRA, M.C.; CURY, J.A. The *in vitro* effect of glass ionomer cement restoration on enamel subjected to a demineralization and remineralization model. Quintessence Int, Berlin, v. 23, n. 2, p. 143-147, Feb, 1992.
- SHINKAI, R.S.; CURY, A.A.D.B.; CURY, J.A.. In vitro evaluation of secondary caries development in enamel and root dentin around luted mettalic restorations. Oper Dent, Seattle, v. 26, n. 1, p. 52-59, Jan-Feb, 2001.
- SHONO, Y.; OGAWA, T.; TERASHITA, M.; CARVALHO, R.M.; PASHLEY, E.L.; PASHLEY, D.H. Regional measurement of resin-dentin bonding as an array. J Dent Res, Washington, v. 78, n. 2, p. 699-705, Feb, 1999.
- SIDHU, S.K., SOH, G., HENDERSON, L.J. Effect of dentin age on effectiveness of bonding agents. Oper Dent, Seattle, v. 16, n. 6, p. 218-222, Nov-Dec, 1991.
- SÖDERHOLM, K.J. Correlation of *in vivo* and *in vitro* performance of adhesive restorative materials: a report of the ASC MD156 Task group on test methods for the adhesion of restorative materials. Dent Mater, Oxford, v. 7, n.2, p. 74-83, Apr, 1991.
- STANLEY, H.R.; GOING, R.E.; CHAUNCEY, H.H. Human pulp response to acid pretreatment of dentin and to composite restoration. J Am Dent Assoc, Chicago, v. 91, n. 4, p. 817-825, Oct, 1975.
- SUGA, S.; KONDO, M.; ONODERA, A.; KUBOTA, Y.; OHTSUKA, M. Electron microprobe analyses on the distributions of Cl, Mg and Na in the enamels of various animals. Jpn J Oral Biol, v. 13, p. 85-94, 1971.
- SUZUKI, J.; FINGER, W.J. Dentin adhesives: Site of dentin *versus* bonding of composite resins. Dent Mater, Oxford, v. 4, p. 379-383, 1986.

- SWIFT JR., E.J.; TRIOLO JR., P.T. Bond strengths of Scotchbond Multi Purpose to moist dentin and enamel. *Am J Dent*, San Antonio, v. 5, n. 6, p. 318-320, Dec, 1992.
- SWIFT JR., E.J.; PERDIGÃO, J.; HEYMANN, H.O. Bonding to enamel and dentin: a brief story and state of the art. *Quintessence Int*, Berlin, v. 26, n. 2, p. 95-110, Feb, 1995.
- SWIFT JR., E.J.; BAYNE, S.C. Shear bond strength of a new one-bottle dentin adhesive. *Am J Dent*, San Antonio, v. 10, n. 4, p. 184-188, Aug, 1997.
- TAKUMA, S. Electron microscopy of the structure around the dentinal tubule. *J Dent Res*, Washington, v. 39, p. 973-981, 1960.
- TANTBIROJN, D.; CHENG, Y.S.; VERSLUIS, A.; HODJES, J.S.; DOUGLAS, W.H. Nominal shear or fracture mechanics in the assesment of composite-dentin adhesion? *J Dent Res*, Washington, v. 79, n. 1, p. 41-48, Jan, 2000.
- TANUMIHARJA, M.; BURROW, M.F.; TYAS, M.J. Microtensile bond strengths of seven dentin adhesive systems. *Dent Mater*, Washington, v. 16, n. 3, p. 180-187, May, 2000.
- TAY, F.R.; MOULDING, K.M.; PASHLEY, D.H. Distribution of nanofillers from a simplified-step adhesive in acid-conditioned dentin. *J Adhes Dent*, Berlin, v. 2, p. 103-117, 1999.
- TAY, F.R.; SANO, H.; CARVALHO, R.M.; PASHLEY, E.L.; PASHLEY, D.H. An ultrastructural study of the influence of self-etching primers and smear layer thickness on bonding to intact dentin. *J Adhes Dent*, Berlin, v. 2, n. 2, p. 83-98, Summer, 2000.
- TEN CATE, J.M.; DUJSTERS, P.P.E. Alternating demineralization and remineralization of artificial enamel lesions. *Caries Res*, Basel, v. 16, n. 3, p. 201-210, 1982.

TEN CATE, J.M. Oral histology: development, structure and function. 3rd ed. St. Louis, MO: The C.V. Mosby Company, pp. 157-196, 1989.

TEN CATE, J.M. *In situ* models: physico-chemical aspects. Adv Dent Res, Washington, v. 8, n. 2, Jul, 1994. Review.

TEN CATE, J.M.; BUIJS, M.J.; DAMEN, J.J.M. The effects of GIC restorations on enamel and dentin remineralization. Adv Dent Res, Washington, v. 9, n. 4, p.384-402, Dec, 1995.

TEN CATE, J.M.; DAMEN, J.J.M.; BUIJS, M.J. Inhibition of dentin demineralization by fluoride *in vitro*. Caries Res, Basel, v. 32, n. 2, p. 141-147, 1998.

TORNEY, D.L. The retentive ability of acid-etched dentin. J Prosthet Dent, Saint Louis, v. 39, n. 2, p. 169-172, Feb, 1978.

VAN MEERBEEK, B.; DHEM, A.; GORET-NICAISE, M.; BRAEM, M.; LAMBRECHTS, P.; VANHERLE, G. Comparative SEM and TEM examination of the ultrastructure of the resin-dentin interdiffusion zone. J Dent Res, Washington, v. 72, n. 2, p. 495-501, Feb, 1993.

VAN MEERBEEK, B.; DHEM, A.; BRAEM, M.; LAMBRECHTS, P.; VANHERLE, G. Morphological characterization of the interface between resin and sclerotic dentin. J Dent, Oxford, v. 22, n. 3, p. 141-146, Jun, 1994.

VAN NOORT, R.; NOROOZI, S.; HOWARD, I.C.; CARDEW, G. A critique of bond strength measurements. J Dent, Oxford, v. 17, n. 2, p. 61-67, 1989.

