

UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS
FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE PIRACICABA

NIVALDO MURILO DIEGOLI

CIRURGIÃO-DENTISTA

**AVALIAÇÃO "IN VITRO" DA RESISTÊNCIA AO
CISALHAMENTO DE SISTEMAS DE UNIÃO À
DENTINA**

Dissertação apresentada à Faculdade de
Odontologia de Piracicaba da Universidade
Estadual de Campinas para obtenção do
grau de Mestre em Materiais Dentários.

PIRACICABA
2000

UNICAMP
BIBLIOTECA CENTRAL
SEÇÃO CIRCULANTE

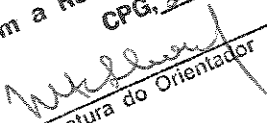


UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS
FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE PIRACICABA

NIVALDO MURILO DIEGOLI
CIRURGIÃO-DENTISTA

**AVALIAÇÃO “IN VITRO” DA RESISTÊNCIA AO
CISALHAMENTO DE SISTEMAS DE UNIÃO À
DENTINA**

Orientador: Prof. Dr. Mário Alexandre Coelho Sinhoreti

Este exemplar foi devidamente corrigido,
de acordo com a Resolução CPG-036/83
CPG, 27 / 11 / 2000

Assinatura do Orientador

Dissertação apresentada à Faculdade de
Odontologia de Piracicaba da Universidade
Estadual de Campinas para obtenção do
grau de Mestre em Materiais Dentários.

PIRACICABA
2000

UNIDADE 80
 N.º CHAMADA: UNICAMP
D 563a
 Ex. 1
 TOMBO BC/ 43449
 PROC. 16-392103
 C ☐ D ☒
 PREÇO R\$ 11,00
 DATA 25/03/04
 N.º CPD.

CM-00154299-9

Ficha Catalográfica

D563a Diegoli, Nivaldo Murilo.
 Avaliação "in vitro" da resistência ao cisalhamento de sistemas de união à dentina. / Nivaldo Murilo Diegoli. -- Piracicaba, SP : [s.n.], 2000.
 136p. : il.

Orientador : Prof. Dr. Mário Alexandre Coelho Sinhoreti.
 Dissertação (Mestrado) – Universidade Estadual de Campinas, Faculdade de Odontologia de Piracicaba.

1. Materiais dentários. 2. Cisalhamento. 3. Dentina. I. Sinhoreti, Mário Alexandre Coelho. 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 26 de Setembro de 2000, considerou o candidato NIVALDO MURILO DIEGOLI aprovado.

1. Prof. Dr. MARIO ALEXANDRE COELHO SINHORETI

2. Prof. Dr. MAXIMILIANO PIERO NEISSER

3. Prof. Dr. SIMONIDES CONSANI

UNICAMP
BIBLIOTECA CENTRAL
SEÇÃO CIRCULANTE

Dedico este trabalho

Aos meus pais, Ariberto e Rosa (*in memoriam*) que nunca tiveram oportunidade de estudar, mas aprenderam tudo na escola da vida e souberam transmitir aos seus filhos.

À minha esposa, Ivelise e filhas, Larissa e Samantha que me apoiaram e compreenderam as constantes ausências do convívio familiar.

AGRADECIMENTOS

Ao Prof. Dr. Mário Alexandre Coelho Sinhoreti, meu orientador, pela paciência, dedicação, incentivo, disponibilidade, conhecimentos científicos transmitidos, sem os quais não seria possível a concretização deste trabalho.

À Direção da Faculdade de Odontologia de Piracicaba, da Universidade Estadual de Campinas,

À Direção do Curso de Odontologia da Universidade do Vale do Itajai.

Ao Prof. Dr. Lourenço Correr Sobrinho, Coordenador do Curso de Pós-Graduação em Materiais Dentários, da Faculdade de Odontologia da Universidade Estadual de Campinas.

Aos Profs. da Área Materiais Dentários da Faculdade de Odontologia de Piracicaba - UNICAMP – Dr. SIMONIDES CONSANI e Dr. MARIO FERNANDO DE GOES.

Ao Prof. Dr. ELLIOT KITAJIMA do Núcleo de Apoio à Pesquisa da Escola Superior de Agricultura “Luiz de Queiroz” - USP, pela utilização do microscópio eletrônico de varredura, cujas fotomicrografias enriqueceram cientificamente este trabalho.

Ao técnico especializado da Área de Materiais Dentários da Faculdade de Odontologia da Universidade Estadual de Campinas, engenheiro Marcos Blanco Cangiani.

À Profa. Dra. Elisabete Rabaldo Bottan, responsável pelo setor de Metodologia Científica do Centro de Educação Superior de Ciências da Saúde da Universidade do Vale do Itajai.

Não é o crítico que conta, nem o homem que mostra como o forte tropeçou ou onde o autor de feitos poderia ter agido melhor. O crédito pertence ao que está na arena, cujo rosto está desfigurado pela poeira, pelo suor e pelo sangue; que se esforça corajosamente; que erra e falha uma vez ou outra porque não há esforço sem erros e falhas; que se empenha em realizar; que conhece o grande entusiasmo, as dedicações; que se entrega todo a uma causa justa; que na melhor das hipóteses conhece o triunfo das grandes realizações e, na pior, acaba por fracassar enquanto ousa grandemente. Seu lugar nunca estará com as almas pequenas e tímidas que não conhecem nem vitórias nem derrotas.

Theodore Roosevelt

SUMÁRIO

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS.....	01
RESUMO.....	05
ABSTRACT.....	09
1. INTRODUÇÃO.....	13
2. REVISÃO DE LITERATURA.....	19
3. MATERIAIS E MÉTODOS.....	83
3.1 Materiais.....	85
3.2 Método.....	87
4. RESULTADOS.....	95
4.1 Ensaio de resistência ao cisalhamento.....	97
4.2 Análise morfológica da superfície da dentina na região fraturada após o teste de resistência ao cisalhamento.....	100
5. DISCUSSÃO.....	105
6. CONCLUSÃO.....	115
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	119
APÊDICE.....	129

LISTA

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

%	- por cento
et al.	- e outros (abreviatura de et alli)
±	- mais ou menos
kgf/cm ²	- quilograma força por centímetro quadrado
°C	- graus Celsius
cm/min	- centímetro por minuto
mm/min	- milímetro por minuto
MPa	- Mega Pascal
EDTA	- ácido etilenodiaminotetracético
Cm	- centímetro
cm ²	- centímetro quadrado
mm	- milímetro
mm ²	- milímetro quadrado
teste <i>t</i>	- teste estatístico (student)
4-META	- 4 - Metacriloxietil Trimelitano
MMA	- Anidro Metil Metacrilato
TBB	- Tri Butil Burano
ANOVA	- teste estatístico (<i>Analysis Of Variance</i>)
p< 0,05	- probabilidade menor que 5 por cento
p> 0,05	- probabilidade maior que 5 por cento
p≥0,05	- probabilidade maior ou igual a 5 por cento
p< 0,01	- probabilidade menor que 1 por cento
h	- hora
s	- segundo
min	- minuto
Bis-GMA	- bisfenol A glicidil metacrilato

RESUMO

RESUMO

O objetivo deste trabalho foi avaliar a resistência ao cisalhamento de quatro sistemas de união e analisar em M.E.V. o aspecto morfológico da superfície da dentina. Foram usadas 80 faces vestibulares e linguais de terceiros molares, incluídas em resina de modo que o esmalte ficasse saliente, o qual foi desgastado até expor uma superfície de dentina de aproximadamente 5mm de diâmetro. Um papel adesivo com um orifício no centro com 4mm de diâmetro foi colado sobre a dentina, delimitando a área a ser tratada com os sistemas de união Single Bond (3M), Solid Bond (Kulzer), Bond 1 (Jeneric/Pentron) e Etch&Prime 3.0 (Degussa), de acordo com as instruções dos fabricantes. Com o auxílio de uma matriz de silicone foi realizada a restauração, com forma de cilindro (4 mm de diâmetro X 5 mm de altura), sobre a superfície tratada, usando o compósito indicado pelo fabricante para cada sistema. Após 24 horas armazenadas em água à temperatura ambiente, as amostras foram levadas à máquina EMIC DL 500 para ensaio de cisalhamento com velocidade de 0,5 mm/min. Três amostras de cada grupo receberam uma cobertura de ouro-paládio, sob alto vácuo, para exame em M.E.V. Os resultados foram submetidos à análise de variância e as médias comparadas pelo teste de Tukey em nível de 5% de significância. Verificou-se que os sistemas Bond 1 (7,49 MPa) e Single Bond (6,95 MPa) não diferem entre si, mas foram superiores ao Solid Bond (4,77 MPa) e ao Etch&Prime (1,33 MPa), os quais diferiram entre si. A observação em M.E.V. mostrou que as amostras tratadas com Bond 1 e Single Bond, tiveram o agente de união cobrindo toda a dentina, inclusive obliterando a entrada dos canalículos dentinários. A dentina tratada com o Solid Bond apresentou apenas parte dos canalículos dentinários fechados com o agente de união, enquanto que a dentina tratada com Etch&Prime 3.0 mostrava inúmeros canalículos dentinários abertos e a dentina intertubular coberta com, provavelmente, a lama dentinária modificada pelo adesivo. .

Palavras-chave: sistemas de união – cisalhamento - dentina

ABSTRACT

ABSTRACT

The aim of this work was to evaluate the resistance of dentin to shear bonding using four adhesive system and to analyze the morphological aspect of the dentin surface using SEM. Seventy-three buccal and lingual surfaces of third molars were used and immersed in resin in order to make the enamel on the buccal and lingual face protrude. The enamel was rubbed until an area of dentin surface of 5mm in diameter was exposed. An adhesive paper with a 4mm diameter hole in was placed on the dentin in order to mark out the area to be treated with: Single Bond (3M), Solid Bond (Kulzer), Bond 1 (Jeneric/Pentron) and Etch&Prime 3.0 (Degussa), according to the manufacturers instructions. The restoration was carried out in a cylindrical shape with a silicone matrix. After twenty-four hours in water at room temperature, the samples were tested in a EMIC DL 500 machine, at a speed of 5 mm/min. After, three samples of each group were covered with palladium-gold in vacuum conditions, for the SEM examination. The results of resistance to shear bonding were: Bond 1 - 7.49 MPa; Single Bond – 6.95 MPa; Solid Bond - 4.77 MPa and Etch&Prime 3.0 - 1.33 MPa . The former two systems did not differ significantly from each other. They were however, different from the latter two systems, which differed from each other to a level of 5% probability. During SEM examination, the whole dentin of samples treated with Bond 1 and a Single Bond was covered with adhesive, which even obliterated the entrance of dentinal tubules. With Solid Bond, approximately 50% of the tubules appeared closed with the adhesive, while with Etch&Prime 3.0, many tubules were open and the intertubular dentin was probably covered by the smear layer modified by the adhesive. The analysis of the results enabled us to conclude that the adhesive systems that modify the smear layer have no power to penetrate the inter-tubular dentin and dentinal tubules. We were also able to conclude that the adhesive systems that eliminate smear layer are more effective regarding resistance to shear bonding.

Key words: adhesive system, shear bonding, dentin.

1 - INTRODUÇÃO

1. INTRODUÇÃO

Na Odontologia e, em especial, na Dentística Restauradora, há muito tempo vêm sendo realizados estudos na tentativa de se conseguir fazer com que os materiais restauradores resinosos sejam efetivamente unidos às estruturas dentais.

Os primeiros passos foram dados na metade da década dos anos 50, quando Buonocore (1955), antes da aplicação da resina acrílica ao esmalte dentário, condicionou-o com ácido ortofosfórico a 85%, cuja ação resultou na formação de irregularidades superficiais onde a resina acrílica penetrava e se mantinha unida.

Com o passar do tempo, a união ao esmalte foi sendo aperfeiçoada com o surgimento de outros ácidos condicionadores, em diversas concentrações e aplicados por tempos diferentes (HAMID et al., 1996). Além disso, houve o surgimento de resinas fluídas com maior capacidade de penetração nas microporosidades criadas na superfície do esmalte condicionado, promovendo um elo de ligação entre o tecido dental e o material restaurador, diminuindo-se consideravelmente a infiltração marginal na interface dente-resina e, com isso, conseguindo-se melhor estética e maior longevidade à restauração (CASTELNUOVO et al., 1996).

No entanto, em relação à união à dentina, nessa época preconizava-se que as paredes pulpare e/ou axial do preparo cavitário fossem protegidas, pois o ácido condicionador não podia ser aplicado diretamente sobre a dentina, para não causar danos irreversíveis à polpa, devido à remoção da lama dentinária, com conseqüente abertura dos túbulos e possível penetração bacteriana em direção ao tecido pulpar (VAN MEERBEEK et al. 1992; PASHLEY, 1993; PERDIGÃO & SWIFT Jr., 1994).

Os primeiros sistemas de união eram aplicados diretamente sobre a lama dentinária e tinham como objetivo buscar a adesão química com esse substrato. No entanto, estes sistemas adesivos demonstraram modesta resistência de união à dentina em estudos laboratoriais e, clinicamente, foram considerados inadequados por causa da hidrólise do agente de união em ambiente bucal (SORENSEN & DIXIT, 1991; PASHLEY et al., 1993).

O desenvolvimento desses adesivos, no entanto, foi tal que, as últimas gerações preconizam o condicionamento ácido total de esmalte e dentina, levando à remoção da lama dentinária e aumento da abertura dos túbulos dentinários, e conseqüentemente, o aumento também da permeabilidade dentinária e umidade superficial (GWINNETT, 1992; CHAPPELL et al., 1994; GWINNETT, 1994; GORACCI et al., 1994; GWINNETT et al., 1996; FERRARI et al., 1997).

Esses novos sistemas de união possuem na composição componentes hidrófobos e hidrófilos. São compostos na maioria das vezes por um *primer* hidrófilo e um agente de união, que são aplicados sobre a superfície dentinária após a lavagem do ácido condicionador. A busca pela umidade que permanece na dentina lavada após o condicionamento ácido, leva o componente hidrófilo até o interior da região descalcificada, interpondo-se entre as fibras colágenas e permitindo a penetração da resina fluida (agente de união), formando uma união micromecânica entre a dentina e o material restaurador (EICK et al., 1992; SWIFT Jr. & TRILO Jr., 1992; PERDIGÃO et al., 1993; SENDA et al., 1995; TAY et al., 1996).

Visando facilitar e diminuir o tempo de trabalho (segundo os fabricantes) surgiram novas formulações de sistemas de união chamados de “passo único”, nos quais os componentes hidrófilos e hidrófobos estão acondicionados em um único frasco. Inicialmente funcionam como um *primer*, devido à alta fluidez e, após a volatilização do solvente (álcool ou acetona), tornam-se viscosos, semelhantes ao agente de união.

Mais recentemente surgiram os *primers* condicionantes, que funcionam como um agente condicionador e agente de união contidos em um único ou em dois frascos, sendo que no momento da aplicação, mistura-se uma gota de cada frasco. Atuam descalcificando a dentina devido ao baixo pH, que é neutralizado pela capacidade tampão da dentina. Assim, penetram na camada superficial da dentina e após a polimerização, unem-se a esse substrato.

Hoje em dia, existem muitas marcas comerciais de sistemas de união com formulações diferentes. Em vista disso, o objetivo deste estudo foi comparar a resistência ao cisalhamento da união dentina-compósito, utilizando diferentes sistemas de união e verificar a morfologia da região de desunião.

UNICAMP
BIBLIOTECA CENTRAL
SEÇÃO CIRCULANTE

2- REVISÃO DA LITERATURA

2. REVISÃO DE LITERATURA

BUONOCORE, em 1955, apresentou um método simples para aumentar a adesão da resina acrílica à superfície de esmalte. Verificou que a adesão de discos de resina acrílica à superfície do esmalte era maior quando este tecido dental era condicionado com ácido fosfórico a 85%, por 30 segundos, em relação as amostras que não recebiam nenhum tratamento ácido previamente à colocação da resina acrílica. O autor explicou que o fenômeno ocorreu em função do grande aumento da área superficial devido à ação do ataque ácido, além do aumento da capacidade de umedecimento da superfície, permitindo assim, contato íntimo da resina acrílica com o esmalte.