- VAN NOORT, R.; CARDEW, G.E.; HOWARD, I.C.; NOROOZI, S. The effect of local interfacial geometry on the measurement of the tensile bond strength to dentin. *J Dent Res*, Washington, v. 70, n. 5, p. 889-893, May, 1991.
- VASILADIS, L.; DARLING, A.I.; LEVERS, B.G.H. The histology of sclerotic root dentin. *Archs Oral Biol*, Oxford, v. 28, n. 8, p. 693-700, 1983.
- VIEIRA, S.; HOFFMANN, R. *Estatística experimental*. São Paulo: Atlas, 1989. 179p.
- VOJINOVIC, O.; NYBORG, H.; BRÄNNSTRÖM, M. Acid treatment of cavities under resin fillings: bacterial growth in dentinal tubules and pulp reaction. *J Dent Res*, Washington, v. 52, n. 6, p. 1189-1193, Nov-Dec, 1973.
- WATANABE, I.; NIKAIIDO, T.; NAKABAYASHI, N. Effect of adhesion promoting monomers on adhesion to ground dentin. *J Jpn Soc Dent Mater Dev*, v. 9, n. 6, p. 888-893, Nov, 1990.
- WATANABE, I.; NAKABAYASHI, N. Bonding durability of photocured phenyl-P in TEGDMA to smear layer-retained bovine dentin. *Quintessence Int*, Berlin, v. 24, n. 5, p. 335-342, May, 1993.
- 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. 1212-1220, Jun, 1994.
- WATANABE, L.G.; MARSHALL JUNIOR, G.W.; MARSHALL, S.J. Dentin shear strength: effects of tubule orientation and intratooth location. *Dent Mater*, Oxford, v. 12, n. 2, p. 109-115, Mar., 1996.

- WEFEL, J.S.; JANSEN, M.D.; TRIOLO, P.T.; FALLER, R.V.; HOGAN, M.M.; BOWMAN, W.D. De / remineralization from sodium fluoride dentifrices. *Am J Dent*, San Antonio, v. 8, n. 4, p. 217-220, Aug, 1995.
- WEBER, D.F. Human dentin sclerosis: A microradiographic survey. *Archs Oral Biol*, Oxford, v. 19, p. 163-169, 1974.
- WHITE, D.J. The comparative sensitivity of intra-oral, *in vitro*, and animal models in the 'profile' evaluation of topical fluorides. *J Dent Res*, Washington, v. 71, p. 884-894, Apr, 1992. (Special Issue)
- YAGI, T.; SUGA, S. SEM investigations on the human sclerosed dentinal tubules. *Shigaku*, v. 78, p. 313-337, 1990.
- YOSHIKAWA, T. et al. Effect of C-factor and depth on bond strength to dentin. *J Dent Res*, v. 76, p. 39, 1997. (Special Issue / Abstr. n. 201)
- YOSHIYAMA, M.; MASADA, J.; UCHIDA, A.; ISHIDA, H. Scanning electron microscope characterization of sensitive vs insensitive human radicular dentine. *J Dent Res*, Washington, v. 68, n. 11, p. 1498-1502, Nov, 1989.
- YOSHIYAMA, M.; CARVALHO, R.M.; SANO, H.; HORNER, J.A.; PASHLEY, D.H. Regional bond strengths of resins to human root dentin. *J Dent*, Oxford, v. 24, n. 6, p. 435-442, Nov, 1996.
- YOSHIYAMA, M.; URAYAMA, A.; URAYAMA, A.; KIMOCHI, T.; MATSUO, T.; PASHLEY, D.H. Comparision of conventional vs self-etching adhesive bonds to caries-affected dentin. *Oper Dent*, Seattle, v. 25, n. 3, p. 163-169, May-June, 2000.

YOSHIYAMA, Y.; TAY, F.R.; DOI, J.; NISHITANI, Y.; YAMADA, T.; ITOU, K.; CARVALHO, R.M.; NAAJIMA, M.; PASHLEY, D.H. Bonding of self-etch and total-etch adhesives to carious dentin. J Dent Res, Washington, v. 81, n. 8, p. 556-560, Aug, 2002.

ANEXO 1

CICLAGEM DE pH: INDUÇÃO DE DESMINERALIZAÇÃO

Solução desmineralizante (Wefel *et. al.*, 1995; Shinkai *et. al.*, 2001)

2,2 mM Ca ²⁺	_____	CaCl ₂
2,2 mM P	_____	NaH ₂ PO ₄
1 ppm F	_____	NaF
0,05 M	_____	Ácido acético

pH 4,5 ajustado por KOH

Veículo: água destilada e deionizada.

Temperatura de estocagem: 37° C

Área dental exposta à ciclagem: 25 mm².

Volume de solução por dente ciclado: 156.25 ml (6.25 ml/mm²).

Solução remineralizante (adaptado de Featherstone *et. al.*, 1986):

1,5 mM Ca ²⁺	_____	CaCl ₂
0,9 mM P	_____	H ₃ PO ₄
0,15 M	_____	KCl

Tampão TRIS (0.1M)

pH 7

Veículo: água destilada e deionizada.

Temperatura de estocagem: 37° C

Área dental exposta à ciclagem: 25 mm².

Volume de solução por dente ciclado: 78.125 ml (3.125 ml/mm²).

ANEXO 2

CICLAGEM DE pH: INDUÇÃO DE HIPERMINERALIZAÇÃO

Solução desmineralizante (Wefel *et. al.*, 1995; Shinkai *et. al.*, 2001)

2,2 mM Ca ²⁺	_____	CaCl ₂
2,2 mM P	_____	NaH ₂ PO ₄
1 ppm F	_____	NaF
0,05 M	_____	Ácido acético

pH 4,5 ajustado por KOH

Veículo: água destilada e deionizada.

Temperatura de estocagem: 37° C

Área dental exposta à ciclagem: 25 mm².

Volume de solução por dente ciclado: 156.25 ml (6.125 ml/mm²).

Solução hipermineralizante (adaptado de Featherstone *et. al.*, 1986):

1,5 mM Ca ²⁺	_____	CaCl ₂
0,9 mM P	_____	H ₃ PO ₄
0,15 M	_____	KCl
10 ppm F	_____	NaF
Tampão TRIS (0.1M)		

pH 7

Veículo: água destilada e deionizada.

Temperatura de estocagem: 37° C

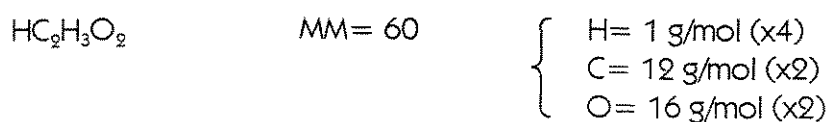
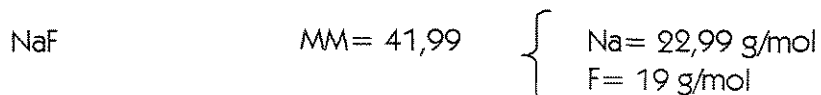
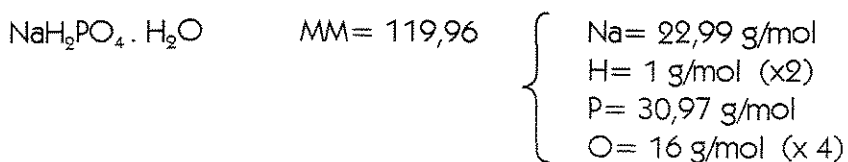
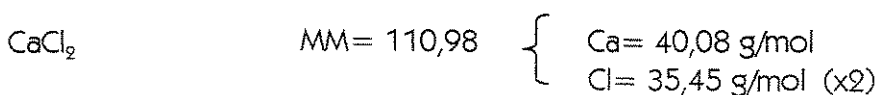
Área dental exposta à ciclagem: 25 mm².