Em 1956, BUONOCORE et al., relataram propriedades de uma resina capaz de se unir à superfície da dentina humana. Eles utilizaram dentes humanos incluídos em resina acrílica e desgastados até se obter uma área plana de dentina sobre a qual colocaram uma folha de alumínio, delimitando a área a ser avaliada. Esta área foi coberta com uma camada de resina com cerca de 1,0 a 1,5 mm de espessura e em seguida foi deixada polimerizar. A resistência de união da resina foi obtida, em Kgf/cm^2 , pela medida da força aplicada num ângulo reto sobre a superfície da dentina até a remoção da resina. Eles observaram que o adesivo de resina acrílica se uniu fortemente à superfície dentinária. A força de união pode ser praticamente duplicada pelo condicionamento ácido da dentina, antes da aplicação do adesivo resinoso. Esta união também mostrou ter boa resistência após imersão em água. Para a superfície dentinária sem tratamento, inicialmente, a união foi de 28 Kgf/cm^2 e foi reduzida para 15 Kgf/cm^2 após 3 meses de imersão em água. Já para as superfícies tratadas com condicionador ácido, a resistência de união inicial foi de 53 kgf/cm^2 e foi reduzida para 28 kgf/cm^2 após 5 meses de imersão em água. Os autores concluíram que é sugestivo que esta união seja devida a uma combinação química entre um dos constituintes do

adesivo e a matéria orgânica da dentina e que o tempo de imersão afeta adversamente a resistência de união.

PASHLEY, em 1984, realizou um estudo onde fez uma série de considerações sobre a lama dentinária, tais como, definição, produção, métodos de remoção, implicações funcionais nos materiais restauradores e sua influência na sensibilidade e permeabilidade da dentina. Quando a dentina é cortada por um instrumento rotatório, a matriz desmineralizada fragmenta-se produzindo considerável quantidade de restos, entre os quais, pequenas partículas de matriz mineralizada e colágeno que se espalham sobre a superfície da dentina formando uma camada denominada lama dentinária. Sua espessura varia dependendo do fato se a dentina é cortada seca ou úmida, da quantidade e composição da solução irrigadora usada, do tamanho e forma da cavidade e do tipo de instrumento usado; clinicamente ela varia de 1 a 5 micrometros. Sua remoção pode ser feita através de ácidos ou soluções quelantes. A vantagem da sua remoção é que os túbulos dentinários são abertos, o que pode aumentar a retenção da futura restauração. Além disso, a superfície do colágeno é exposta facilitando uma possível ligação covalente com os novos *primers* experimentais. A desvantagem está no fato de que sua remoção retira a barreira física contra a penetração bacteriana nos túbulos dentinários. No entanto, os novos adesivos podem penetrar nos túbulos abertos e na dentina intertubular desmineralizada, obliterando-os e formando uma película que, além de impedir a invasão bacteriana, aumenta a retenção do material restaurador. O autor chegou à conclusão em seu trabalho, de que a lama dentinária ocupa uma posição estratégica na Dentística Restauradora. Ela está presente na interface da maioria dos materiais restauradores com a matriz dentinária. Devido ao fato de que ela é muito fina e solúvel em ácido, não é aparente no exame em microscopia ótica nas amostras processadas rotineiramente. Provavelmente por isso, é que ela tem recebido pouca atenção dos profissionais que se dedicam à Dentística Restauradora. Há dois pontos de vista extremos com respeito à lama dentinária. Um é de que ela é benéfica, produzindo uma película cavitária que reduz a

permeabilidade dentinária muito mais efetivamente do que muitos dos vernizes cavitários. O outro extremo é de que a lama dentinária interfere na deposição ou união dos materiais restauradores à dentina e que ela pode servir como depósito de microorganismos. Ambos os pontos de vista são tidos como corretos na Literatura. O primeiro é o mais apropriado para os clínicos que usam comumente avaliar os materiais pela microinfiltração e pela falta de união à estrutura dental. O segundo pode ser mais correto para o futuro quando realmente os materiais adesivos restauradores estiverem em uso rotineiro.

KUROSAKI et al., em 1990, observaram em microscopia eletrônica de varredura, os efeitos do condicionamento ácido sobre a estrutura dentinária. Foram usados trinta dentes humanos extraídos com lesão de cárie, a qual foi removida com brocas esféricas em baixa rotação, levando em conta a evidenciação com a solução detectora de tecido cariado aplicada durante 10 segundos tantas vezes quantas foram necessárias para não corar mais a dentina. A camada opaca da parte superior da dentina cariada não corável foi, com isso, exposta. Em outros trinta dentes, igualmente cariados, o preparo cavitário foi levemente aprofundado até alcançar a camada transparente, definida como uma zona transparente, logo após a camada opaca, devido à presença de cristais intratubulares. As cavidades foram condicionadas com ácido fosfórico a 40% por 60 segundos lavadas com jatos de ar/água por 15 segundos e secas com seringa de ar por 15 segundos. A seguir aplicou-se o Clearfil New Bond e restaurou-se com o Clearfil F II. Como grupo controle, outros 10 dentes não cariados receberam o mesmo processo de preparo cavitário. Todas as amostras foram preparadas para exame em microscopia eletrônica de varredura. Os resultados mostraram que as superfícies desgastadas com brocas de aço, em todos os três tipos de dentina (opaca, transparente e não cariada) foram cobertas com lama dentinária, com algumas fendas que indicavam a localização da abertura dos canalículos. Quando condicionados, a abertura dos túbulos da dentina não cariada mostraram orifícios abertos sem fundo aparente, enquanto que as

aberturas da camada opaca mostraram orifícios cegos. A maior parte da abertura dos canalículos da camada transparente mostrava depressões em forma de anel com profundidade menor. Um aumento maior mostrou que o orifício da camada opaca era cônico e possuía um fundo aparentemente sólido. O correspondente *tag* de resina era uma proeminência cônica e mostrava uma depressão profunda e ôca no topo. Os autores concluíram que o condicionamento ácido do assoalho da cavidade clínica, usando um sistema de restauração conservativo, não aumenta consideravelmente a permeabilidade da dentina e melhora a união da resina aos tecidos dentais e o selamento da abertura dos canalículos dentinários.

Em 1991, SORENSEN & DIXIT realizaram um estudo, *in vitro*, comparando a resistência ao cisalhamento de 10 sistemas de união e cimentos de ionômero de vidro. Foram utilizados 10 molares humanos recém-extraídos para cada sistema de união, armazenados em solução fisiológica. Os dentes foram incluídos em resina e a face vestibular desgastada até formar uma superfície plana de dentina. Cada material foi aplicado conforme as recomendações do fabricante e foram realizadas restaurações em forma de cilindro com resina ou com cimento de ionômero de vidro. As amostras foram armazenadas por 21 dias em água a 37°C, e depois termocicladas 1500 vezes. Logo após, foram realizados os testes de resistência ao cisalhamento na máquina de ensaio Instron com velocidade de 0,127cm/min. Os valores médios obtidos foram, em ordem decrescente: Vitrabond (3M) - 8,78 MPa; Tenure (pó - Den-Mat) - 6,96 MPa; Scotchbond 2 - 4,51 MPa; Ketac-bond - 4,08 MPa; Tenure (líquido - Den-Mat) - 3,10 MPa; Ziommer LC (pó e líquido - Den-Mat) - 2,21 MPa; Scotchbond (3M) - 1,23 MPa; Dentin Adhesit (Vivadent) - 0,89 MPa; Ziommer LC (pasta/pasta - Den-Mat) - 0,24 MPa e Gluma (Bayer) - 0,21 MPa. As médias encontradas foram todas diferentes entre si. Apenas um dos materiais (Vitrabond - média 8,78 MPa) atingiu aproximadamente a metade do valor de resistência ao cisalhamento em esmalte, do grupo controle (Scotchbond 2 - média 18,67 MPa).

EICK et al., em 1991, analisaram fotomicrografias da camada de lama dentinária e da interface dentina-adesivo de sistemas de união com resistência ao cisalhamento entre 5 e 7 MPa, chamados de primeira geração: Scotchbond Dual Cure (3M), Dentin Adhesit (Vivadent) e Gluma (Miles). Para o estudo foram usados terceiros molares inclusos recém-extraídos que tiveram a superfície dentinária alisada com lixa de granulação 320 e tratada com os sistemas de união de acordo com as recomendações do fabricante. Em seguida, as amostras foram preparadas para exame em microscopia eletrônica de varredura e de transmissão. A observação antes do uso dos sistemas de união mostrou a lama dentinária sobre uma dentina desorganizada, geralmente com menos de 2 micrometros de espessura, com partículas orgânicas e hidroxiapatita acumulada na superfície. Na parte mais externa, o colágeno foi aparentemente desnaturado e apresentava aparência de gel. Após o uso do Scotchbond, a microscopia eletrônica de transmissão mostrou a sua penetração parcial na lama dentinária. Ele não a modifica nem a substitui em grande escala. Após o uso de Dentin Adhesit, notou-se que a lama dentinária permaneceu intacta, mas o condicionador atravessou-a, formando uma distinta zona de penetração. No entanto, o Dentin Adhesit não tem capacidade de penetração e esta é, provavelmente, uma das razões de produzir fraco poder de união. Sua interface dentina-adesivo mostrou-se com considerável porosidade, revelando que ele falha ao não conseguir penetrar na lama dentinária condicionada. No caso do Gluma, o uso do condicionador (EDTA) provocou a remoção quase completa da lama dentinária, mostrando uma fina microestrutura na região intertubular. Aparentemente, o agente de união penetrou nesta microestrutura em alguns casos, selando alguns túbulos dentinários. Os autores concluíram que o processo de umedecimento e a espessura da superfície dentinária que o adesivo penetra, seja a lama dentinária normal, seja a modificada ou a superfície de dentina em que a lama dentinária foi removida pelo condicionamento, têm um papel preponderante na força de união final entre a dentina e adesivo. Devido ao fato de que há apenas uma pequena ou nenhuma evidência de que ocorra união covalente entre algum dos três sistemas de união

apresentados e a dentina, o processo inicial de umedecimento, a penetração do adesivo e a força da superfície dentinária tratada, parecem ser de extrema influência na determinação da força de união final.

Em 1992, PRATTI & PASHLEY avaliaram a resistência ao cisalhamento do Scotchbond 2 (3M), Clearfil Photo Bond (Kuraray), Tenure (Den-Mat), All-Bond (Bisco) e Vitrabond (3M). Avaliaram também a permeabilidade, umidade e espessura dentinária. Foram usados terceiros molares extraídos e armazenados em solução salina isotônica a 4°C até serem seccionados transversalmente na união cimento-esmalte e amelo-dentinária. O tecido pulpar foi retirado e o dente foi incluído em resina de modo a permitir a fixação em um aparelho para simular a pressão pulpar. A permeabilidade dentinária foi calculada pela velocidade do escoamento do líquido e a umidade da superfície foi avaliada com o auxílio de um instrumento chamado Periotron. A espessura da dentina foi medida através do uso de uma pinça calibrada. A resistência ao cisalhamento foi feita após 24 horas de armazenagem sob pressão hidrostática pulpar. Os resultados mostraram que houve correlação significativa entre umidade, permeabilidade e espessura da dentina e resistência ao cisalhamento no caso do Scotchbond 2, Tenure e All-Bond (não condicionado). Entre os outros adesivos não houve correlação aparente. Os autores demonstraram que o grau de umidade da superfície dentinária tem relação direta com a permeabilidade dentinária e com a espessura da dentina remanescente após a remoção da lama dentinária. O estudo apresentou como importância clínica o fato de que a dentina profunda é mais úmida que a superficial e requer mais atenção em termos do tipo de tratamento e da escolha do sistema de união dentinária.

GWINNETT & KANCA, em 1992, realizaram um estudo para verificar se havia relação entre resistência de união ao cisalhamento sobre a dentina e a criação de uma camada híbrida, que representaria a difusão da resina dentro deste substrato. Para isto, utilizaram 4 sistemas de união à dentina: 2 que preservavam e/ou modificavam a *smear layer* (Prisma Universal Bond 3 e XR Bonding) e dois que removiam a *smear layer* (All Bond e Tenure). Também

utilizaram 4 marcas comerciais de resina composta, indicada pelo fabricante para o respectivo adesivo: APH, Herculite, P-50 e Marathon. Empregaram 90 dentes molares humanos, divididos em 9 grupos, sendo 7 grupos (1-7) para o ensaio em dentina e 2 grupos (8 e 9) em esmalte. Os dentes foram incluídos em gesso pedra e desgastados com lixa de papel de carbeto de silício de granulação 320 até se obter uma superfície plana de esmalte ou dentina (1 mm do limite amelo-dentinário). Em seguida foi delimitada uma área de 0,178 cm² com uma fita adesiva contendo um orifício central. Nos grupos 1 e 2 foram utilizados os sistemas adesivos All Bond e Tenure, seguindo as instruções do fabricante. Os grupos 3 e 4 foram similares aos grupos 1 e 2, mas os condicionadores ácidos foram descartados. No grupo 5, o material All Bond foi aplicado sobre a dentina umedecida com um algodão. Nos grupos 6 e 7 foram aplicados respectivamente os sistemas adesivos P.U.B.3 e XR Bonding de acordo com as instruções do fabricante. Já para os grupos 8 e 9 (esmalte) somente os materiais All Bond e P.U.B.3 foram utilizados. Após o tratamento superficial do esmalte ou dentina, foram confeccionados cilindros da resina composta correspondente ao adesivo que foram polimerizados em camadas de 1 mm com o aparelho Maxilite (Dentsply). As amostras foram então armazenadas em um banho d'água a 37°C por 24 horas, até serem levadas a uma máquina de ensaio universal (Instron, modelo 1123) com velocidade de 5 mm/min. Paralelamente, foram realizadas observações da superfície fraturada com auxílio de microscopia eletrônica de varredura. Os resultados obtidos foram analisados usando o método ANOVA e o teste t Student's, e indicaram que os materiais que removem a *smear layer* (All Bond e Tenure) foram superiores estatisticamente ($p < 0,05$) aos materiais que preservaram e/ou removeram a *smear layer* (P.U.B.3 e XR Bonding). Em esmalte não houve diferença estatística entre os grupos 8 e 9 (All Bond e P.U.B.3). Nos grupos 3 e 4 (All Bond e Tenure sem o condicionador ácido), a resistência de união ao cisalhamento foi estatisticamente inferior àquela obtida com os grupos 1 e 2 (com o condicionador ácido). Já no grupo 5 (All Bond), cujas amostras tiveram a superfície dentinária umedecida, os valores foram estatisticamente superiores

aos demais grupos, devido a natureza hidrófila dos componentes do produto, o que levou à penetração deste material no interior da dentina, propiciando a ocorrência de uma falha coesiva na dentina. Para os grupos do All Bond e Tenure que seguiram as recomendações do fabricante, a falha foi adesiva na interface resina/dentina, mas as irregularidades na dentina sugeriram que a falha fosse coesiva. Já para os demais grupos em dentina, a falha sempre foi adesiva na interface resina/dentina, indicando nenhuma interação do adesivo com o interior da dentina. Com isso, concluem que a remoção da *smear layer* é essencial para a difusão do adesivo no interior da dentina, principalmente se ela estiver úmida.