Volume de solução por dente ciclado: 78.125 ml (3.125 ml/mm²).

ANEXO 3

CÁLCULO ESTEQUIOMÉTRICO DAS SOLUÇÕES PARA CICLAGEM DE pH

SOLUÇÃO DESMINERALIZANTE



$$\text{CaCl}_2 \quad 110,98 \times 2,2 / 1000 = 0,244 \text{ g}^*$$

$$\text{NaH}_2\text{PO}_4 \quad 119,96 \times 2,2 / 1000 = 0,2639 \text{ g}^*$$

$$\text{HC}_2\text{H}_3\text{O}_2 \quad 60 \times 0,05 = 3\text{g} \quad \text{---} \quad d=m/V \quad (d= 1.05, m= 3\text{g}) \quad 2,86 \text{ ml}^*$$

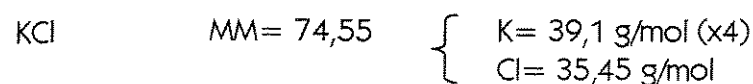
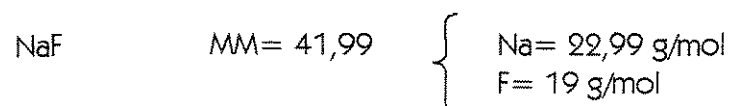
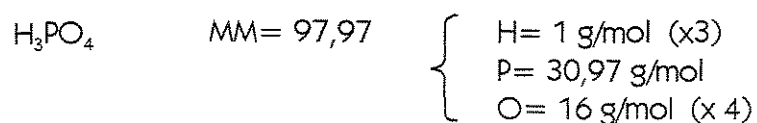
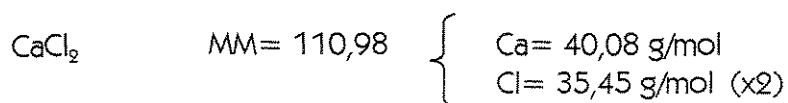
2,2 mM Ca^{2+}	CaCl_2	_____	0.2244 g/L (100%)
2,2 mM P	$\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$	_____	0.3035 g/L (100%)
1 ppm F	NaF	_____	0.00221 g/L (100%)
0,05 M	$\text{HC}_2\text{H}_3\text{O}_2$	_____	3 g / <u>2.86</u> ml (100%)

* Considerando grau de pureza 100%

ANEXO 4

CÁLCULO ESTEQUIOMÉTRICO DAS SOLUÇÕES PARA CICLAGEM DE pH

SOLUÇÃO REMINERALIZANTE



$$\text{CaCl}_2 \quad 110,98 \times 2,2 / 1000 = 0,244 \text{ g}^*$$

$$\text{H}_3\text{PO}_4 \quad 97,97 \times 0,9 / 1000 = 0,088 \text{ g} \text{ -- } d=m/V \text{ (} d = 1,71, m = 0,087\text{g) } 2,86 \text{ ml}^*$$

$$\text{KCl} \quad 74,55 \times 0,15 = 11,1825 \text{ g}^*$$

1,5 mM Ca^{2+}	CaCl_2	_____	0.1666 g/L (100%)
0,9 mM P	H_3PO_4	_____	0.088 g / 0.060 ml / L (85%)**
0,15 M	KCl	_____	11.1825 g/L
Tampão TRIS (0.1M)		_____	12.11 g/L

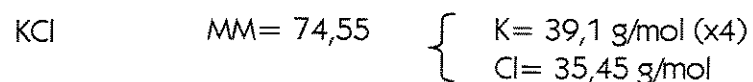
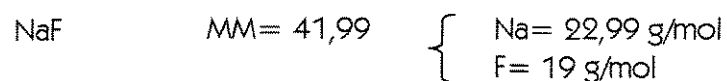
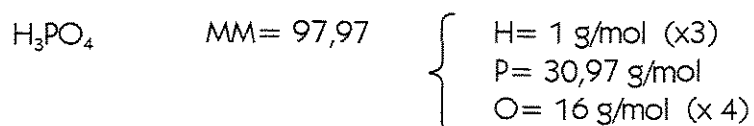
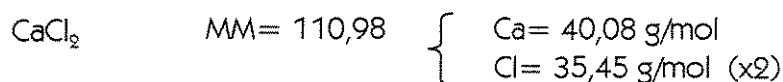
* Considerando grau de pureza 100%

**Considerando que H_3PO_4 tem 85% de pureza, 100g de solução tem 85g de ácido puro
(= 0,1035g) -- $d=m/V$ ($d = 1,71, m = 0,1035\text{g}$) 0,0605 ml*

ANEXO 5

CÁLCULO ESTEQUIOMÉTRICO DAS SOLUÇÕES PARA CICLAGEM DE pH

SOLUÇÃO HIPERMINERALIZANTE



$$\text{CaCl}_2 \quad 110,98 \times 2,2 / 1000 = 0,244 \text{ g}^*$$

$$\text{H}_3\text{PO}_4 \quad 97,97 \times 0,9 / 1000 = 0,088 \text{ g} \text{ -- } d=m/V \text{ (} d = 1,71, m = 0,087\text{g) } 2,86 \text{ ml}^*$$

$$\text{KCl} \quad 74,55 \times 0,15 = 11,1825 \text{ g}^*$$

1,5 mM Ca ²⁺	CaCl ₂	_____	0.1666 g/L (100%)
0,9 mM P	H ₃ PO ₄	_____	0.088 g / 0.060 ml /L (85%)**
0,15 M	KCl	_____	11.1825 g/L
Tampão TRIS (0.1M)		_____	12.11 g/L
10 ppm F	NaF	_____	0.02210 g/L (100%)

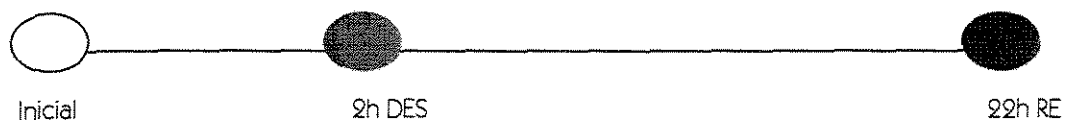
* Considerando grau de pureza 100%

** Considerando que H₃ PO₄ tem 85% de pureza, 100g de solução tem 85g de ácido puro (= 0,1035g) -- d=m/V (d= 1,71, m= 0,1035g) 0,0605 ml*

ANEXO 6

CRONOGRAMA DE TROCA DE SOLUÇÕES

DESMINERALIZAÇÃO: 4 ciclos de 24h



Ciclo	DES	RE
1	$156.25 \times 30 = 4.687 \text{ L}$	$78.125 \times 30 = 2.343 \text{ L}$
2		$78.125 \times 30 = 2.343 \text{ L}$
3		$78.125 \times 30 = 2.343 \text{ L}$
4		$78.125 \times 30 = 2.343 \text{ L}$

HIPERMINERALIZAÇÃO: 8 ciclos de 48 h



Dia	Ciclo	DES	HIPER
1	1	$156.25 \times 30 = 4.687 \text{ L}$	$78.125 \times 30 = 2.343 \text{ L}$
2			
3	2		$78.125 \times 30 = 2.343 \text{ L}$
4			
5	3		$78.125 \times 30 = 2.343 \text{ L}$
6			
7	4		$78.125 \times 30 = 2.343 \text{ L}$
8			
9	5	$156.25 \times 30 = 4.687 \text{ L}$	$78.125 \times 30 = 2.343 \text{ L}$
10			
11	6		$78.125 \times 30 = 2.343 \text{ L}$
12			
13	7		$78.125 \times 30 = 2.343 \text{ L}$
14			
15	8		$78.125 \times 30 = 2.343 \text{ L}$
16			

ANEXO 7

SORTEIO ALEATÓRIO DOS PROCEDIMENTOS RESTAURADORES

Repetição	Normal	Desmineralizada	Hipermineralizada
1	OSP	OSP	OSP
2	OSP	SB	SB
3	SB	CLB	OSP
4	CLB	SB	OSP
5	SB	OSP	CLB
6	OSP	CLB	SB
7	CLB	SB	CLB
8	CLB	SB	OSP
9	SB	SB	SB
10	CLB	OSP	CLB
11	CLB	OSP	CLB
12	OSP	OSP	SB
13	CLB	CLB	OSP
14	OSP	CLB	SB
15	CLB	CLB	OSP
16	SB	CLB	SB
17	SB	OSP	CLB
18	CLB	CLB	CLB
19	SB	CLB	OSP
20	OSP	CLB	CLB
21	SB	SB	SB
22	OSP	SB	CLB
23	CLB	SB	SB
24	OSP	OSP	SB
25	SB	SB	CLB
26	SB	OSP	OSP
27	OSP	OSP	CLB
28	CLB	CLB	SB
29	SB	OSP	OSP
30	SB	SB	OSP

ANEXO 8

NOME COMERCIAL, COMPOSIÇÃO E RESPECTIVOS FABRICANTES DOS
MATERIAIS RESTAURADORES UTILIZADOS

MATERIAL	COMPOSIÇÃO	FABRICANTE E LOTE
Clearfil Liner Bond 2V	Primer A: MDP Dimetacrilato hidrofóbico CQ Primer B: HEMA Água N, N-Dietanol p-toluidina Bond liquid A: MDP Bis-GMA HEMA Dimetacrilato hidrofóbico CQ N, N-Dietanol p-toluidina Sílica coloidal silanizada	Kuraray Co., Ltd., Osaka, Japão Lotes: 0073C, 0073B, 00120B Validade: 08/2002
Single Bond	Bis-GMA HEMA Copolímero polialcenóico Álcool Água	3M Dental Products Division, St. Paul, MN, Estados Unidos Lote: 1 FH Validade: 2004
OptiBond Solo Plus	Álcool Bis-GMA HEMA GPDM Sílica Vidro de bário Hexafluorsilicato de sódio	Kerr Corporation, Orange, CA, Estados Unidos Lote: 102A78 Validade: 02/2003
Filtek Z250	Bis-GMA UDMA Bis-EMA Carga mineral sintética de sílica e zircônia	3M Dental Products Division, St. Paul, MN, Estados Unidos Lote: 2NX Validade: 11/2004

ANEXO 9.1

VALORES DE ÁREA, RESISTÊNCIA ADESIVA E PADRÃO DE FRATURA OBTIDOS EM DENTINA DESMINERALIZADA PARA O ADESIVO OPTIBOND SOLO *PLUS*

Dente	Dentina	Adesivo	Área(mm)	Área (cm)	Kgf	MPa	Fratura	Média	Final
1	Desmin.	OSP	1	0.1	1,1004	10,681	A	10,681	5,222
2	Desmin.	OSP	0.85	0,085	1,069	12,53	A	6,267	
2	Desmin.	OSP	0	0	0	0			
3	Desmin.	OSP	0.9	0,09	1,2205	12,441	A	12,441	
4	Desmin.	OSP	0	0	0	0		0	
5	Desmin.	OSP	0	0	0	0		0	
6	Desmin.	OSP	0.8	0,08	1,0533	12,363	A	12,362	
7	Desmin.	OSP	0	0	0	0		0	
8	Desmin.	OSP	0	0	0	0		0	
9	Desmin.	OSP	1	0,1	1,0476	10,476		10,476	
10	Desmin.	OSP	0	0	0	0		0	

ANEXO 9.2

VALORES DE ÁREA, RESISTÊNCIA ADESIVA E PADRÃO DE FRATURA OBTIDOS EM DENTINA DESMINERALIZADA PARA O ADESIVO SINGLE BOND

Dente	Dentina	Adesivo	Área(mm)	Área (cm)	Kgf	MPa	Fratura	Média	Final
1	Desmin.	SB	0	0	0	0		0	13,627
2	Desmin.	SB	0,73	0,073	1,889	24,52	A	26,09	
2	Desmin.	SB	0,66	0,066	1,6381	25,58	A		
2	Desmin.	SB	0,52	0,052	1,491	28,17	A		
3	Desmin.	SB	0,56	0,056	1,5301	27,24	A	26,986	
3	Desmin.	SB	0,57	0,057	1,7009	29,66	A		
3	Desmin.	SB	0,62	0,062	1,5005	24,04	A		
4	Desmin.	SB	0	0	0	0		0	
5	Desmin.	SB	0,63	0,063	1,2906	20,34	A	20,632	
5	Desmin.	SB	0,71	0,071	1,7243	24,11	A		
5	Desmin.	SB	0,58	0,058	1,0238	17,43	A		
6	Desmin.	SB	0,69	0,069	1,0592	15,284	A	15,284	
7	Desmin.	SB	0	0	0	0		13,464	
7	Desmin.	SB	0,61	0,061	1,1011	17,94	A		
7	Desmin.	SB	0,62	0,062	1,2972	20,89	A		
7	Desmin.	SB	0,62	0,062	0,9367	15,01	A		
8	Desmin.	SB	0,51	0,051	0,806	15,54	A	19,547	
8	Desmin.	SB	0,58	0,058	1,16	19,8	A		
8	Desmin.	SB	0,64	0,064	1,5114	23,28	A		
9	Desmin.	SB	0,77	0,077	1,1048	14,27	A	14,27	
10	Desmin.	SB	0	0	0	0		0	