GWINNETT, em 1992, comparou a resistência ao cisalhamento de cinco sistemas de união contendo *primer* com propriedades hidrófilas, sendo três deles contendo acetona. Foram usados 40 molares, formando 4 grupos de 10 dentes cada, armazenados em álcool a 70% até 3 semanas após a extração e lavados em água corrente 24 horas antes do uso. As coroas foram cortadas transversalmente de maneira a deixar 1 a 2mm de dentina sobre a câmara pulpar. Uma área circular de 0,178024 cm² foi tratada com os sistemas de união avaliados conforme instruções do fabricante e, a seguir, foi confeccionada uma restauração de compósito em forma de cilindro sobre ela. As amostras foram colocadas em água a 37°C por 24 horas e depois submetidas ao teste de resistência ao cisalhamento na máquina de ensaio Instron com velocidade de 5mm/min. As amostras foram examinadas em microscopia eletrônica de varredura para determinar o tipo de fratura. Os resultados, para dentina seca e úmida respectivamente, foram: All-Bond (Bisco) - 20,01 MPa e 28,91 MPa; Amalgambond (Parkell) - 19,77 MPa e 26,02 MPa; Mirage Bond (Chameleon) - 5,53 MPa e 24,09 MPa; Tenure (Den-Mat) - 18,10 MPa e 28,53 MPa e Gluma (Bayer) - 9,39 MPa e 0,0 MPa. Os quatro primeiros sistemas de união citados mostraram aumento estatisticamente significativo com relação à resistência ao cisalhamento quando aplicados à dentina úmida. No caso do Mirage Bond o valor quadruplicou (5,53 MPa para 24,09 MPa). Os valores para o Gluma ficaram comprometidos pela presença de umidade. Pode-se concluir que, provavelmente,

a acetona facilita a penetração completa e mais profunda da resina adesiva na dentina, aumentando a retenção micromecânica. O Amalgambond, que se torna fortemente hidrófilo pela presença de acetona, é conhecido por formar uma união mecânica substancial devido à uma camada superficial de dentina rica em resina (camada híbrida). O Gluma, cuja hidrofilicidade aparentemente não tem as mesmas características comportamentais dos outros sistemas, tem isso evidenciado na falta de união à dentina úmida. O exame em microscopia eletrônica de varredura mostrou que o local das fraturas, nas amostras de dentina seca, foi predominantemente na interface dentina/*primer* (adesivo) mostrando uma superfície relativamente lisa com alguns túbulos dentinários parcialmente fechados e outros totalmente obliterados. Nas amostras em dentina úmida, 40 a 60% das fraturas aconteceram com falha na dentina profunda (falha coesiva).

Em 1992, VAN MEERBEEK et al. investigaram a interface entre adesivo resinoso e superfície dentinária pré tratada com 25 sistemas adesivos comerciais. Este estudo foi baseado em observações de microscopia eletrônica de varredura (M.E.V.) e categorizou os sistemas adesivos morfologicamente e esclareceu seu mecanismo de adesão. Eles utilizaram terceiros molares humanos que tiveram suas raízes seccionadas e a superfície oclusal desgastada com lixas de granulação 600 até se obter uma área plana de dentina. As superfícies das amostras foram tratadas em seguida com todos os sistemas adesivos estudados de acordo com as orientações do fabricante. Em seguida foram incluídos em resina epóxica e cortados perpendicularmente na área tratada. As superfícies obtidas foram então polidas com lixas de granulação 600, e preparadas para a observação em M.E.V.. Pelas amostras observadas, os autores classificaram os sistemas adesivos em três grupos. No primeiro grupo de produtos, houve a remoção da camada de *smear layer* e a formação de uma camada híbrida de resina dentro da dentina. Entre os produtos deste grupo estão o All Bond e All Bond 2 (Bisco), o Scotchbond 2 (3M), o Syntac (Vivadent), o Dentheseive (Kulzer), o Tenure (Den-Mat) e o Gluma (Bayer Dental). No segundo grupo de produtos, notou-se a preservação ou modificação da camada de *smear layer*. Os túbulos

dentinários foram obliterados com *plugs* formados de partículas globulares de *smear layer*, envolvida pelos monômeros hidrofílicos dos adesivos, os quais têm afinidade por componentes orgânicos e inorgânicos da dentina. Neste grupo se situam novamente o All Bond e All Bond 2 (Bisco), o Prisma Universal Bond (Espe), o Prisma Universal Bond 2 e 3 (Caulk-Dentsply) e o Pertac Universal Bond (Espe). No terceiro grupo de produtos, a camada de *smear layer* foi parcialmente dissolvida, criando uma fina camada de dentina impregnada por resina ou por *plugs* de *smear layer*. Neste grupo estão os produtos XR Bonding (Kerr), Imperva Bond (Shofu) e J&J LC Dentin Enamel BA (Johnson & Johnson). Os autores concluem ressaltando que neste estudo ficou claro que a aplicação dos mais recentes sistemas adesivos induzem a mudanças estruturais na morfologia da superfície dentinária, criando uma interface retentiva chamada de camada híbrida. Esta zona de interdifusão oferece locais para a copolimerização com a resina composta e, conseqüentemente, promove uma proteção em potencial para o tecido pulpar.

SWIFT & TRIOLO JÚNIOR, em 1992, avaliaram, *in vitro*, a resistência ao cisalhamento do sistema de união Scotchbond Multi-Usso (3M) ao esmalte e dentina úmidos e secos. Foram usados 10 molares humanos extraídos para a união ao esmalte e 20 para testar união à dentina. Depois de incluídos em blocos de resina, foram cortados transversalmente e a superfície dentinária planificada com lixas de granulação 320, 400 e 600. Em metade das amostras o Scotchbond Multi-Usso foi aplicado conforme instruções do fabricante, isto é, a superfície foi seca com jatos de ar depois da lavagem do agente condicionador. Na outra metade a superfície foi seca com papel absorvente, ficando umidade visível antes da aplicação do *primer*. Após isso, foram confeccionados cilindros de compósito sobre a superfície de dentina tratada e depois termociclados 300 vezes. Os testes foram realizados em uma máquina de ensaio Instron com a velocidade de 5mm/min. As médias obtidas foram: esmalte seco- 14,2 MPa e úmido- 17,0 MPa; dentina seca- 17,8 MPa e úmida- 21,8 MPa. A análise estatística pelo teste *t* mostrou que os valores para seco e úmido, tanto para esmalte como para dentina

não foram estatisticamente diferentes. Praticamente todas as fraturas do grupo de dentina foram coesivas, tanto na resina como na dentina. Os autores concluíram que o Scotchbond Multi-Use tem forte união ao esmalte e dentina quando a superfície permanece úmida após o condicionamento.

HARNIRATTISAI et al., em 1992, realizaram um estudo com o objetivo de investigar a estrutura da interface entre os adesivos de compósitos e a dentina após a remoção do tecido cariado e do condicionamento ácido. As amostras foram confeccionadas com 10 molares humanos extraídos com lesão de cárie moderada na oclusal, a qual foi totalmente retirada com o auxílio de uma solução detectora de tecido cariado. O ácido fosfórico gel a 37% foi aplicado sobre a superfície por 60 segundos, lavado por 10 segundos com jato de água e seco com ar comprimido por 15 segundos. A seguir foi aplicado o Clearfil Photo Bond (Kuraray) por 30 segundos, fotopolimerizado por 30 segundos e aplicada uma resina de baixa viscosidade, o Protect Liner (Kuraray) e fotopolimerizada por 60 segundos. Os dentes foram seccionados ao meio e preparados para o exame em microscopia eletrônica de varredura, o qual revelou a formação da camada híbrida, isto é, uma superfície dentinária descalcificada e impregnada de adesivo. Esta camada foi encontrada mais extensamente na área onde os túbulos estavam vazios em comparação com aquela área onde os túbulos estavam obliterados e foi encontrada, também, mais delgada nas paredes laterais da cavidade onde os túbulos dentinários corriam paralelos à superfície da cavidade. Não foi encontrada relação entre largura da camada híbrida e dureza da dentina após a remoção do tecido cariado. Supõe-se, então, que a extensão da desmineralização pelo condicionamento ácido e a subsequente impregnação do adesivo no interior da dentina intertubular formando a camada híbrida está, provavelmente, relacionada com o grau de abertura e direção dos canalículos dentinários.

EICK et al., em 1992, realizaram a segunda parte de um trabalho no qual verificaram a resistência de união ao cisalhamento de 4 sistemas adesivos: 2 sistemas adesivos comerciais (Tenure, Dent-Mat, e Mirage Bond, Chamaleon) e 2 experimentais (um baseado em oxalato férrico e outro em oxalato de alumínio).

Para isto, utilizaram dentes humanos do grupo dos terceiros molares que foram seccionados no terço oclusal com um disco diamantado, incluídos em resina acrílica ativada quimicamente e desgastados com lixas de carbeto de silício de granulação 320 para simular a formação de *smear layer*. Em seguida, a superfície dentinária foi tratada com os 4 sistemas adesivos seguindo as recomendações dos fabricantes. Também foram preparadas amostras para a observação em microscopia eletrônica de varredura e de transmissão. Os autores verificaram que os resultados de resistência de união ao cisalhamento alcançados com estes sistemas adesivos (entre 8 a 14 MPa) foram superiores àqueles alcançados com os sistemas adesivos do estudo prévio. Os sistemas adesivos usados neste estudo aumentaram e melhoraram o umedecimento e a natureza hidrófila. A capacidade de umedecimento do sistema adesivo parece ser um dos fatores mais importante no sucesso dos adesivos atuais. Os autores ainda reconheceram que os sistemas adesivos de Bowen contribuíram significativamente nos avanços da adesão com a dentina e no ganho de conhecimentos necessários para o desenvolvimento de sistemas adesivos melhores.

Em um estudo *in vitro*, realizado em 1992, KANCA III avaliou a resistência de união ao esmalte e à dentina utilizando o sistema All Bond (Bisco) em substrato úmido e seco, condicionado com ácido fosfórico a 10% e 37%. Foram usados 60 molares extraídos e armazenados em água a 4°C. Os dentes foram incluídos em resina acrílica e 50 deles tiveram suas faces oclusais cortadas afim de expor uma superfície de dentina que foi desgastada com lixa de granulação 320. Os outros 10 dentes formaram o grupo de união ao esmalte. Os primeiros 50 dentes foram divididos em cinco grupos de 10 dentes cada, onde constam respectivamente: concentração do ácido, tempo de condicionamento, tempo de lavagem e tempo de secagem. Grupo 1: 10%, 30 segundos, 10 segundos, 10 segundos; Grupo 2: 10%, 30 segundos, 10 segundos, 3 segundos; Grupo 3: 10%, 30 segundos, 10 segundos, úmido; Grupo 4: 37%, 15 segundos, 10 segundos, 10 segundos; Grupo 5: 37%, 15 segundos, 10 segundos, úmido; Grupo 6: 37%, 15 segundos, 10 segundos, 10 segundos. Em todas as amostras foi aplicado o

adesivo de acordo com as instruções do fabricante e foi confeccionada uma restauração em forma de cilindro. Após 24 horas de armazenagem em água a 37°C foi feito o teste de resistência ao cisalhamento na máquina de ensaio universal Instron com velocidade de 5mm/min. As médias resultantes foram: Grupo 1 - 16,38 MPa $\pm$ 6,59; Grupo 2 - 16,11 MPa $\pm$ 6,42; Grupo 3 - 29,34 MPa $\pm$ 4,09; Grupo 4 - 3,35 MPa $\pm$ 2,14; Grupo 5 - 25,01 MPa $\pm$ 6,50 e Grupo 6 - 30,43 MPa $\pm$ 5,11. A análise mostrou que o valor do Grupo 4 (seca - 3,35 MPa) foi significativamente menor que os dos Grupos 1 e 2 (seca - 16,38 e 16,11 MPa) os quais não foram diferentes entre si, mas foram significativamente menores que os dos Grupos 3 e 5 (úmidos - 29,34 e 25,01 MPa). Verificou-se ainda, que a diferença entre as amostras secas (16,38, 16,11 e 3,35 MPa) e as úmidas (29,34 e 25,01 MPa) foi significativa estatisticamente. Os autores salientaram que os dados apresentados sugerem que a presença de umidade é desejável. Os dados indicaram também que a força de união da resina à dentina, pode exceder a força coesiva da própria dentina. Os autores concluíram que, quando as superfícies dentinárias estavam completamente secas, não houve interação com a água.

NAKABAYASHI et al., em 1992, investigaram a adesão do agente adesivo 4-META / MMA-TBB e a influência do pré-tratamento da dentina com a solução 10-3 (ácido cítrico 10% e cloreto férrico 3%) por 10 e 30 segundos utilizando dentes humanos vivos cariados e não cariados. Dois pacientes de 56 e 57 anos de idade, com vários dentes cariados ou não e que estavam comprometidos periodontalmente e indicados para extração, serviram como voluntários para o estudo. Eles foram anestesiados e a superfície vestibular foi desgastada para expor uma camada de dentina que foi condicionada com a solução 10-3 por 10 ou 30 segundos e em seguida, aplicado o adesivo Superbond, da C&B (4-META / MMA-TBB) de acordo com as instruções do fabricante. Os dentes foram extraídos logo após e foram preparados para a observação em M.E.T.. Os resultados revelaram a formação de uma camada híbrida de resina-dentina, criada pela impregnação e encapsulamento dos cristais de hidroxiapatita. A adesão *in vivo* foi considerada durável, pois as observações em M.E.T. foram comparáveis àquelas

observadas em dentina bovina. Foi notado também neste estudo que a dentina vitalizada exibiu maior resistência à desmineralização pela solução ácida que um dente extraído. Além disso, os dentes cariados foram mais facilmente dissolvidos que os dentes não cariados.

Através do exame em microscopia eletrônica de varredura, GWINNETT, em 1993, realizou uma pesquisa visando determinar quantitativamente, o papel da infiltração do adesivo na união à dentina condicionada. Foram usados 40 terceiros molares superiores extraídos formando 4 grupos de 10 dentes. Trinta dentes foram seccionados transversalmente ao meio da coroa e a superfície dentinária planificada com lixa de granulação 600. No grupo 1, a lama dentinária foi deixada intacta; no grupo 2, ela foi retirada com o ProphyJet; no grupo 3 a dentina foi condicionada com ácido fosfórico a 10% por 20 segundos. O grupo 4 teve a coroa fraturada transversalmente na mesma região em que os outros grupos foram cortados. Todas as amostras foram incluídas em blocos de resina e armazenadas em água por 24 horas. Usando a técnica da dentina úmida, todas as superfícies foram tratadas com o sistema de união All Bond 2, conforme instruções do fabricante e, a seguir, restauradas com compósito em forma de cilindro. Após 24 horas em água a 37°C, realizou-se o teste de resistência ao cisalhamento numa máquina de ensaio universal Instron com uma velocidade de 5mm/min. A análise estatística mostrou que: grupo 1 - 10,24 MPa $\pm$ 2,98; grupo 2 - 20,37 MPa $\pm$ 4,62; grupo 3 - 32,68 MPa $\pm$ 7,12 e grupo 4 - 26,77 MPa $\pm$ 4,85. O menor valor foi do grupo onde a lama dentinária ficou intacta e o maior, do grupo onde a lama dentinária foi retirada através do condicionamento ácido. Todas as quatro médias foram estatisticamente diferentes entre si. ($p < 0,05$). No exame em microscopia eletrônica de varredura, o grupo 1 não mostrou evidência de penetração de adesivo no interior da dentina nem a presença visível de canalículos. No grupo 2, houve a remoção da lama dentinária e os túbulos apareceram expostos; no entanto, 98% deles estavam preenchidos pela lama dentinária. No grupo 3, os túbulos estavam expostos e houve penetração do adesivo para o seu interior. No grupo 4, houve remoção da lama dentinária,

abertura e alargamento dos túbulos, a dentina intertubular foi desmineralizada e estava porosa, evidenciando o caráter reticular da matriz dentinária. Somente neste grupo houve evidência da penetração do adesivo na dentina peri e intertubular. Os autores concluíram que metade da força de união dada pela infiltração do adesivo pode ser atribuída à penetração no canalículo e a outra metade à hibridização ou penetração na matriz dentinária intertubular.