ANEXO 9.3

VALORES DE ÁREA, RESISTÊNCIA ADESIVA E PADRÃO DE FRATURA OBTIDOS EM DENTINA DESMINERALIZADA PARA O ADESIVO CLEARFIL LINER BOND 2V

Dente	Dentina	Adesivo	Área(mm)	Área (cm)	Kgf	MPa	Fratura	Média	Final
1	Desmin.	CLB	0,45	0,045	1,2899	28,61	A	16,962	15,81
1	Desmin.	CLB	0,57	0,057	1,4278	25,04	A		
1	Desmin.	CLB	0,71	0,071	1,0077	14,18	A		
1	Desmin.	CLB	0	0	0	0			
2	Desmin.	CLB	0,86	0,086	1,1026	12,8	A	13,472	
2	Desmin.	CLB	0	0	0	0			
2	Desmin.	CLB	0,6	0,06	1,6734	27,61	A		
3	Desmin.	CLB	0,83	0,083	1,0109	12,18	A	16,562	
3	Desmin.	CLB	0,72	0,072	1,488	20,53	A		
3	Desmin.	CLB	0,63	0,063	1,0832	16,96	A		
4	Desmin.	CLB	0,79	0,079	1,1405	14,43	A	7,245	
4	Desmin.	CLB	0	0	0	0			
5	Desmin.	CLB	0,7	0,07	1,371	19,39	A	17,841	
5	Desmin.	CLB	0,79	0,079	1,2876	16,29	A		
6	Desmin.	CLB	0,48	0,048	1,4395	29,67	Mr	25,113	
6	Desmin.	CLB	0,56	0,056	1,153	20,55	A		
7	Desmin.	CLB	0,69	0,069	1,3724	19,65	A	16,813	
7	Desmin.	CLB	0,81	0,081	1,1322	13,97	A		
7	Desmin.	CLB	0	0	0	0			
7	Desmin.	CLB	0,61	0,061	1,2468	20,43	A		
8	Desmin.	CLB	0,59	0,059	0,6372	10,74	A	16,78	
8	Desmin.	CLB	0,65	0,065	1,2391	19,06	A		
8	Desmin.	CLB	0,53	0,053	1,3735	25,48	A		
8	Desmin.	CLB	0,69	0,069	0,8177	11,84	Mr		
9	Desmin.	CLB	0,61	0,061	0,9797	15,9	A	15,577	
9	Desmin.	CLB	0,73	0,073	1,1157	15,25	A		
10	Desmin.	CLB	0	0	0	0		11,781	
10	Desmin.	CLB	0,64	0,064	1,1643	17,96	A		
10	Desmin.	CLB	0,65	0,065	0,9667	14,66	A		
10	Desmin.	CLB	0,78	0,078	1,1428	14,49	A		

ANEXO 9.4

VALORES DE ÁREA, RESISTÊNCIA ADESIVA E PADRÃO DE FRATURA OBTIDOS EM DENTINA HIPERMINERALIZADA PARA O ADESIVO OPTIBOND SOLO *PLUS*

Dente	Dentina	Adesivo	Área(mm)	Área (cm)	Kgf	MPa	Fratura	Média	Final
1	Hipermin.	OSP	0,63	0,063	1,3796	21,27	A	19,833	17,84
1	Hipermin.	OSP	0,65	0,065	1,2541	18,56	A		
1	Hipermin.	OSP	0,61	0,061	1,2255	19,67	A		
1	Hipermin.	OSP	0	0	0	0			
2	Hipermin.	OSP	0,61	0,061	1,2971	20,85	A	23,04	
2	Hipermin.	OSP	0,62	0,062	1,4062	22,18	A		
2	Hipermin.	OSP	0,61	0,061	1,3432	21,52	A		
2	Hipermin.	OSP	0,68	0,068	1,9338	27,61	A		
3	Hipermin.	OSP	0,9	0,09	1,3656	14,85	A	4,95	
3	Hipermin.	OSP	0	0	0	0			
3	Hipermin.	OSP	0	0	0	0			
4	Hipermin.	OSP	0,49	0,049	1,3186	25,9	A	27,957	
4	Hipermin.	OSP	0,59	0,059	1,3511	22,39	A		
4	Hipermin.	OSP	0,74	0,074	1,4369	18,87	A		
4	Hipermin.	OSP	0,42	0,042	1,9235	44,67	A		
5	Hipermin.	OSP	0,44	0,044	1,4482	31,76	A	28,822	
5	Hipermin.	OSP	0,5	0,05	1,797	34,9	A		
5	Hipermin.	OSP	0,51	0,051	1,4373	27,38	A		
5	Hipermin.	OSP	0,64	0,064	1,4059	21,25	A		
6	Hipermin.	OSP	0,47	0,047	1,7047	35,17	A	23,712	
6	Hipermin.	OSP	0,42	0,042	1,5902	37,01	A		
6	Hipermin.	OSP	0,61	0,061	1,4128	22,67	A		
6	Hipermin.	OSP	0	0	0	0			
7	Hipermin.	OSP	0,49	0,049	1,8402	36,15	A	21,6	
7	Hipermin.	OSP	0,5	0,05	1,4864	28,65	A		
7	Hipermin.	OSP	0	0	0	0			
8	Hipermin.	OSP	0	0	0	0		0	
8	Hipermin.	OSP	0	0	0	0			
8	Hipermin.	OSP	0	0	0	0			
9	Hipermin.	OSP	0,61	0,061	0,7446	11,88	A	14,543	
9	Hipermin.	OSP	0,8	0,08	2,596	31,75	A		
9	Hipermin.	OSP	0	0	0	0			
10	Hipermin.	OSP	0,74	0,074	2,1307	28,05	A	14,025	
10	Hipermin.	OSP	0	0	0	0			

ANEXO 9.5

VALORES DE ÁREA, RESISTÊNCIA ADESIVA E PADRÃO DE FRATURA OBTIDOS EM DENTINA HIPERMINERALIZADA PARA O ADESIVO SINGLE BOND

Dente	Dentina	Adesivo	Área(mm)	Área (cm)	Kgf	MPa	Fratura	Média	Final
1	Hipermin.	SB	0,48	0,048	1,3464	27,22	A	24,3	23,97
1	Hipermin.	SB	0,52	0,052	1,4256	27,19	A		
1	Hipermin.	SB	0,7	0,07	1,3252	18,49	A		
2	Hipermin.	SB	0,42	0,042	2,188	50,81	A	31,625	
2	Hipermin.	SB	0,61	0,061	1,5198	24,43	A		
2	Hipermin.	SB	0,58	0,058	1,4489	24,26	A		
2	Hipermin.	SB	0,48	0,048	1,3456	27	A		
3	Hipermin.	SB	0,56	0,056	1,745	25,3	A	24,575	
3	Hipermin.	SB	0,63	0,063	1,6045	24,98	A		
3	Hipermin.	SB	0,48	0,048	2,371	47,49	A		
3	Hipermin.	SB	0	0	0	0			
4	Hipermin.	SB	0,66	0,066	1,9943	29,53	A	25,102	
4	Hipermin.	SB	0,62	0,062	1,4121	22,08	A		
4	Hipermin.	SB	0,46	0,046	1,7855	37,9	A		
4	Hipermin.	SB	0,65	0,065	0,7301	10,9	A		
5	Hipermin.	SB	0,63	0,063	0,7696	11,97	A	18,325	
5	Hipermin.	SB	0,57	0,057	1,3402	22,97	A		
5	Hipermin.	SB	0,49	0,049	1,9549	38,36	A		
5	Hipermin.	SB	0	0	0	0			
6	Hipermin.	SB	0,48	0,048	3,083	61,75	A	37,087	
6	Hipermin.	SB	0,66	0,066	2,4205	35,47	A		
6	Hipermin.	SB	0,53	0,053	1,558	28,35	A		
6	Hipermin.	SB	0,62	0,062	1,4489	22,78	A		
7	Hipermin.	SB	0,62	0,062	1,3303	20,81	A	29,657	
7	Hipermin.	SB	0,58	0,058	1,6296	27,13	A		
7	Hipermin.	SB	0,62	0,062	1,4208	22,36	A		
7	Hipermin.	SB	0,57	0,057	2,821	48,33	A		
8	Hipermin.	SB	0,63	0,063	1,6753	26,06	A	12,206	
8	Hipermin.	SB	0,61	0,061	0,661	10,56	A		
8	Hipermin.	SB	0	0	0	0			
9	Hipermin.	SB	0,76	0,076	0,9462	12,13	A	12,84	
9	Hipermin.	SB	0,67	0,067	1,803	26,39	A		
9	Hipermin.	SB	0	0	0	0			
10	Hipermin.	SB	0,65	0,065	1,4979	18,21	A	24,036	
10	Hipermin.	SB	0,74	0,074	2,399	22,27	A		
10	Hipermin.	SB	0,78	0,078	1,4486	31,63	A		

ANEXO 9.6

VALORES DE ÁREA, RESISTÊNCIA ADESIVA E PADRÃO DE FRATURA OBTIDOS EM DENTINA HIPERMINERALIZADA PARA O ADESIVO CLEARFIL LINER BOND 2V

Dente	Dentina	Adesivo	Área(mm)	Área (cm)	Kgf	MPa	Fratura	Média	Final
1	Hipermin.	CLB	0,71	0,071	2,285	31,53	A	23,44	19,32
1	Hipermin.	CLB	0,71	0,071	2,839	38,79	A		
1	Hipermin.	CLB	0	0	0	0			
2	Hipermin.	CLB	0,45	0,045	1,3504	29,43	A	20,317	
2	Hipermin.	CLB	0,62	0,062	2,1737	34,18	A		
2	Hipermin.	CLB	0,73	0,073	1,3234	17,66	A		
2	Hipermin.	CLB	0	0	0	0			
3	Hipermin.	CLB	0,6	0,06	1,6413	26,49	A	16,986	
3	Hipermin.	CLB	0,71	0,071	1,7727	24,47	A		
3	Hipermin.	CLB	0	0	0	0			
4	Hipermin.	CLB	0,64	0,064	1,1952	18,31	A	27,33	
4	Hipermin.	CLB	0,52	0,052	1,5424	28,65	A		
4	Hipermin.	CLB	0,61	0,061	1,6128	25,84	A		
4	Hipermin.	CLB	0,49	0,049	1,83	36,52	A		
5	Hipermin.	CLB	0,6	0,06	2,295	37,41	A	19	
5	Hipermin.	CLB	0,73	0,073	1,4694	19,61	A		
5	Hipermin.	CLB	0	0	0	0			
6	Hipermin.	CLB	0,64	0,064	1,4165	21,48	A	17,82	
6	Hipermin.	CLB	0,66	0,066	1,9016	27,98	A		
6	Hipermin.	CLB	0,69	0,069	1,5417	21,82	A		
6	Hipermin.	CLB	0	0	0	0			
7	Hipermin.	CLB	0,7	0,07	2,0613	28,88	A	17,927	
7	Hipermin.	CLB	0,58	0,058	2,5417	42,83	A		
7	Hipermin.	CLB	0	0	0	0			
8	Hipermin.	CLB	0,68	0,068	1,7439	24,93	A	15,923	
8	Hipermin.	CLB	0,74	0,074	1,7441	22,84	A		
8	Hipermin.	CLB	0	0	0	0			
9	Hipermin.	CLB	0,56	0,056	1,7753	30,78	A	34,515	
9	Hipermin.	CLB	0,57	0,057	2,842	48,72	A		
9	Hipermin.	CLB	0,67	0,067	1,636	23,71	A		
9	Hipermin.	CLB	0,54	0,054	1,9446	34,85	A		
10	Hipermin.	CLB	0	0	0	0		0	
10	Hipermin.	CLB	0	0	0	0			
10	Hipermin.	CLB	0	0	0	0			

ANEXO 9.7

VALORES DE ÁREA, RESISTÊNCIA ADESIVA E PADRÃO DE FRATURA OBTIDOS EM DENTINA NORMAL PARA O ADESIVO OPTIBOND SOLO *PLUS*

Dente	Dentina	Adesivo	Área(mm)	Área (cm)	Kgf	MPa	Fratura	Média	Final
1	Normal	OSP	0,69	0,069	2,4906	36,09	A	24,804	24,497
1	Normal	OSP	0	0	0	0			
1	Normal	OSP	0,71	0,071	2,7359	38,31	A		
2	Normal	OSP	0,75	0,075	1,7965	23,76	A	24,177	
2	Normal	OSP	0,54	0,054	2,1153	39,12	A		
2	Normal	OSP	0,7	0,07	2,3687	33,81	A		
2	Normal	OSP	0	0	0	0			
3	Normal	OSP	0,69	0,069	1,6939	24,5	A	29,402	
3	Normal	OSP	0,7	0,07	2,2088	31,23	A		
3	Normal	OSP	0,72	0,072	2,3523	32,46	A		
4	Normal	OSP	0,81	0,081	2,2625	27,62	A	20,388	
4	Normal	OSP	0,68	0,068	1,5829	22,97	A		
4	Normal	OSP	0,72	0,072	2,2537	30,95	A		
4	Normal	OSP	0	0	0	0			
5	Normal	OSP	0,66	0,066	1,075	16,05	A	16,498	
5	Normal	OSP	0,81	0,081	1,124	13,77	A		
5	Normal	OSP	0,67	0,067	1,3241	19,66	A		
6	Normal	OSP	0,62	0,062	1,2387	19,75	A	23,243	
6	Normal	OSP	0,64	0,064	2,173	33,7	A		
6	Normal	OSP	0	0	0	0			
6	Normal	OSP	0,59	0,059	2,338	39,51	A		
7	Normal	OSP	0,73	0,073	2,4844	33,97	A	31,171	
7	Normal	OSP	0,72	0,072	2,4643	34,17	A		
7	Normal	OSP	0,56	0,056	1,5581	27,74	A		
7	Normal	OSP	0,76	0,076	2,2077	28,79	A		
8	Normal	OSP	0,71	0,071	2,3304	32,63	A	29,11	
8	Normal	OSP	0,58	0,058	2,564	43,6	M		
8	Normal	OSP	0,68	0,068	0,8425	12,32	A		
8	Normal	OSP	0,66	0,066	1,855	27,86	A		
9	Normal	OSP	0,59	0,059	2,2148	36,96	A	20,63	
9	Normal	OSP	0,64	0,064	1,6034	24,95	A		
9	Normal	OSP	0	0	0	0			
10	Normal	OSP	0,74	0,074	2,2632	30,22	A	25,548	
10	Normal	OSP	0,72	0,072	1,8484	25,67	A		
10	Normal	OSP	0,79	0,079	2,4125	30,18	A		
10	Normal	OSP	0,59	0,059	0,9505	16,11	A		