Em 1993, PERDIGÃO et al., avaliaram, *in vitro*, os efeitos do tipo de condicionamento ácido, da umidade da superfície e do tipo de compósito sobre a resistência ao cisalhamento dos sistemas de união All Bond 2, Amalgambond e Clearfil Photo Bond. Foram usados 200 molares humanos, ao quais foram incluídos em blocos de resina e as coroas seccionadas transversalmente até expor uma superfície de dentina. Foram formados 3 grupos: 80 amostras com All Bond 2, 80 amostras com Amalgambond e 40 amostras com Clearfil Photo Bond. Este último grupo foi condicionado com ácido fosfórico a 40% durante 15 segundos. Metade do grupo do All Bond 2 e do Amalgambond foi condicionada com ácido fosfórico a 10% durante 15 segundos e a outra metade com ácido cítrico a 10% e cloreto férrico a 3% (10/3) durante 10 segundos. Metade das amostras de cada grupo teve a dentina seca com ar e a outra metade teve a dentina mantida úmida. Todas as superfícies de dentina foram cobertas com os sistemas de união e, a seguir, confeccionou-se cilindros de compósito na área de união. As amostras foram armazenadas em água destilada à temperatura ambiente por 1 semana, termocicladas 500 vezes e submetidas ao teste de resistência ao cisalhamento na máquina de ensaio universal Instron com a velocidade de 5mm/min. No grupo do All Bond 2, o mais alto valor foi obtido através do condicionamento com ácido fosfórico a 10%, superfície úmida e compósito híbrido ($22,5 \text{ MPa} \pm 6,7$); no grupo do Amalgambond foi o do condicionamento ácido com a solução 10/3, dentina úmida e compósito híbrido ($19,0 \text{ MPa} \pm 10,9$); no grupo do Clearfil Photo Bond, os dentes com dentina úmida com compósito microfill, seca com compósito microfill, seca com compósito híbrido

e úmida com compósito híbrido não diferiram estatisticamente ($11,9 \text{ MPa} \pm 7,0$; $9,4 \text{ MPa} \pm 5,1$; $10,9 \text{ MPa} \pm 9,7$ e $9,2 \text{ MPa} \pm 4,9$). Os autores concluíram que o tipo de compósito tem grande influência na resistência de união, pois os maiores valores foram obtidos com os compósitos híbridos. A superfície úmida também contribuiu para a alta resistência de união. O uso do condicionador de dentina recomendado pelo fabricante foi importante para obter bons resultados com o Amalgambond e com o All Bond 2. O Clearfil Photo Bond apresentou baixa resistência de união em comparação com os outros sistemas; no entanto, não foi influenciado pelas variáveis experimentais.

Em 1993, STANINEC e KAWAKAMI, utilizaram os testes de cisalhamento e tração feitos em intervalos de tempos diferentes (3min, 1h, 24 hs, 30 dias, 90 dias e 180 dias) e o teste de microinfiltração para verificar a efetividade de uma resina de baixa viscosidade em dois sistemas de união com: 1) Bis-GMA/HEMA e 2) PNDM/NTG-GMA. Foram usados molares humanos cuja face oclusal foi cortada expondo a superfície de dentina que foi planificada com lixa de granulação 600. Após o tratamento da superfície foi confeccionada uma restauração com compósito em forma cilíndrica. As amostras foram divididas em 4 grupos: Grupo T-M: Primer - NTG-GMA a 4% e 15% de água em acetona; solução A do Tenure; PNDM a 10%; solução B do Tenure; Adesivo - BIS-GMA e Visar Seal. Grupo K-LVR-P: *Primer* - N-Metacriloil - 5 ácido amino salicílico em álcool etílico e AS Primer; Adesivo - BIS-GMA com MDP; Clearfil Photo Bond. Grupo K-P: *Primer* - N-Metacriloil-5- ácido amino salicílico em álcool etílico e AS Primer; Adesivo - Adesivo: BIS-GMA com MPD; Clearfil PhotoBond. Grupo SP-P50: Adesivo - BIS-GMA a 65,2% e HEMA a 37,5%; Scotchbond 2. As amostras foram submetidas, em tempos diferentes após a restauração, ao teste de cisalhamento e tração a uma velocidade de 0,5mm/min. Os resultados do teste de cisalhamento, respectivamente para os tempos citados no início foram: Grupo T-M : $8,7 \text{ MPa} \pm 1,7$; $10,3 \text{ MPa} \pm 1,8$; $12,3 \text{ MPa} \pm 2,1$; $11,9 \text{ MPa} \pm 2,8$; $12,2 \text{ MPa} \pm 4,3$ e $11,3 \text{ MPa} \pm 2,1$. Grupo K-LVR-P: $7,8 \text{ MPa} \pm 2,3$; $8,3 \text{ MPa} \pm 2,6$; $9,7 \text{ MPa} \pm 2,4$; $8,7$

MPa $\pm$ 1,2; 9,9 MPa $\pm$ 2,4 e 9,6 MPa $\pm$ 1,3. Grupo K- P: 5,0 MPa $\pm$ 2,3; 5,8 MPa $\pm$ 2,2; 7,3 MPa $\pm$ 1,3; 7,5 MPa $\pm$ 2,5; 7,6 MPa $\pm$ 3,8 e 7,5 MPa $\pm$ 2,9. Grupo SB-P50: 3,0 MPa $\pm$ 1,3; 3,1 MPa $\pm$ 1,5; 6,4 MPa $\pm$ 2,8; 8,3 MPa $\pm$ 3,3; 7,0 MPa $\pm$ 2,4 e 6,9 MPa $\pm$ 3,3 . Os resultados do teste de cisalhamento mostraram, na comparação entre os grupos, que os testes imediatos para os grupos T-M e K-LVR-P apresentaram valores maiores que os dos grupos K-P e SB-P50. Nos testes após 24 horas houve diferença, mas sua magnitude é menor. Na comparação entre os tempos, para um mesmo grupo, nota-se que nos grupos K-LVR-P e K-P não houve diferença estatisticamente significativa. No grupo SB-P50, houve uma diferença muito grande entre os tempos 3min e 30 dias. Nos testes de tração houve diferença entre o grupo T-M (nos três primeiros tempos: 11,0 MPa $\pm$ 2,2; 12,1 MPa $\pm$ 2,6 e 12,8 MPa $\pm$ 3,1) e os demais grupos. Os efeitos da resina de baixa viscosidade podem ser notados nas diferenças entre os grupos K-P (5,7 MPa $\pm$ 1,5; 6,4 MPa $\pm$ 2,2 e 7,0 MPa $\pm$ 1,2) e K - LVR-P (8,0 MPa $\pm$ 1,7; 8,5 MPa $\pm$ 1,9 e 10,1 MPa $\pm$ 1,0 nos três primeiros tempos de medição. Nos resultados de microinfiltração, o grupo K-LVR-P mostrou o menor valor mas não diferiu do grupo T-M. No entanto, eles foram diferentes dos grupos K-P e SB-P50. Os autores concluíram que a maior vantagem do grupo K-LVR-P, em termos práticos, sobre os outros sistemas, é que ele pode ser usado simultaneamente em dentina e esmalte, considerando que pode ser difícil para o profissional, principalmente em classe II, confinar o tratamento à uma superfície de esmalte ou dentina.

PASHLEY et al., em 1993, pesquisaram a sub-estrutura da dentina fraturada comparando-a com uma dentina coberta com uma camada de lama dentinária, antes e depois do condicionamento ácido, examinando-as em microscopia eletrônica de varredura para identificar as porosidades da superfície da dentina. Foram usados molares humanos extraídos, armazenados em solução salina isotônica a 4°C por 3 semanas e cortados transversalmente até a metade e depois fraturados, de maneira a formar duas metades, uma com corte e lama dentinária e outra fraturada e sem lama dentinária. Foram formados 4 grupos: Grupo I - dentina fraturada, condicionada e úmida: Grupo II - dentina fraturada,

condicionada e seca com ar; Grupo III - dentina cortada, com lama dentinária, condicionada e úmida e Grupo IV - dentina cortada, com lama dentinária, condicionada e seca com ar. O condicionamento foi feito com ácido fosfórico a 37%. As amostras foram fixadas em formaldeído a 10% por 12 horas e preparadas para o exame em microscopia eletrônica de varredura. Os resultados mostraram no grupo I, que os orifícios dos túbulos dentinários abertos tinham menos de 1 micrometro de diâmetro e estavam rodeados por matriz dentinária peritubular com espessura de 1 micrometro. A dentina intertubular revelou uma superfície mineralizada rugosa com porosidades ocasionais. O condicionamento ácido alargou o orifício tubular até 3 micrometros devido à perda de dentina peritubular e aumentou a porosidade da dentina inter e peritubular com exposição de fibras colágenas. O grupo II mostrou colapso ou condensação das fibras colágenas provocada pela secagem com ar o que não aconteceu com o grupo I. O exame do grupo III, com lama dentinária, não mostrou a presença de canalículos. Quando seco, a aparência continuou a mesma. Quando o grupo III foi condicionado e a lama dentinária removida, surgiram as aberturas dos túbulos até 2 a 3 micrometros. A dentina intertubular mostrou numerosos poros. O Grupo IV mostrou perda da lama dentinária e a dentina intertubular mostrou zonas alternadas porosas e não porosas. O exame com maior aumento dessas zonas porosas revelou que os poros foram criados pela remoção de minerais ao redor das fibras colágenas que, às vezes, apareciam unidas. Estas superfícies estavam cobertas com uma fina, lisa e amorfa camada. Os autores concluíram que o substrato ideal para unir o adesivo à estrutura dental pode ser a dentina desmineralizada logo abaixo da superfície que foi condicionada e deixada úmida. Concluíram ainda que, quando o ácido condicionador remove a fase mineral da dentina, ela muda radicalmente sua composição, com a água substituindo os cristais de apatita.

Em 1994, PERDIGÃO et al. avaliaram a resistência de união ao cisalhamento de quatro sistemas adesivos sobre a dentina humana com diferentes graus de calcificação e observaram com o auxílio de microscopia eletrônica de

varredura (M.E.V.), a interface dentina/compósito. Foram usados neste estudo, 120 dentes humanos do grupo dos molares que tiveram as superfícies oclusais desgastadas com lixas de carbeto de silício de granulação 240, 400 e 600, até se obter uma área plana de dentina. As amostras foram divididas em 3 grupos de 40 dentes e cada grupo recebeu tratamento diferente. Um grupo teve a superfície dentinária deixada intacta. Outro grupo recebeu tratamento superficial com solução mineralizante, e finalmente um terceiro grupo teve a superfície tratada com solução desmineralizante. Em seguida, as amostras foram incluídas em anéis com resina acrílica ativada quimicamente. Cada grupo foi dividido em 4 subgrupos com 10 amostras cada, ou seja, um sistema adesivo para cada subgrupo. Os sistemas adesivos usados foram: Scotchbond Multi-Purpose (3M), All Bond 2 (Bisco), Prisma Universal Bond 3 (Dentsply) e Amalgambond Plus (Parkell). Os sistemas adesivos foram aplicados de acordo com as recomendações do fabricante, ou seja, a superfície dentinária permaneceu úmida para os grupos com Amalgambond Plus, All Bond 2 e Scotchbond Multi-Purpose. Foram confeccionados cilindros da resina composta Command Ultrafine, da Kerr e Z100, da 3M com o auxílio de uma matriz de cápsula de gelatina de diâmetro interno de 4,85 mm. As amostras foram termocicladas e armazenadas em água a 37°C por 7 dias até serem levadas a uma máquina de ensaios universal (Instron) com velocidade de 5,0 mm/min. para verificar a resistência de união ao cisalhamento. Após a fratura, as amostras foram preparadas para a observação em M.E.V.. Os resultados obtidos foram analisados pelo teste ANOVA e de Duncan's. Os autores verificaram que as médias para cada sistema adesivo, foram estatisticamente superiores em dentina normal quando comparadas com a dentina desmineralizada ou hipermineralizada. A resistência de união ao cisalhamento foi significativamente maior para a dentina hipermineralizada do que para a dentina desmineralizada para todos os sistemas adesivos, com exceção para o Prisma Universal Bond 3, que foi semelhante.

Usando dentina humana, TAY et al., em 1994, investigaram, *in vivo*, através de microscopia eletrônica de varredura, a interface dentina-adesivo e

adesivo-resina composta, com o sistema de união All Bond 2 (Bisco) através do condicionamento ácido total e da técnica da união úmida (dentina com umidade visível na superfície). Vinte premolares com extração ortodôntica indicada foram selecionados e nos dentes foram preparadas cavidades classe V com 4mm de diâmetro. O sistema de união All Bond 2 foi usado de acordo com as instruções do fabricante e as cavidades restauradas com compósito Z 100 (3M) pela técnica incremental. Após 21 a 28 dias, os dentes foram extraídos e preparados para o exame em microscopia eletrônica de varredura. As amostras mostraram claramente a formação de uma camada de dentina impregnada com resina adesiva (camada híbrida) medindo de 2 a 8 micrometros de espessura. A aplicação do ácido fosfórico a 10% na dentina vital provocou a remoção da lama dentinária que normalmente oblitera a entrada dos canalículos dentinários. Além disso, provocou a abertura do orifício pela completa desmineralização da dentina peritubular além da desmineralização da dentina intertubular. Os autores concluíram que o *primer* contendo acetona foi capaz de umedecer completamente a superfície dentinária. A acetona deslocou a água e/ou o fluido dentinário, em uma situação *in vivo*, conduzindo o *primer* hidrófilo até o interior da dentina. A evidência clínica apresentada neste trabalho apoia o uso potencial do All Bond 2 como um efetivo selante e agente desensibilizador de dentina.

Em 1994, CHIGIRA et al., examinaram a eficiência da união à dentina de dois sistemas: KB-100 (Kuraray) e Scotchbond Multi-Use (3M) comparando com os efeitos sobre a dentina do auto condicionamento de dois *primers* experimentais contendo Phenyl-P (metacriloxietil-hidrogênio-fenil-fosfato) diluído em HEMA (hidroxietil- metacrilato) ou GM (gliceril-metacrilato). O *primer* experimental Phenyl-P foi preparado diluindo-o em solução aquosa de HEMA a 35% ou solução de GM nas concentrações de 5, 10 ou 20%. Foram usados dentes humanos extraídos, cuja dentina proximal foi exposta e nela preparada uma cavidade cilíndrica com aproximadamente 3mm de diâmetro por 1,5mm de profundidade. Suas paredes foram tratadas com *primer* experimental auto-condicionante por 10, 20 ou 30 segundos e completamente secas. Após isso, foi

aplicado o sistema de união e restaurado com compósito. A seguir, foi feito o exame da interface para observar a presença de fendas (*gaps*) provocadas pela contração de polimerização do compósito. No grupo do GM, houve adaptação com 30 segundos de aplicação quando a concentração do Phenyl-P foi igual ou superior a 10%. Quando a concentração foi 5%, não houve a formação de fendas com o tempo de 20 segundos de aplicação, embora tenha se observado a presença de fendas com os tempos de 10 e 30 segundos. No grupo do HEMA não houve formação de fendas com a concentração de 20% com o tempo de 10, 20 e 30 segundos. No entanto, houve formação de fendas quando a concentração foi igual ou menor que 10%. Foi evidente a formação de fendas em aproximadamente metade das amostras tratadas com os dois sistemas de união comerciais. Nos testes de resistência à tração as médias variaram entre $16,3 \text{ MPa} \pm 5,6$ e $20,7 \text{ MPa} \pm 5,1$, não havendo diferença estatisticamente significativa ($p < 0,05$). A análise de microdureza Vickers, após a aplicação do *primer*, variou entre $93,2\% \pm 5,5$ e $61,8\% \pm 11,6$, comparado com a dureza antes do tratamento. A redução da dureza em proporção ao tempo de aplicação tende a ser maior no grupo do HEMA do que no do GM. Somente um grupo (Phenyl-P a 10% diluído em HEMA e aplicado por 30 segundos foi diferente dos outros. No entanto, a redução da dureza da dentina devido ao auto-condicionamento, não teve correlação significativa com a formação de fendas ou com a resistência à tração. A observação em microscopia eletrônica de varredura mostrou que, no grupo GM, a lama dentinária não foi completamente removida quando o *primer* foi aplicado por 10 segundos na concentração do Phenyl-P entre 5 a 20%. No tempo de 30 segundos houve remoção da lama dentinária e a entrada dos canalículos ficou exposta, mas não houve alargamento. No grupo do HEMA, a lama dentinária foi removida e as aberturas dos canalículos foram alargadas, em uma camada superficial de 5 micrometros de profundidade quando a concentração do Phenyl-P foi de 20%, com o tempo de aplicação da 10 a 30 segundos. Isto não ocorreu no grupo do Phenyl-P em concentração de 10%. No grupo do Phenyl-P em concentração de 5%, a lama dentinária não foi removida completamente, em um

tempo de aplicação de 30 segundos. Os autores concluíram sugerindo que, em situações clínicas, o auto-condicionamento da dentina com os *primers* experimentais mencionados no trabalho poderia ser feito depois do condicionamento das margens cavitárias em esmalte com ácido fosfórico gel de alta viscosidade.

GWINNETT, em 1994, investigou o efeito da secagem com ar e o reumedecimento da dentina sobre a resistência da união de um sistema à dentina, e determinou qual a extensão da rede de fibras colágena mais externa e a área de superfície da dentina condicionada que contribuem para a resistência interfacial. Foram formados 12 grupos com 10 terceiros molares humanos em cada grupo. Os dentes foram incluídos em resina acrílica e sua coroa cortada transversalmente de modo a expor a superfície de dentina. Os grupos 1 a 6 foram condicionados com ácido fosfórico a 10% por 20 segundos e lavados com jato ar/água. A variável nesses grupos foi a forma de tratamento imediatamente após a lavagem do ácido condicionador e antes da aplicação do *primer*. Grupo 1 (controle) - secagem com bolinha de algodão; Grupo 2 - secagem com ar por 10 segundos; Grupo 3 - secagem com ar por 30 segundos; Grupos 4 e 5 - secagem com ar por 10 e 30 segundos respectivamente e imediatamente reumedecidos por 5 segundos; Grupo 6 - foi esfregado hipoclorito de sódio a 5% por 2 minutos para remover o colágeno, lavado por 30 segundos e seco com papel absorvente. Os grupos 7 a 12 não foram condicionados. No grupo 7, a dentina foi seca com papel absorvente antes da aplicação do *primer* e serviu como controle para os grupos 8 e 9, nos quais a dentina foi seca com ar por 10 segundos e reumedecida. O grupo 10 foi tratado com hipoclorito de sódio por 2 minutos. Os grupos 11 e 12 foram submetidos ao jato de bicarbonato de sódio para remover a lama dentinária, sendo que no grupo 12 foi aplicado o hipoclorito de sódio após o jato. Após isso, foi aplicado o sistema de união All Bond (Bisco) em uma área delimitada de 0,178cm² em todas as amostras e realizadas restaurações com resina composta. Depois de armazenadas em água a 37°C por 24 horas, foram realizados os testes de resistência à união na máquina de ensaio Instron com

velocidade de 5mm/min. Foram obtidos os seguintes valores para os grupos de 1 a 12, respectivamente: (1) - 24,20 MPa $\pm$ 2,03; (2) - 19,83 MPa $\pm$ 5,42; (3) - 11,56 MPa $\pm$ 4,93; (4) - 25,38 MPa $\pm$ 3,89; (5) - 24,66 MPa $\pm$ 4,54; (6) - 25,97 MPa $\pm$ 3,61; (7) - 21,54 MPa $\pm$ 4,07; (8) - 14,62 MPa $\pm$ 3,55; (9) - 16,95 MPa $\pm$ 4,04; (10) - 13,67 MPa $\pm$ 4,39; (11) - 18,78 MPa $\pm$ 3,62 e (12) - 19,87 MPa $\pm$ 2,03. A análise mostrou que os grupos condicionados, secos e reumedecidos (4, 5 e 6) apresentaram valores não diferentes estatisticamente dos do grupo controle (1) o que não aconteceu com os grupos 2 e 3, secos, que apresentaram valores estatisticamente diferentes entre si e com o grupo controle. O exame morfológico mostrou relação entre área de superfície e força de união e que, embora a zona externa da dentina desmineralizada rica em colágeno não contribua para a resistência interfacial por si só, sua integridade morfológica e condição de umidade tem um papel significante para se conseguir uma ótima união.

Também em 1994, PERDIGÃO & SWIFT Jr. realizaram um estudo onde verificaram se a forma de apresentação e a concentração do gel do ácido fosfórico, afetava a resistência de união ao cisalhamento à dentina, utilizando o sistema adesivo Clearfil Photo Bond, que contém em sua composição um éster fosfonado. Eles utilizaram géis de ácido fosfórico de alta (32% e 40%) e baixa concentração (10%) contendo sílica ou polímeros como espessante. Também verificaram, neste estudo, a resistência de união ao cisalhamento do sistema Clearfil Liner Bond, o qual inclui o Photo Bond. Como amostras utilizaram 60 dentes humanos do grupo dos molares, que foram incluídos em resina acrílica ativada quimicamente. Em seguida as amostras foram desgastadas com lixas de papel de carvão de silício de granulação 240, 400 e 600 até expor uma área plana de dentina. No passo seguinte, as 60 amostras foram divididas em 6 grupos. No grupo 1, as amostras tiveram a camada de *smear layer* preservada e serviram como controle; no grupo 2, as amostras foram condicionadas com gel de ácido fosfórico a 40% por 15 segundos e tendo sílica como espessante; no grupo 3, as amostras foram condicionadas com ácido fosfórico a 32%, tendo polímeros como espessante; nos grupos 4 e 5, as amostras foram condicionadas com ácido

fosfórico a 10%, contendo, respectivamente, polímeros e sílica como espessantes; e no grupo 6, as amostras foram condicionadas com um agente 10/20 Ca (ác. cítrico a 10% + cloreto de cálcio a 20%) por 40 segundos, lavadas por 15 segundos e secas com jato de ar, aplicando em seguida o SA Primer. No passo seguinte, o Clearfil Photo Bond foi aplicado em todos os grupos como o fabricante recomenda; somente no grupo 6, o Protect Liner foi aplicado e fotopolimerizado por 20 segundos. Cápsulas de gelatina nº4 foram usadas como matriz para se condensar inicialmente duas camadas da resina composta Pertac-Híbrido (ESPE) e em seguida 1 camada da resina composta Herculite XRV. Após 48 horas, as amostras foram termocicladas 1000 vezes em banhos variando de $10^{\circ}\pm 5^{\circ}\text{C}$ e $50^{\circ}\pm 5^{\circ}\text{C}$ e levadas em seguida numa máquina de ensaios universal (Instron) com velocidade de 5 mm/min.. Os resultados obtidos indicaram que não houve diferença estatística significativa entre os grupos que variaram a concentração e o tipo de espessante do gel. Ainda pelos resultados, os autores verificaram que a média dos grupos que utilizaram ácido fosfórico girou em torno de 5,2 MPa a 7,6 MPa, enquanto que o grupo que utilizou a solução 10/20 Ca teve uma média de 15,9 MPa e foi estatisticamente superior aos demais grupos. Já o grupo 1 (controle) teve uma média de 1,3 MPa e foi estatisticamente inferior aos demais grupos. A explicação dada pelos autores para estes resultados foi o fato do ácido fosfórico desmineralizar a superfície dentinária em cerca de 5 μm , enquanto a solução 10/20 Ca desmineralizou somente 1 a 1,5 μm . Concluem ainda, que o conteúdo de cálcio influencia a união do produto Clearfil Photo Bond à dentina e talvez isto explicaria estes resultados.

Em 1994, WATANABE et al. verificaram, através dos testes de tração (Grupo I) se as diferentes concentrações de Phenyl-P misturadas ao HEMA em concentração de 30% e usadas como condicionadores de dentina, melhoram a união da resina adesiva à lama dentinária. As amostras foram também examinadas em microscopia eletrônica de transmissão (Grupo II). Para o grupo I foram usados incisivos bovinos, cujas faces vestibulares foram desgastadas com lixas de granulação 400 e 600 e a superfície dentinária foi tratada com HEMA a

30% com Phenyl-P em concentrações de 0, 5, 10, 20, 30 e 40% (5 amostras em cada grupo) durante 1 minuto. A seguir, foram aplicados o agente adesivo e o compósito. As amostras foram armazenadas em água a 37°C por 24 horas e depois submetidas à tração na máquina de ensaio universal Autograph DSS 500 (Shimadzu), com velocidade de 1mm/min. O Grupo II recebeu o mesmo tratamento do Grupo I; algumas amostras foram fraturadas e, em outras, desgastou-se a dentina com lixa de granulação 180 para formar lama dentinária e, num terceiro grupo, foram desgastadas com lixa de granulação 600. No teste de tração, as médias obtidas foram, respectivamente para cada percentagem de concentração do Phenyl-P: 4,7 MPa $\pm$ 1,9 (0%); 4,7 MPa $\pm$ 2,2 (5%); 6,4 MPa $\pm$ 1,4 (10%); 10,4 MPa $\pm$ 1,8 (20%); 9,7 MPa $\pm$ 2,2 (30%) e 10,6 MPa $\pm$ 2,9 (40%). Nas três menores concentrações não houve diferença significativa entre si ($p < 0,05$). O mesmo ocorreu nas três maiores concentrações. No entanto, houve diferença estatística entre o grupo de menor e o de maior concentração. A observação em microscopia eletrônica de transmissão da dentina fraturada sem lama dentinária, da dentina com leve quantidade de lama dentinária e da dentina com lama compacta, demonstrou que o Phenyl-P com HEMA a 30% desmineralizou a superfície dentinária pela dissolução parcial dos cristais minerais ao redor das fibras colágenas. Quando aplicado sobre a lama dentinária, o sistema a desmineralizou e a incorporou, penetrando um pouco na dentina subjacente, criando uma camada híbrida contendo a lama dentinária original. Os autores concluíram afirmando que este *primer*-condicionador de passo único oferece várias vantagens sobre outros sistemas de união por permitir uma solução simples que serve tanto para condicionador como para funcionar como *primer*.

CHARLTON & BEATTY, em 1994, compararam, *in vitro*, a resistência de união ao cisalhamento de dois sistemas adesivos sobre a dentina humana seca ou úmida. Para isto, utilizaram 60 dentes humanos do grupo dos molares que tiveram suas superfícies oclusais desgastadas até se obter uma área plana de dentina. Os dentes foram divididos em 2 grupos de 30 dentes cada. Em um dos grupos foi utilizado o produto Scotchbond Multi-Purpose (3M) e no outro o

Optibond (Kerr). Cada grupo foi dividido em dois subgrupos: em um, a dentina foi deixada seca, e em outro, úmida. Após a aplicação e polimerização de cada sistema adesivo, foram construídos cilindros de resina composta sobre a área avaliada. As amostras foram armazenadas em água à temperatura ambiente, por 48 horas, e então termocicladas. Após uma semana, as amostras foram submetidas ao ensaio de cisalhamento numa máquina de ensaios universal (Tinius Olsen, model 1000), numa velocidade de 0,5mm/min. Os resultados foram submetidos à análise estatística, e indicaram que não houve diferença nos valores de resistência de união ao cisalhamento para os grupos com dentina seca ou úmida. Com isso, os autores concluíram que para estas novas gerações de sistemas adesivos, a presença de umidade sobre a superfície dentinária não compromete, a curto prazo, a resistência de união.

GWINNETT & YU, em 1994, verificaram a resistência ao cisalhamento de quatro sistemas de união à dentina, usando como padrão a resistência coesiva da dentina ($36,31 \text{ MPa} \pm 7,03$). Além disso, avaliaram a infiltração e a presença de fendas na interface dente-restauração. Para a primeira finalidade foram formados 5 grupos de 10 molares em cada grupo. Com exceção do grupo controle, os dentes foram cortados transversalmente para expor a superfície dentinária e uma área circular de $0,178 \text{ cm}^2$ foi delimitada com fita isolante. Em dois grupos, Optibond Dual Cure (Kerr) e Scotchbond Multi-Uso (3M) foi feito o condicionamento ácido antes de se usar o *primer*. Nos dois outros grupos, ART Bond (Coltene/Whaledent) e Prisma Universal Bond 3 (Caulk/Dentsply), fez-se somente a aplicação do *primer*. Logo após, nos quatro grupos, confeccionou-se uma restauração em compósito na área de união. O grupo controle foi feito com cilindros de dentina ($0,145 \text{ cm}^2$) preparados com brocas sob refrigeração. As médias da resistência ao cisalhamento foram: Optibond Dual Cure: $24,35 \text{ MPa} \pm 4,98$; Scotchbond Multi-Uso: $25,22 \text{ MPa} \pm 5,21$; Art Bond: $28,63 \text{ MPa} \pm 5,52$; Prisma Universal Bond 3: $15,57 \text{ MPa} \pm 2,46$ e grupo controle (força coesiva da dentina): $36,31 \text{ MPa} \pm 7,03$. A análise mostrou que não houve diferença estatística entre o Art Bond, o Optibond e o Scotchbond Multi-Uso. Apenas o valor

do Prisma Universal Bond 3 foi diferente estatisticamente dos outros grupos. Todos os quatro grupos foram estatisticamente diferentes do grupo controle ($p < 0,05$). As restaurações de classe V realizadas para observar o segundo objetivo não mostraram evidência de infiltração sugerindo que não existiu descontinuidade na interface das margens cavo-superficiais. No entanto, houve incidência de fendas no assoalho dos preparos cavitários em igual quantidade para todos os grupos exceto para o Prisma Universal Bond 3 onde houve uma grande tendência. Os autores concluíram afirmando que há um importante equívoco nos achados deste trabalho. Existe uma aparente associação entre os valores encontrados nas amostras e a ausência de infiltração. A interpretação, no entanto, foi baseada na avaliação de uma secção longitudinal da restauração. Tal corte não leva em consideração a interface da restauração na totalidade.

Em 1994, GORACCI et al., mostraram a penetração do sistema de união Scotchbond Multi-Usó (3M) no interior das estruturas tubulares da dentina e a difusão da resina fluida nos túbulos mesmo na presença da pressão dos fluidos dentinários. Para o teste *in vitro*, foram usados 15 dentes com extração indicada por razões periodontais, nos quais foram confeccionadas cavidades classe V e divididos em três grupos de cinco dentes cada grupo. No grupo 1, houve o condicionamento com ácido malêico por 15 segundos e lavagem com jato de ar/água por 15 segundos. Nos grupos 2 e 3 as cavidades foram tratadas com Scotchbond Multi-Usó conforme as instruções do fabricante. No grupo 3 foi feita a restauração com o compósito Z 100. Posteriormente, as amostras foram preparadas para o exame em microscopia eletrônica de varredura. Para o teste *in vivo*, 5 dentes foram selecionados, nos quais foram preparadas cavidades idênticas aos grupos anteriores e tratadas com o mesmo sistema de união sendo, mais tarde extraídos e preparados para o exame em microscopia eletrônica de varredura. Os resultados mostraram no grupo 1, remoção total da lama dentinária, inclusive nos canalículos e alargamento da abertura dos mesmos. No grupo 2, notou-se que a resina fluida penetrou nos túbulos dentinários até uma profundidade de 10 micrometros e, em uma ampliação, notou-se a firme junção

entre agente de união e dentina peritubular. O grupo 3 mostrou que a resina fluida pode reproduzir todos os detalhes da dentina devido a baixa viscosidade. Em microscopia eletrônica de varredura, notou-se que a parte interna da restauração era composta por longas projeções resinosas (*tags*) com até 100 micrometros em algumas regiões e que a resina uniu-se à estrutura fibrilar da dentina intertubular induzindo a formação de uma camada híbrida de 5 micrometros. O grupo 4 (*in vivo*), na sua parte mais interna, mostrou a presença de projeções resinosas (*tags*) em forma cônica, com 5 micrometros, com uma superfície irregular. Os autores concluíram que é evidente a vantagem dos adesivos dentinários que requerem o condicionamento ácido da dentina e a subsequente penetração da resina no interior dos túbulos, o que protege a polpa da infiltração de bactérias e substâncias tóxicas.