ANEXO 9.8

VALORES DE ÁREA, RESISTÊNCIA ADESIVA E PADRÃO DE FRATURA OBTIDOS EM DENTINA NORMAL PARA O ADESIVO SINGLE BOND

Dente	Dentina	Adesivo	Área(mm)	Área (cm)	Kgf	MPa	Fratura	Média	Final
1	Normal	SB	0,71	0,071	2,6249	36,61	A	32,052	31,064
1	Normal	SB	0,54	0,054	1,317	24,36	A		
1	Normal	SB	0,73	0,073	2,5837	35,18	A		
2	Normal	SB	0,72	0,072	2,1942	30,32	A	33,475	
2	Normal	SB	0,72	0,072	2,3048	31,97	A		
2	Normal	SB	0,7	0,07	2,8177	40,05	A		
2	Normal	SB	0,71	0,071	2,2424	31,55	A		
3	Normal	SB	0,66	0,066	2,2537	33,85	A	32,838	
3	Normal	SB	0,6	0,06	2,1325	35,35	A		
3	Normal	SB	0,74	0,074	2,1902	29,3	A		
4	Normal	SB	0,68	0,068	1,094	15,87	Mr	34,328	
4	Normal	SB	0,51	0,051	2,2252	43,22	A		
4	Normal	SB	0,66	0,066	2,4716	32,27	A		
4	Normal	SB	0,63	0,063	2,9213	45,93	A		
5	Normal	SB	0,6	0,06	2,3172	38,04	A	33,716	
5	Normal	SB	0,64	0,064	2,5541	39,5	A		
5	Normal	SB	0,76	0,076	1,7374	22,77	A		
5	Normal	SB	0,75	0,075	2,6118	34,54	A		
6	Normal	SB	0,68	0,068	2,3512	34,4	A	34,159	
6	Normal	SB	0	0	0	0			
6	Normal	SB	0,56	0,056	2,3844	42,15	C		
6	Normal	SB	0,69	0,069	1,806	25,91	A		
7	Normal	SB	0,51	0,051	1,2384	23,95	A	32,406	
7	Normal	SB	0,64	0,064	2,2716	34,96	A		
7	Normal	SB	0,58	0,058	2,5789	43,78	A		
7	Normal	SB	0,65	0,065	1,7502	26,92	A		
8	Normal	SB	0,69	0,069	2,2949	33,25	A	29,463	
8	Normal	SB	0,48	0,048	2,495	50,95	A		
8	Normal	SB	0,71	0,071	1,5402	21,47	A		
8	Normal	SB	0,66	0,066	0,8045	12,16	A		
9	Normal	SB	0,7	0,07	2,3617	33,73	A	28,139	
9	Normal	SB	0,69	0,069	1,5556	22,54	A		
10	Normal	SB	0,73	0,073	1,316	17,82	A	20,071	
10	Normal	SB	0,71	0,071	1,708	24,04	A		
10	Normal	SB	0,59	0,059	1,093	18,34	A		

ANEXO 9.9

VALORES DE ÁREA, RESISTÊNCIA ADESIVA E PADRÃO DE FRATURA OBTIDOS EM DENTINA NORMAL PARA O ADESIVO CLEARFIL LINER BOND 2V

Dente	Dentina	Adesivo	Área(mm)	Área (cm)	Kgf	MPa	Fratura	Média	Final
1	Normal	CLB	0	0	0	0		0	21,126
1	Normal	CLB	0	0	0	0			
1	Normal	CLB	0	0	0	0			
2	Normal	CLB	0,63	0,063	2,1329	33,62	A	31,7	
2	Normal	CLB	0,67	0,067	1,9057	28,44	A		
2	Normal	CLB	0,69	0,069	2,2573	32,39	A		
2	Normal	CLB	0,68	0,068	2,2238	32,37	A		
3	Normal	CLB	0,72	0,072	1,8261	25,33	A	18,945	
3	Normal	CLB	0,78	0,078	2,4573	31,5	A		
3	Normal	CLB	0	0	0	0			
4	Normal	CLB	0,72	0,072	2,7088	32,2	A	32,208	
5	Normal	CLB	0,72	0,072	2,591	31,03	A		
5	Normal	CLB	0	0	0	0			
6	Normal	CLB	0,63	0,063	2,1219	33,22	A	21,165	
6	Normal	CLB	0,63	0,063	2,1471	33,75	A		
6	Normal	CLB	0,77	0,077	1,3701	17,67	A		
6	Normal	CLB	0	0	0	0			
7	Normal	CLB	0,75	0,075	2,2811	30,02	A	19,845	
7	Normal	CLB	0,67	0,067	1,9773	29,51	A		
7	Normal	CLB	0	0	0	0			
8	Normal	CLB	0	0	0	0		15,617	
8	Normal	CLB	0,62	0,062	2,9236	46,85	A		
8	Normal	CLB	0	0	0	0			
9	Normal	CLB	0,78	0,078	2,3436	30	A	18,709	
9	Normal	CLB	0	0	0	0			
9	Normal	CLB	0,66	0,066	1,7321	26,12	A		
10	Normal	CLB	0,84	0,084	1,3891	16,43		16,433	

ANEXO 10.1

ANÁLISE DE VARIÂNCIA

23:33 Friday, June 14, 2002 9

The GLM Procedure
 Class Level Information
 Class Levels Values

dentina 3 1 2 3
 adesivo 3 1 2 3

Number of observations 90

The GLM Procedure

Dependent Variable: media

Sum of Source	DF	Sum of Squares	Mean Squares	F Value	Pr > F
Model	8	4307.416408	538.427051	9,41	<.0001
Error	81	4636.686054	57.243038		
Corr Tot	89	8944.102462			