CHAPPELL et al., em 1994, através do uso de microscopia eletrônica de varredura, verificaram os efeitos dos tratamentos da superfície dentinária de seis sistemas de união: All Bond 2 (Bisco - com e sem condicionamento ácido), Syntac (Vivadent), Prisma Universal Bond 3 (Caulk/Dentsply), Scotchbond Multi-Use (3M), Tenure Solution (Den-Mat) e Adhesive By Choice (Chameleon). Foram usados terceiros molares (3 amostras por produto) cujas coroas foram cortadas transversalmente expondo uma superfície dentinária que foi planificada com lixa de granulação 320. Os três dentes de cada grupo foram tratados da seguinte maneira: um foi apenas condicionado com ácido; no segundo foi feito condicionamento ácido e aplicado o *primer*; e, no terceiro, feito o condicionamento e aplicado o *primer* e o adesivo. Isto para permitir a observação, em M.E.V., dos efeitos de cada passo do procedimento. Os resultados obtidos foram: All Bond 2 (com condicionamento): remoção da lama dentinária com alguns canalículos ainda obliterados; o *primer* penetrou cerca de 10 micrometros e fechou os túbulos formando projeções (*tags*). All Bond 2 (sem condicionamento): não houve remoção da lama dentinária, nem formação de camada híbrida ou projeções (*tags*); o *primer* foi aplicado sobre a lama dentinária e o adesivo sobre ele formando uma camada com aproximadamente 60 micrometros de espessura.

Syntac: houve remoção parcial da lama dentinária (devido ao uso do *primer* que contém ácido malêico) e a abertura de alguns túbulos com pequena ou nenhuma desmineralização da dentina peritubular; o adesivo cobriu totalmente a superfície com uma espessura de 40 micrometros. Prisma Universal Bond 3: o *primer* modificou a lama dentinária não havendo linha de demarcação entre os dois com espessura de 5 micrometros; o adesivo aplicado formou uma camada de 30 micrometros de espessura. Scotchbond Multi-Usa: removeu a lama dentinária, aumentou a abertura dos túbulos e desmineralizou a dentina removendo os cristais de hidroxiapatita, deixando as fibras colágenas; houve a formação da camada híbrida e projeções (*tags*) com espessura total de 110 micrometros. Tenure Solution: remoção da lama dentinária com abertura dos túbulos; o *primer* cobriu a superfície fechando os canalículos com uma camada de 5 a 10 micrometros de espessura. Adhesive By Choice: houve a remoção da lama dentinária com abertura de alguns túbulos. A camada formada pelo adesivo foi de 10 micrometros de espessura. Não houve evidência de formação de camada híbrida, nem de projeções (*tags*).

Considerando que as propriedades de penetração dos sistemas de união dentinária podem ter importante função no mecanismo de união à dentina, FERRARI et al., em 1994, avaliaram a relação micromorfológica entre a dentina *in vivo* e *in vitro*, após a aplicação de dois novos sistemas de união em restaurações de classe II: Gluma 2000 (Pekafill) e Scotchbond Multi-Usa (Z100). Para o teste *in vivo*, foram usados 12 molares (6 superiores e 6 inferiores) periodontalmente comprometidos, nos quais foram preparadas cavidades classe II com a parede cervical 1mm abaixo da junção cimento-esmalte. Foram formados dois grupos de 6 dentes para cada sistema de união sendo que a aplicação foi feita de acordo com as orientações do fabricante. Após 24 horas os dentes foram extraídos, lavados e armazenados em solução de cloramina a 1% a 22°C por, no mínimo 2 e no máximo, 7 dias. Para as amostras *in vitro* foram usados 12 molares humanos, com preparo cavitário, uso dos sistemas de união e restauração idênticos aos do grupo *in vivo*. Após isso, as amostras foram preparadas para observação em

microscopia eletrônica de varredura, onde apresentou os seguintes resultados: a dentina intertubular condicionada foi corretamente preenchida pelos dois sistemas de união, tanto *in vivo* quanto *in vitro*. Pequenas projeções de resina (*tags*) foram encontradas nos canalículos dentinários das paredes cavitárias laterais. No fundo das cavidades foram observadas algumas áreas nas quais as projeções de resina alcançavam até 100 micrometros, tanto *in vivo* quanto *in vitro*.

Em 1994, PERDIGÃO & SWIFT examinaram a morfologia do substrato dentinário, após a utilização de vários sistemas adesivos recentes, através da utilização da microscopia eletrônica de varredura. Os sistemas adesivos usados foram o All Bond 2 (Bisco), Amalgambond (Parkell), Gluma 2000 (Bayer), Optibond (Kerr) e o Scotchbond Multi Purpose (3M Dental). Estes produtos foram aplicados sobre a estrutura dentinária seca e umedecida seguindo as recomendações de cada fabricante. Após, foi aplicada uma camada da resina composta Silux Plus (3M Dental) sobre os produtos e fotopolimerizadas por 40 segundos. As amostras foram armazenadas por 24 horas à temperatura ambiente, sendo então cortadas longitudinalmente num micrótomo para tecidos duros (Silverstone-Taylor) e desmineralizadas parcialmente numa solução de ácido hidrolórico 6N por 30 segundos. Secções transversais também foram obtidas das amostras da mesma maneira. Os cortes histológicos foram então cobertos com ouro-paládio sob alto vácuo para a observação em M.E.V.. Os autores verificaram que todos os condicionadores removeram a *smear layer* e formaram uma camada de resina infiltrada nesta zona desmineralizada. Além disso, verificaram que quando a dentina estava visivelmente úmida, a formação de prolongamentos na região intertubular da dentina, foi mais evidente.

Em 1995, TITLEY et al., examinaram em microscopia eletrônica de varredura, a ultraestrutura e a composição das projeções de resina (*tags*) na dentina condicionada e, também observaram a coloração usando o corante Alcian Blue. Foram usados terceiros molares humanos e incisivos bovinos extraídos cuja superfície vestibular foi desgastada até expor a dentina que foi planificada com lixa de granulação 600. Essas superfícies foram condicionadas com solução

aquosa de ácido malêico em concentração de 10, 5, 2,5, 1 e 0,5% e ácido fosfórico em concentração de 37, 10, 5 e 1%, durante 15 segundos sendo, a seguir, lavados por 30 segundos e secos com um leve jato de ar e cobertos com duas camadas do *primer* do Scotchbond Multi-Usado e uma camada do adesivo. Restaurações do compósito Z100 (3M) em forma cilíndrica foram confeccionadas sobre a dentina tratada e, em seguida, submetidas ao teste de resistência ao cisalhamento com velocidade de 5mm/min. Foram formados 9 grupos com 10 amostras cada, de acordo com a concentração dos ácidos usados. Na microscopia eletrônica de varredura, as amostras fraturadas mostraram pequenas projeções (*tags*) e, em algumas delas, o seu centro mostrava-se oco com um filamento no interior. As amostras que foram desmineralizadas pelo ácido clorídrico mostraram numerosas “fibras de resina” que, em aumento maior, mostraram ter centro oco. As amostras descalcificadas pelo ácido clorídrico e coradas pelo Alcian Blue mostraram que a resina e o adesivo não são afetados pelo corante; no entanto, a base da camada híbrida e as projeções de resina mancharam de azul indicando, no primeiro caso, a falha do adesivo permitindo a infiltração e, em ambos os casos, a presença de glicosaminoglicanos. O trabalho sugeriu que há três mecanismos para a formação das projeções de resina (*tags*):

- 1 - considerando que não há presença de água, a resina fluida penetra na parte oca, formando um sólido núcleo de resina. Na microscopia eletrônica de varredura, estas projeções apresentaram-se como fibras de resina.
- 2 - considerando que há água, fluido dentinário ou processo odontoblástico, a resina fluida forma ao redor do processo odontoblástico, um núcleo que, na microscopia eletrônica de varredura, aparece com o centro oco.
- 3 - há um colapso dos constituintes obstruindo os túbulos. Como resultado, a resina fluida é capaz de somente penetrar na área afunilada provocada pelo alargamento da abertura dos canalículos em virtude do condicionamento ácido. Em microscopia eletrônica de varredura, estas projeções aparecem como pequenas pontas de resina com filamentos. Os autores concluíram dizendo que o aspecto mais importante na formação do *tag* na dentina é a capacidade que a resina tem em penetrar no

canalículo até a profundidade do funil produzido pelo agente condicionante, penetração que, sendo efetiva, pode reduzir a microinfiltração.

Em 1996, TAY, GWINNETT & WEI avaliaram, através de microscopia ótica, o aspecto morfológico de diferentes níveis de umidade superficial no uso da técnica da união úmida, após o condicionamento ácido, na interface resina-dentina, quando se usa um sistema de união contendo acetona, no caso o All Bond 2 (Bisco). Foram usados 34 terceiros molares, dos quais foram confeccionados 24 discos de dentina com aproximadamente 1 a 1,5mm de espessura, que foram planificados com lixa de granulação 600. Os discos foram condicionados com ácido fosfórico a 10% por 20 segundos, lavados por 20 segundos e sobre eles foi aplicado o All Bond 2. Formaram-se três grupos de acordo com as condições de umidade da dentina. O grupo 1 foi seco com leves jatos de ar por 3 segundos a uma distância de 20cm, não havendo sinal visível de água na superfície da dentina; no grupo 2 foi aplicado um papel absorvente, havendo sinal visível de umidade antes da aplicação do *primer*; no grupo 3, deixou-se a dentina super umedecida pela não remoção da água após a lavagem do ácido condicionante. Logo após, a mistura do *primer* A com o *primer* B do All Bond 2 foi aplicado sobre a dentina em oito camadas, secas com leves jatos de ar a 20cm de distância, durante 20 segundos e fotopolimerizadas por 20 segundos. Os resultados mostraram que as superfícies caracterizaram-se pela formação de uma camada íntegra de dentina impregnada de resina adesiva. Os túbulos dentinários estavam preenchidos por sólidos núcleos de *primer*. O excesso de umidade na superfície da dentina resultou na formação de espaços semelhantes à bolhas na interface dentina-*primer*. Uma camada de dentina intertubular impregnada de resina adesiva foi observada e, abaixo desse espaço, os túbulos estavam selados de forma incompleta. A presença de espaços vazios microscópicos na interface dentina-*primer* pode oferecer uma explicação morfológica para a diminuição observada na resistência de união quando este sistema foi aplicado sobre superfície excessivamente úmida. Os autores concluíram que há muita dificuldade em saber qual o grau ideal de umidade da

dentina para se obter uma ótima união; no entanto, um super umedecimento foi prejudicial, principalmente para o uso do sistema de união de dois frascos, com *primer* contendo acetona e usando a técnica de condicionamento ácido total e união úmida.

SENDA et al., em 1995, investigaram, *in vivo* e *in vitro*, o efeito de um *primer* de dentina - Tokuso Light Bond Primer (Tokuyama) - na união do compósito tendo como intermediário o adesivo Tokuso Light Bond. Para o teste *in vitro* foram usados dentes bovinos cuja face vestibular foi desgastada com lixa de granulação 120 até expor dentina que foi planificada com lixa de granulação 800. Essa superfície foi tratada com o Light Bond Primer em diferentes tempos (10, 20, 30 e 60 segundos) antes da aplicação do adesivo Light Bond. As amostras não tratadas serviram como grupo controle. Sobre a superfície tratada foi confeccionada uma restauração em forma de cilindro com 4mm de diâmetro por 1,5 mm de comprimento. Foram preparadas 6 amostras para cada grupo, as quais foram levadas à máquina de teste universal Autograph AG 5000D, com velocidade de 10mm/min. As interfaces foram preparadas e analisadas em microscopia eletrônica de varredura. Para o teste *in vivo* foram feitas 33 restaurações de lesões de erosão cervical com o mesmo critério citado anteriormente. Um total de 30 restaurações foram avaliadas 6 meses após e, 15 restaurações foram avaliadas 12 meses após, observando-se: retenção, estabilidade, integridade marginal, resistência à abrasão, textura superficial, sensibilidade pós-operatória e manchamento superficial. Os resultados *in vitro* mostraram aumento na resistência de união à medida que se aumenta o tempo de tratamento com o *primer*. Na microscopia eletrônica de varredura, comparando o grupo controle (sem tratamento) com o grupo tratado com *primer* por 30 segundos, notou-se que houve quase a mesma quantidade de lama dentinária remanescente sobre a superfície da dentina. O exame da interface compósito-dentina mostrou falhas coesivas na dentina como também fraturas mistas. O exame clínico mostrou retenção em 100% dos casos. Todos os outros critérios tiveram desempenho excelente com exceção da integridade marginal e

manchamento superficial. Os autores concluíram que o Light Bond Primer, uma solução aquosa de HEMA, melhora a capacidade de umedecimento e a permeabilidade da dentina. Os estudos *in vitro* e a avaliação clínica mostraram que a resistência de união do Light Bond foi aumentada pelo tratamento da dentina com o Light Bond Primer.

Usando quatro sistemas de união à dentina: All Bond 2 (Bisco), Clearfill Liner Bond (Kuraray), Scotchbond Multi-Usa (3M) e XR Bond (Kerr), PRATTI et al., em 1995, avaliaram a resistência ao cisalhamento e observaram, em microscopia eletrônica de varredura, restaurações feitas sobre a dentina com diferentes graus de permeabilidade e espessura. Foram usados terceiros molares, nos quais a face oclusal foi cortada transversalmente expondo uma superfície dentinária. Outro corte foi feito paralelo ao primeiro de modo a se obter discos de dentina com espessura aproximada de 2,5mm. Os sistemas de união foram aplicados e os dentes armazenados por 24 horas sob pressão de 6,9 kPa (70,3cm H₂O) para simular pressão pulpar. A seguir, os dentes foram preparados para os testes de resistência ao cisalhamento e, logo após, para o exame em microscopia eletrônica de varredura. No que se refere ao aumento da permeabilidade dentinária, não houve diferença estatisticamente significativa entre os três sistemas que requerem condicionamento ácido de dentina, isto é, o All Bond 2 (16,4 MPa $\pm$ 3,1), o Clearfil Liner Bond (20,2 MPa $\pm$ 1,5) e o Scotchbond Multi-Usa (16,3 MPa $\pm$ 2,4). Quanto ao XR-Bond, o uso do seu *primer* provocou um valor estatisticamente inferior (10,4 MPa $\pm$ 3,3), quanto à permeabilidade, quando comparado com a avaliação feita após a aplicação do condicionador ácido dos outros três sistemas. O exame em microscopia eletrônica de varredura indicou que a aplicação dos condicionadores ácidos causou a remoção da lama dentinária, a desmineralização da dentina e a formação de uma camada de fibras colágenas colapsadas na dentina inter e peritubular. Os *primers* mostraram serem capazes de se infiltrar entre as fibras colágenas. A presença da camada híbrida foi evidenciada quando se usou a técnica do condicionamento ácido, isto é, com os três primeiros sistemas citados. Os autores concluíram que, não obstante a

presença da lama dentinária, o XR-Bond apresentou alta sensibilidade à espessura da dentina e à permeabilidade dentinária. Os outros três sistemas mostraram valores de união mais elevados.

SINHORETI, em 1995, avaliou a resistência de união ao cisalhamento de onze sistemas adesivos disponíveis comercialmente sobre a superfície do esmalte e dentina, utilizando também, microscópio eletrônico de varredura para a observação do tipo de falha ocorrida na interface dente-compósito. Foram utilizados 176 dentes humanos constituídos por grupos dos pré-molares e molares, cujas raízes foram seccionadas e as coroas dentárias remanescentes incluídas com resina acrílica ativada quimicamente em tubos de PVC. A face vestibular foi desgastada com lixas d'água de granulação número 180 e 400, respectivamente, até conseguir uma área plana de 5 mm de diâmetro na superfície do esmalte ou dentina. Após a preparação das superfícies dentárias, uma fita adesiva circular com um orifício central de 4 mm de diâmetro foi aderida sobre a superfície do esmalte ou dentina, com a finalidade de delimitar a área onde se efetuaria a união adesivo-material restaurador. A área delimitada para a união (esmalte ou dentina) foi tratada com um dos seguintes sistemas adesivos: Scotchbond Multi-Purpose e Scotchbond 2 (3M Dental), Optibond e XR Bonding (Kerr), All Bond 2 (Bisco), Denthesive II (Kulzer), Syntac (Vivadent), Multi Bond Alpha (DFL), Heliobond (Vivadent), Pro-bond e Prisma Universal Bond 3 (Caulk / Dentsply). Durante a utilização de cada sistema adesivo, as instruções dos respectivos fabricantes foram rigorosamente seguidas. O compósito restaurador utilizado foi aquele indicado por cada fabricante para cada sistema adesivo, excessão feita aos materiais Multi Bond Alpha e All Bond 2, que utilizaram o compósito restaurador Z 100 (3M Dental). Em seguida, cada compósito restaurador, foi inserido com o auxílio de uma matriz de aço inoxidável (4 mm de diâmetro por 5 mm de altura), em três camadas, cada uma polimerizada durante 40 segundos. Os corpos de prova foram armazenados a 37°C e 100% de umidade relativa durante 24 horas e submetidos ao ensaio de resistência ao cisalhamento em máquina de ensaio universal Otto Wolpert Werke, a uma

velocidade de 6 mm/min.. Após a fratura, as superfícies das amostras em esmalte ou dentina de cada grupo de material, foram revestidas com ouro-paládio sob alto vácuo para observação em microscopia eletrônica de varredura. A análise de variância e o teste de Tukey, ao nível de 5% de significância, mostraram que a média de resistência ao cisalhamento na superfície do esmalte para o produto Optibond (14,21 MPa) foi significativamente superior do que os demais produtos testados. Em seguida, vieram os produtos Scotchbond Multi-Purpose (10,49 MPa), All Bond 2 (10,44 MPa) e Syntac (10,42 MPa) que foram estatisticamente iguais entre si, inferiores ao produto Optibond e superiores aos demais produtos. Logo após, vieram os produtos Pró-Bond (8,11 MPa), Multi Bond Alpha (8,00 MPa), Denthesive II (7,89 MPa) e XR Bonding (7,37 MPa) que foram estatisticamente iguais entre si e superiores aos produtos Scotchbond 2 (6,25 MPa), Prisma Universal Bond 3 (6,23 MPa) e Heliobond (5,12 MPa) que foram iguais entre si. Os produtos XR Bonding, Scotchbond 2 e Prisma Universal Bond 3, foram estatisticamente iguais entre si. Em dentina, a análise de variância e o teste de Tukey, ao nível de 5% de significância, mostraram que os produtos Optibond (6,17 MPa), Scotchbond Multi-Purpose (6,06 MPa) e All Bond 2 (5,39 MPa) foram estatisticamente iguais entre si e superiores aos demais produtos, excessão para o produto All Bond 2 em relação aos produtos Denthesive II, Syntac e Pro-Bond, cujas médias foram estatisticamente iguais entre si. Os produtos Denthesive II (4,30 MPa), Syntac (4,29 MPa), Pro-Bond (4,04 MPa), Prisma Universal Bond 3 (3,59 MPa), XR Bonding (3,44 MPa), Scotchbond 2 (3,39 MPa) e Multi Bond Alpha (3,38 MPa) obtiveram médias estatisticamente semelhantes entre si e superiores ao material Heliobond (1,40 MPa), que foi inferior a todos os produtos testados. As fotomicrografias das regiões de fratura para as amostras em esmalte, mostraram que a falha mais comumente observada em todos os grupos, foi a falha do tipo coesiva no adesivo. Já nas amostras em dentina, pudemos observar falhas do tipo coesiva no adesivo para os produtos de quarta geração, e do tipo adesiva na interface dentina-compósito

para os produtos de terceira geração e para o material Heliobond, de primeira geração.

Em 1996, NAKABAYASHI & SAIMI verificaram a possibilidade de união à lama dentinária livre na dentina não desmineralizada, usando um *primer* autocondicionante conhecido como 20-P/ 30-H (solução aquosa a 20% de 2-metacriloxietil fenil ácido fosfórico (fenil-P) e solução a 30% de HEMA. Verificaram também em microscopia eletrônica de varredura e de transmissão, a interface dentina-adesivo para determinar qual o tempo ideal de aplicação do *primer* para o desenvolvimento da camada híbrida na dentina íntegra rica em cálcio. Foram usados dentes bovinos cuja dentina foi exposta desgastando o esmalte com lixa de granulação 180 e 600 e polida com pasta de hidroxiapatita, formando 3 grupos. Grupo controle - a dentina não recebeu nenhum tratamento; Grupo 1 - a dentina recebeu a aplicação do *primer* autocondicionante (20-P/30-H) durante 30 segundos e Grupo 2 - a mesma aplicação durante 60 segundos. Após secagem com leves jatos de ar, o adesivo foi aplicado. Após isso, foi realizada a restauração com compósito em forma de cilindro, deixada ao ar ambiente por 30 minutos e colocada em água a 37°C por 24 horas. A seguir foram realizados os testes de tração na máquina DCS 500 Shimadzu com velocidade de 1mm/min. Os valores encontrados foram: Grupo controle - 5,5 MPa $\pm$ 0,5; Grupo 1 - 9,5 MPa $\pm$ 0,5 e Grupo 2 - 10,1 MPa $\pm$ 0,8. Não houve diferença estatisticamente significativa entre os Grupo 1 e 2 (9,5 e 10,1 MPa) mas houve diferença entre esses dois grupos e o grupo controle (5,5 MPa). Em microscopia eletrônica de varredura, a espessura da camada híbrida foi de aproximadamente 0,3 micrometros para o grupo controle, de 2,1 micrometros para o grupo 1 e de 4,1 micrometros para o grupo 2, sugerindo que o 20-P/30-H atua como *primer* autocondicionante e se difunde na dentina íntegra (rica em cálcio) sem condicionamento e que a profundidade de difusão do monômero aumenta com o tempo de aplicação do produto. A camada híbrida identificada no exame microscópico demonstrou resistência ao tratamento com ácido clorídrico e hipoclorito de sódio, sugerindo que ela não apresentou defeitos e que a união foi estável.

HAMID et al., em 1996, verificaram, *in vitro*, se uma alta concentração de ácido fosfórico e um tempo maior de aplicação sobre a dentina aumentariam a permeabilidade e facilitariam a penetração do HEMA. Foram usados terceiros molares humanos, armazenados em água destilada a 4°C e divididos aleatoriamente em 7 grupos de 10 dentes cada. Foi confeccionada uma cavidade oclusal com aproximadamente 6 mm de diâmetro e com profundidade tal que a espessura da dentina entre o fundo da cavidade e a câmara pulpar ficasse entre 1 a 1,5mm. A dentina foi tratada com ácido fosfórico a 10% por 15 segundos, 30 segundos e 60 segundos e com ácido fosfórico a 37% também por 15 segundos, 30 segundos e 60 segundos, completando 6 grupos. Em um sétimo grupo, a dentina não foi condicionada, constituindo o grupo controle. As cavidades foram lavadas e secas com jatos de ar, aplicou-se o *primer* do Scotchbond Multi-Us (3M), secou-se com leve jato de ar; aplicou-se o adesivo e polimerizou-se por 10 segundos. As cavidades foram restauradas com o compósito Z100 (3M). As amostras foram analisadas através de cromatografia líquida de alta performance depois de permanecerem em água por 4,32min., 14,4min., 43,2min., 144min., 432min., 1dia, 3 dias e 10 dias. Os resultados mostraram que o HEMA foi detectado na câmara pulpar em todos os dentes do grupo que foi examinado 4,32min. após a colocação da resina composta. A maior liberação do HEMA do grupo dos 4,32min. foi com o ácido fosfórico a 10% por 30 segundos de condicionamento, enquanto que a menor liberação foi com o ácido fosfórico a 37% por 60 segundos. A ordem decrescente de liberação foi 10%-30 segundos, 37%-15 segundos, 37%-30 segundos, 10%-15 segundos, 10%-60 segundos, grupo controle, 37%-60 segundos. Os valores de difusão foram significativamente menores ($p < 0,05$) para o grupo 37%-60 segundos que para os grupos 37%-15 segundos, 37%-30 segundos, 10%-15 segundos e 10%-30 segundos. Os autores chegaram a conclusão de que, o ácido fosfórico em alta concentração, e um tempo maior de sua aplicação sobre dentina, diminuem sua permeabilidade inicial. Isto pode, paradoxalmente, causar menos risco de toxicidade dos componentes do compósito que se difundem através da dentina se

compararmos com ácido em baixa concentração e uma aplicação em tempo muito curto, quando os fatores bacteriológicos são considerados independentemente.

VAN MEERBEEK et al., em 1996, examinaram em microscopia eletrônica de transmissão a interface formada pelos sistemas de união Optibond (Kerr) e Scotchbond Multi-Uso (3M) com a dentina de molares humanos. Suas coroas foram cortadas transversalmente até expor dentina que foi alisada com lixa de granulação 600 para produzir uma camada de lama dentinária. Os sistemas de união foram aplicados conforme instruções do fabricante e, então, metade dos dentes com ambos os adesivos foram desmineralizados e a outra metade não. A seguir, os dentes foram preparados para exame ao microscópio. Os resultados mostraram que os dois sistemas foram capazes de estabelecer uma união micromecânica entre a dentina e a resina com a formação da camada híbrida. No entanto, a composição química e o modo de aplicação dos sistemas de união, podem afetar o processo de hibridização. No caso do Optibond, a camada híbrida apresentou relativa uniformidade ultraestrutural, densidade eletrônica e ácido resistência. Para o Scotchbond Multi-Uso, houve a deposição de uma fase amorfa na superfície externa da camada híbrida. Os autores concluíram que, embora os dois sistemas de união investigados sigam a técnica do condicionamento ácido total, suas formulações químicas específicas resultaram em interfaces ultraestruturalmente diferentes.

Em 1996, GWINNETT et al., avaliaram a importância da quantidade de dentina hibridizada na resistência de união e observaram, em microscopia eletrônica de varredura e de transmissão, a micromorfologia da interface com e sem colágeno. Foram usados 40 molares humanos extraídos, divididos em 4 grupos de 10 dentes, os quais foram cortados longitudinalmente expondo uma superfície de dentina, que foi planificada com lixa de granulação 320. Dois grupos serviram como controle e nos outros dois aplicou-se colagenase nas fibras colágenas expostas pelo condicionamento ácido. Em seguida, foram usados os sistemas de união All Bond 2 (Bisco) e Amalgambond (Parkell) conforme instruções dos fabricantes e foram realizadas restaurações cilíndricas do

compósito Bisfil (Bisco) e Epic (Parkell), respectivamente. Após 24 horas em água à temperatura de 37°C, as amostras foram testadas na máquina de ensaio Instron com velocidade de 5mm/min. As médias foram submetidas à análise estatística do teste *t* e ANOVA. Dos 4 grupos, 24 dentes foram examinados em microscopia eletrônica de varredura e transmissão para observar a relação existente entre a resina e a dentina condicionada com e sem a rede de fibras colágenas. Os resultados mostraram que as médias para o grupo controle foram 28,41 MPa $\pm$ 3,90, para o All Bond 2; e 19,04 MPa $\pm$ 5,96, para o Amalgambond; para os grupos tratados com a colagenase: 26,43 MPa $\pm$ 2,90; para o All Bond 2; e 19,70 MPa $\pm$ 4,25, para o Amalgambond. Não houve diferença significativa entre os grupos controle e experimental. Em microscopia eletrônica de varredura, o grupo controle mostrou que a lama dentinária foi completamente removida. Os túbulos dentinários tiveram sua abertura aumentada em diâmetro devido à dissolução da dentina peritubular e a rede de fibras colágenas constituindo a matriz intertubular desmineralizada. Após a aplicação da colagenase, observou-se que a junção entre dentina mineralizada e desmineralizada estava rugosa, irregular e porosa. A abertura tubular em forma de funil bem como suas ramificações laterais estavam expostas. O exame em microscopia eletrônica de transmissão confirma a ausência de uma distinta camada híbrida no grupo experimental com uma junção estreita de fendas entre a resina e a dentina não desmineralizada. Os autores concluíram que a hibridização da rede de fibras colágenas não diminuiu nem apresentou qualquer valor quantitativo significativo para a união à dentina no caso dos sistemas de união testados.

TAY et al., em 1996, identificaram as características ultraestruturais resultantes da possível interação entre *primer* e água quando um sistema de união de dois frascos com acetona e álcool - All Bond 2 (Bisco) - foi aplicado sobre uma superfície de dentina condicionada por ácido e deixado em excesso de água. Vinte e quatro terceiros molares humanos extraídos foram usados para conseguir, através de cortes transversais, discos de dentina com aproximadamente 1mm de espessura. A superfície foi planificada com lixa de

granulação 600 e os discos foram condicionados com ácido fosfórico a 10% por 20 segundos, lavados por 20 segundos e cobertos com *primer* do All Bond 2 que contém 17,4% de água. Os discos foram divididos em três grupos. Grupo 1 - seco com jatos de ar durante 3 segundos, a 20cm e paralelamente à superfície. Não havia sinal visível de água na superfície. Grupo 2 - seco com papel absorvente, com visível presença de água na superfície. Grupo 3 - após a lavagem foi aplicada água destilada sobre a superfície criando um super-umedecimento. Após isso, os discos foram preparados para serem examinados em microscopia eletrônica de transmissão. O deslocamento de água, provocado pelo solvente volátil do *primer* resultou na formação da camada híbrida nos três grupos. A interação do *primer* com a água seguida da evaporação do solvente, resultou na separação dos compostos do *primer*. O aspecto ultraestrutural observado no interior dos espaços semelhantes à bolhas preenchidos por água na superfície dos grupos úmido e super-úmido resumem o que já foi observado dentro dos túbulos parcialmente preenchidos por água no grupo 1. O fenômeno do super-umedecimento aparentou como resultado, uma polimerização de emulsão, envolvendo a interação irreversível do componente bifuncional hidrosolúvel, com aquele que é imiscível em água, através da formação de micelas, resultando na ausência da integridade da interface. Os autores concluíram que, embora o conceito de união à dentina úmida é biologicamente compatível, está longe de ser perfeita, além de ser uma técnica extremamente sensível, permitindo apenas uma pequena chance de sucesso.

Em 1996, PERDIGÃO et al., investigaram a interação com a dentina *in vivo*, de seis sistemas de união comerciais e experimentais: One Step (Bisco), Clearfil Liner Bond 2 (Kuraray), Optibond (Kerr), Permagen com ácido fosfórico a 10% (Ultradent), Permagen com ácido fosfórico a 35% (Ultradent) e Prime&Bond (Dentsply). Foram usados primeiros premolares em pacientes com idade entre 14 e 25 anos, com extração ortodôntica indicada, nos quais foram preparadas cavidades classe I com 3,5mm de comprimento por 1,5mm de largura por 1,5mm de profundidade. Após a aplicação dos adesivos, foram feitas as restaurações

com os compósitos Herculite XRV (Kerr) e Bisfil 2B (Bisco). Os dentes foram extraídos 5min após e fixados em glutaraldeído a 2,5%. Após a fixação, as amostras foram desidratadas, seccionadas e preparadas para o exame em microscopia eletrônica de varredura. Este mostrou que, com o One-Step, houve desunião acima da zona de interdifusão compósito-dentina, em algumas áreas. Foi observada a penetração de partículas de resina na porção mais superior do túbulo. O Clearfil Liner Bond 2 não penetrou totalmente nos túbulos dentinários e houve fendas (*gaps*) na interface adesiva. O Optibond formou bolhas de ar nos ângulos das cavidades onde não houve desunião. Essa mesma desunião, no entanto, foi observada entre o topo da zona de interdifusão e a resina fluida. O Permagen também produziu fendas (*gaps*) na interface. Em algumas áreas, a zona de interdifusão não tinha sido formada e, ao invés disso, um inadequado preenchimento foi aparente. Com o Prime&Bond também houve a formação de fendas (*gaps*) e, em algumas áreas, houve uma deficiente impregnação no colágeno. Em outras áreas, observou-se uma desunião entre a resina fluida e o compósito. Os fatos citados acima confirmaram que, alguns sistemas de união à dentina, não formam fina camada sobre a dentina e, por isso, o compósito pode não ter penetrado nos túbulos dentinários.