R-Square	Coeff Var	Root MSE	media Mean
0.481593	39.96315	7.565913	18.93222

Source	DF	Type I SS	Mean Squares	F Value	Pr > F
dentina	2	2749.473768	1374.736884	24.02	<.0001
adesivo	2	776.915750	388.457875	6.79	0.0019
dentina adesivo	4	781.026889	195.256722	3.41	0.0125

Source	DF	Type III SS	Mean Squares	F Value	Pr > F
dentina	2	2749.473768	1374.736884	24.02	<.0001
adesivo	2	776.915750	388.457875	6.79	0.0019
dentina adesivo	4	781.026889	195.256722	3.41	0.0125

ANEXO 10.2

ANÁLISE DE VARIÂNCIA

 * SANEST - SISTEMA DE ANALISE ESTATISTICA *
 * Autores: Elio Paulo Zonta - Amauri Almeida Machado *
 * Empresa de Pesquisa Agropecuária de Minas Gerais-EPAMIG *
 * ANALISE DA VARIÁVEL MPA - ARQUIVO: BOV *

CODIGO DO PROJETO:

RESPONSÁVEL:

DELINEAMENTO EXPERIMENTAL:

OBSERVAÇÕES NÃO TRANSFORMADAS

NOME DOS FATORES

 FATOR NOME

 A DENTINA
 B ADESIVO

QUADRO DA ANÁLISE DE VARIÂNCIA

CAUSAS DA VARIAÇÃO	G.L.	S.Q.	Q.M.	VALOR F	PROB. > F
DENTINA	2	2748,5193234	1374,2596617	24,0127	0,00001
ADESIVO	2	776,5729076	388,2864538	6,7846	0,00227
DEN*ADE	4	780,9922741	195,2480685	3,4116	0,1250
RESIDUO	81	4635,6648326	57,2304300		
TOTAL	89	8941,7493378			

MEDIA GERAL = 18.928778

COEFICIENTE DE VARIAÇÃO = 39.966 %

ANEXO 10.3

DESVIOS PADRÃO DA ANÁLISE DE VARIÂNCIA

23:33 Friday, June 14, 2002 9

The GLM Procedure

Level of dentina	N	-----media-----	
		Mean	Std Dev
1	30	24.8585333	7.92208920
2	30	11.5550333	8.49187929
3	30	20.3831000	8.87335195

Level of adesivo	N	-----media-----	
		Mean	Std Dev
1	30	15.8560000	10.5307243
2	30	22.8892667	10.5798774
3	30	18.0514000	7.6679311

Level of dentina	Level of adesivo	N	-----media-----	
			Mean	Std Dev
1	1	10	24.4971000	4.5774375
1	2	10	31.0647000	4.3584885
1	3	10	19.0138000	9.0209679
2	1	10	5.2227000	5.7536191
2	2	10	13.6278000	10.4259366
2	3	10	15.8146000	4.5901183
3	1	10	17.8482000	9.5010497
3	2	10	23.9753000	7.8802970
3	3	10	19.3258000	8.8666580

Dentina

1- Normal

2- Desmineralizada

3- Hipermineralizada

Adesivo

1- OptiBond Solo Plus

2- Single Bond

3- Clearfil Liner Bond 2V

ANEXO 11

TESTE TUKEY

TESTE DE TUKEY PARA MEDIAS DE DENTINA
DENTRO DE OPTIBOND DO FATOR ADESIVO

NUM. ORDEM	NUM. TRAT.	NOME	NUM. REPET.	MEDIAS	MEDIAS ORIGINAIS	5%	1%
1	1	NORMAL	10	24,492999	24,492999	a	A
2	3	HIPER	10	17,846001	17,846001	a	A
3	2	DES	10	5,221000	5,221000	b	B

TESTE DE TUKEY PARA MEDIAS DE DENTINA
DENTRO DE SB DO FATOR ADESIVO

NUM. ORDEM	NUM. TRAT.	NOME	NUM. REPET.	MEDIAS	MEDIAS ORIGINAIS	5%	1%
1	1	NORMAL	10	31,059000	31,059000	a	A
2	3	HIPER	10	23,970998	23,970998	a	A
3	2	DES	10	13,625000	13,625000	b	B

TESTE DE TUKEY PARA MEDIAS DE DENTINA
DENTRO DE CL2V DO FATOR ADESIVO

NUM. ORDEM	NUM. TRAT.	NOME	NUM. REPET.	MEDIAS	MEDIAS ORIGINAIS	5%	1%
1	3	HIPER	10	19,323000	19,323000	a	A
2	1	NORMAL	10	19,009000	19,009000	a	A
3	2	DES	10	15,812000	15,812000	a	A

MEDIAS SEGUIDAS POR LETRAS DISTINTAS DIFEREM ENTRE SI AO NIVEL DE SIGNIFICANCIA INDICADO

D.M.S. 5% = 8.08354 - D.M.S. 1% = 10.13852

TESTE DE TUKEY PARA MEDIAS DE ADESIVO
DENTRO DE NORMAL DO FATOR DENTINA

NUM. ORDEM	NUM. TRAT.	NOME	NUM. REPET.	MEDIAS	MEDIAS ORIGINAIS	5%	1%
1	2	SB	10	31,059000	31,059000	a	A
2	1	OPTIBOND	10	24,492999	24,492999	ab	AB
3	3	CL2V	10	19,009000	19,009000	b	B

TESTE DE TUKEY PARA MEDIAS DE ADESIVO
DENTRO DE DES DO FATOR DENTINA

NUM. ORDEM	NUM. TRAT.	NOME	NUM. REPET.	MEDIAS	MEDIAS ORIGINAIS	5%	1%
1	3	CL2V	10	15,812000	15,812000	a	A
2	2	SB	10	13,625000	13,625000	a	A
3	1	OPTIBOND	10	5,221000	5,221000	b	B

TESTE DE TUKEY PARA MEDIAS DE ADESIVO
DENTRO DE HIPER DO FATOR DENTINA

NUM. ORDEM	NUM. TRAT.	NOME	NUM. REPET.	MEDIAS	MEDIAS ORIGINAIS	5%	1%
1	2	SB	10	23,970998	23,970998	a	A
2	3	CL2V	10	19,323000	19,323000	a	A
3	1	OPTIBOND	10	17,846001	17,846001	a	A

MEDIAS SEGUIDAS POR LETRAS DISTINTAS DIFEREM ENTRE SI AO NIVEL DE SIGNIFICANCIA INDICADO

D.M.S. 5% = 8.08354 - D.M.S. 1% = 10.13852

□ DIFEREM ENTRE SI AO NIVEL DE SIGNIFICANCIA INDICADO

D.M.S. 5% = 8.08354