Em 1996, CASTELNUOVO et al., verificaram a microinfiltração em restaurações classe V de compósito usando os sistemas de união: Optibond - Optibond FL (Kerr), All Bond 2 - One Step (Bisco) e Tenure - Tenure Quik (Den-Mat). Cavidades em forma de V, com margens em esmalte e cemento, foram preparadas na face mesial e distal de 30 molares humanos e separados aleatoriamente em três grupos de 10 dentes cada. Todos os sistemas de união foram aplicados rigorosamente de acordo com as instruções do fabricante, seguido da colocação do compósito, em três incrementos. As amostras foram armazenadas em água a 37°C por 7 dias, submetidas a 300 ciclos térmicos entre 5 e 55°C, imersas em solução de fucsina básica a 0,5% por 24 horas e incluídas em resina antes de serem cortadas longitudinalmente em várias secções. A penetração do corante na interface dente-compósito foi registrada de 0 a 4 da

seguinte maneira: 0 - sem infiltração; 1 - penetração até o primeiro terço da parede da cavidade; 2 - penetração até o segundo terço; 3 - penetração até o ângulo da cavidade e, 4 - penetração ultrapassando o ângulo. A análise das médias mostrou que as diferenças, no caso das margens em cimento, não foram estatisticamente significantes somente para o Tenure - Tenure Quik. Somente o Optibond FL e One Step não mostraram diferença entre as médias de infiltração do esmalte e cimento. Segundo os autores, este foi, talvez, o mais importante achado visto que alcançar uma união à dentina semelhante à do esmalte é o objetivo final dos vários sistemas de união atuais. Comparando a microinfiltração das margens de esmalte para todos os sistemas de união, não houve diferença significativa, exceto para o Tenure.

TJAN et al., em 1996, compararam, *in vitro*, a resistência ao cisalhamento dos sistemas de união à dentina: Optibond - Optibond FL (Kerr), All-Bond 2 - One Step (Bisco) e Tenure - Tenure Quik (Den-Mat). Foram usados 60 molares humanos, que foram seccionados perpendicularmente ao seu longo eixo aproximadamente a 1mm acima da junção cimento-esmalte. A superfície dentinária foi planificada com lixa de granulação 600, lavada e seca com leve jato de ar e o dente incluído em resina epóxica, deixando exposta a superfície dentinária. Foram escolhidos aleatoriamente 10 dentes por grupo para cada sistema de união, os quais foram aplicados conforme instruções do fabricante. A seguir, foram realizadas restaurações com compósito em forma de cilindro. As amostras foram armazenadas por 7 dias em água à temperatura de 37°C e termocicladas 300 vezes. Em seguida, realizaram-se os testes na máquina de ensaio Instron com a velocidade de 0,5mm/min. Os resultados mostraram que entre os pares All Bond 2 - One Step (29,5 MPa $\pm$ 6,47 e 16,4 MPa $\pm$ 5,20) e Optibond - Optibond FL (23,3 MPa $\pm$ 4,78 e 28,3 MPa $\pm$ 6,04) não houve diferença estatisticamente significativa e, nem entre o All Bond 2 e o Optibond FL. Este estudo concluiu que o Optibond FL foi o único sistema de união de uso simplificado que mostrou melhoria na força de união. Os autores ainda enfatizaram o fato de que 20 MPa é o valor descrito como mínimo requerido para

prevenção da formação de fendas entre a resina e o fundo da cavidade, causadas pelo estresse induzido durante a contração de polimerização.

Em 1996, KANCA examinou o efeito de vários tempos de secagem e distâncias seringa-dente sobre a resistência ao cisalhamento de sistemas de união hidrófilos. Setenta molares humanos extraídos foram incluídos em resina acrílica com a face vestibular para fora, a qual foi desgastada até expor uma superfície dentinária plana. Os dentes foram divididos em 7 grupos de 10 dentes: Grupo 1 - seco com leve jato de ar por 5 segundos deixando uma visível camada de água; Grupo 2 - secagem por 1 segundo, distância de 1cm; Grupo 3 - secagem por 3 segundos, distância de 1cm; Grupo 4 - secagem por 5 segundos, distância de 1cm; Grupo 5 - secagem por 1 segundo, distância de 10cm; Grupo 6 - secagem por 3 segundos, distância de 10cm; Grupo 7 - secagem por 5 segundos, distância de 10cm. Após isso, foi aplicada uma camada do sistema de união One-Step (Bisco); esperou-se 3 segundos e secou-se por 3 segundos a 1cm de distância. Uma segunda camada foi aplicada e seca por 2 segundos, a 3cm de distância e fotopolimerizada por 10 segundos. Realizaram-se restaurações cilíndricas do compósito Bis-Fil (Bisco) sobre a superfície dentinária tratada e as amostras foram armazenadas por 24 horas em água a 37°C para depois serem testadas na máquina de ensaio Instron com velocidade de 5mm/min. Os resultados obtidos foram: grupo 1 - 30,0 MPa $\pm$ 4,3; grupo 2 - 25,7 MPa $\pm$ 5,4; grupo 3 - 11,0 MPa $\pm$ 4,3; grupo 4 - 8,6 MPa $\pm$ 2,3; grupo 5 - 31,7 MPa $\pm$ 2,9; grupo 6 - 24,3 MPa $\pm$ 5,2 e grupo 7 - 15,8 MPa $\pm$ 4,7. A análise mostrou que os grupos 1, 2, 5 e 6, onde o tempo de secagem foi menor, obtiveram valores maiores e que, quando os tempos de secagem foram aumentando, as médias foram diminuindo. O autor concluiu que a permanência do conteúdo de água na superfície dentinária é importante. É recomendável o uso de agentes de união que tenham afinidade pela água e os dentes não devem permanecer secos por um período de tempo muito extenso.

CARVALHO et al., em 1996, observaram as mudanças dimensionais da dentina humana depois de sofrer desmineralização e verificaram a hipótese de

que o HEMA infiltrado na dentina seria capaz de prevenir sua contração quando exposta ao ar. Foram usados terceiros molares humanos cuja face oclusal foi cortada e as faces vestibular e lingual cortadas longitudinalmente deixando dentina exposta nos três lados. Cortes perpendiculares às faces linguais e vestibulares foram feitos afim de se obter barras de dentina com tamanho aproximado de 0,7 por 0,7 por 5mm. Quarenta amostras foram desmineralizadas em solução 10:3 (ácido cítrico a 10% e cloreto férrico a 3%) durante 8 horas e, então, divididos em 4 grupos com 10 amostras cada. Os grupos A e B foram usados para medir as alterações volumétricas ocorridas após a secagem com o ar e posterior imersão em solução aquosa de HEMA a 50% ou 100%, seguidas pela secagem com ar. Os grupos C e D foram usados para investigar a capacidade do HEMA a 100% ou etilenoglicol a 100% em prevenir a contração da dentina desmineralizada durante a exposição ao ar. Os resultados mostraram que a desmineralização causou pequena e insignificante (1,9%) redução no volume da dentina. A posterior secagem com ar reduziu o volume da dentina desmineralizada em 65,6%. A posterior imersão em água por 24 horas das amostras de dentina contraída, mostrou que ela recuperou seu volume original. No entanto, a imersão em HEMA a 100% não provocou a reexpansão das amostras que sofreram contração. As amostras imersas em HEMA a 50% sofreram contração volumétrica de 50%, quando expostas ao ar por 24 horas. Tanto o HEMA a 100%, quanto o etilenoglicol a 100%, foram efetivos na prevenção da contração da dentina desmineralizada. Os autores concluíram que a capacidade que a solução aquosa de HEMA e o etilenoglicol têm de reexpandir a estrutura dentinária contraída é, presumivelmente, devido à presença de água. Este fato pode explicar o sucesso clínico obtido com a técnica de "união úmida". O reumedecimento da dentina desmineralizada e seca com ar, provavelmente, reexpandiu parcialmente a rede de fibras colágenas, aumentando dimensionalmente os espaços entre as fibras e expandindo o diâmetro dos canalículos dentinários facilitando, desse modo, a infiltração do adesivo e aumentando a resistência de união.

Em 1996, MJOR & NORDHAL levando em consideração que o conhecimento da estrutura dentinária e especialmente dos túbulos dentinários é essencial para entender a permeabilidade da dentina e interpretar os dados de investigação dos sistemas de união, examinaram a densidade e as ramificações dos canalículos em dentes humanos em microscopia eletrônica de varredura. Foram observadas secções de dentina fraturadas, desmineralizadas e não desmineralizadas, coradas e não coradas. Os resultados mostraram diferenças estatisticamente significantes quanto à densidade dos canalículos de acordo com o local pesquisado, seja na periferia ou no interior, tanto na coroa quanto na raiz. A média do número de canalículos no terço médio da coroa foi significativamente maior (50) que a média do terço médio da raiz (40); a média do número de canalículos da dentina externa nas cúspides (14) foi também significativamente diferente da encontrada na dentina subjacente à fissura oclusal (9). O número de ramificações dos túbulos foi particularmente maior em locais onde a densidade foi menor. O padrão de ramificação encontrado revelou um intrincado e profuso sistema de anastomoses. Três tipos de ramificações, maior, fina e microfina foram identificadas com base no tamanho, direção e local. Ramificações maiores, com 0,5 a 1 micrometros de diâmetro foram encontrados periféricamente formando deltas; ramificações finas com 300 a 700 nanometros de diâmetro, bifurcadas e em 45 graus foram achadas em algumas áreas, tais como na raiz, onde a densidade dos túbulos era relativamente baixa. Microramificações com 25 a 200 nanometros de diâmetro, estenderam-se em ângulos retos com os canalículos em algumas partes da dentina. Os autores concluíram que os achados enfatizaram a necessidade de se detalhar as características do substrato dentinário para os testes de união e das amostras usadas em estudos de permeabilidade.

Em 1997, ELIADES et al., avaliaram o efeito do ácido cítrico a 10% (Clearfil CA Agent - Kuraray), do ácido fosfórico a 35% (Scotchbond Etchant - 3M) e o ácido maléico a 10% (Scotchbond Multi-Use Etchant) sobre a morfologia dentinária, sobre a sua composição molecular e sobre a conformação do colágeno. Foram usados 9 terceiros molares preparados logo após a extração

com dois cortes transversais, sendo um deles a 2mm da face oclusal, afim de formar um disco de dentina que foi polido com lixa de granulação 600. A área tratada tinha 4mm por 3mm por 1mm de espessura. Foram formados 3 grupos com 3 dentes cada um, onde foram aplicados os ácidos e examinados no espectróscopo MIR-FTIR. As superfícies, antes do condicionamento, pareciam estar cobertas com uma camada de lama dentinária amorfa e, em algumas regiões, os túbulos dentinários estavam fechados com *plugs* de lama dentinária. Riscos e sulcos podiam ser identificados junto com uma estrutura áspera, provavelmente consequência do uso de partículas submicrométricas do disco de corte. A aplicação do ácido cítrico a 10% provocou a substituição da lama dentinária por uma camada granular descontínua, de alta densidade que fechava parcialmente alguns túbulos dentinários. Esses agrupamentos granulares formavam uma espécie de colar ao redor da abertura dos túbulos. No interior desta camada, foram observadas algumas cunhas pontudas de estrutura microcristalina distribuídas ao acaso. A aplicação do ácido fosfórico a 35% removeu a lama dentinária e alargou a abertura dos túbulos dentinários em forma de funil. As áreas intertubulares mostraram um aspecto irregular com regiões de saliências polidas. A maioria dos túbulos estavam rodeados por um colar com margens pontudas que iam diminuindo suavemente em direção à região intertubular. No interior de alguns túbulos, foram observados resíduos fibrosos paralelos ao longo eixo do túbulo, que poderiam ser processos odontoblásticos remanescentes ou fibras colágenas intratubulares. Numa visão mais próxima, a dentina intertubular pareceu clara, livre de qualquer depósito sólido, com um aumento da microporosidade. Os microporos estavam desigualmente distribuídos e muitos deles cobertos por uma fina camada amorfa. O tratamento com ácido maléico a 10% também removeu a lama dentinária e abriu a entrada dos túbulos dentinários. No entanto, o diâmetro dos orifícios abertos foi muito menor. Uma camada de depósitos granulares foi observada na estrutura dentinária desmineralizada. Um aumento maior revelou um aglomerado de pequenas partículas esferoidais encaixadas na dentina intertubular. Os autores concluíram

que os condicionadores testados induzem significantes mudanças na morfologia da dentina, na composição molecular e na conformação do colágeno.

Em 1997, TAY et al. investigaram o efeito do reumedecimento da dentina no uso do sistema de união One Step (Bisco), com *primer*-adesivo contendo acetona. Trinta discos de dentina com aproximadamente 1mm de espessura foram preparados à partir de terceiros molares humanos, planificados com lixa de granulação 600 e divididos em 5 grupos: Grupo 1 (controle) - aplicação do adesivo em dentina condicionada visivelmente úmida. Grupo 2 - aplicação do adesivo depois da secagem por 3 segundos. Grupo 3 - secagem por 3 segundos e reumedecimento com água destilada. Grupo 4 - (controle negativo) secagem por 3 segundos, armazenagem em glutaraldeído por 15 min, lavagem com água destilada e secagem por 3 segundos. Grupo 5 - secagem por 3 segundos, armazenagem em glutaraldeído por 15 min, lavagem com água destilada e aplicação do sistema de união com a dentina visivelmente úmida. Em todas as amostras foi aplicado o One-Step em duas camadas conforme as instruções do fabricante. Os discos foram desmineralizados em EDTA (ácido etileno diamino tetracético) e preparados para o exame em microscopia eletrônica de transmissão. Os resultados mostraram que, nos grupos 1 e 3 houve completa penetração do adesivo na zona desmineralizada da dentina. No grupo 2, a penetração do adesivo limitou-se à superfície e base da rede desmineralizada ao longo das ramificações laterais dos túbulos dentinários. No grupo 4 não houve penetração do adesivo na superfície dentinária formando apenas uma camada superficial desorganizada. No grupo 5, formou-se também uma falsa camada híbrida com mínima penetração do adesivo na dentina. Os autores concluíram que, não havendo desnaturação irreversível das fibras colágenas da dentina condicionada, a água restaura a plasticidade e permeabilidade da rede de colágeno desmineralizado, quando se faz um reumedecimento.

Em 1997, FINGER & FRITZ investigaram o potencial da mistura do UDMA (uretano dimetacrilato) com HEMA (2-hidroxietil metacrilato) como agente *primer* e adesivo dos sistemas de união. Os monômeros foram misturados em peso nas

proporções de 100/0, 80/20, 60/40, 50/50, 40/60, 20/80, 10/90 e 0/100, fotopolimerizados e dissolvidos em acetona em partes iguais. Além disso, a mistura UDMA/HEMA na proporção de 60/40 foi usada adicionada ao 4 - MET (4-metacriloxietil trimetil ácido canforquinona) nas proporções 5, 10, 20 e 30% para também avaliar seu poder de união à dentina. Foram usados molares humanos, incluídos em blocos de resina e desgastados até expor uma superfície de dentina que foi planificada com lixa de granulação 320 e 600. Foi feito condicionamento com ácido fosfórico a 20%, por 30 segundos, lavagem por 10 segundos e secagem com papel absorvente. Seguindo a "técnica úmida", foram aplicadas duas camadas de adesivo experimental com a subsequente secagem com ar e fotopolimerização por 20 segundos. Foi feita uma restauração cilíndrica com compósito sobre a superfície da dentina, antes de serem feitos os testes de resistência ao cisalhamento na máquina de ensaio com a velocidade de 1mm/min. Os resultados foram os seguintes, para as proporções de 100/0 a 0/100, respectivamente: 12,9 MPa $\pm$ 1,6; 15,7 MPa $\pm$ 2,0; 17,0 MPa $\pm$ 1,2; 15,6 MPa $\pm$ 1,6; 16,4 MPa $\pm$ 1,9; 14,7 MPa $\pm$ 1,8; 17,6 MPa $\pm$ 2,2 e 19,4 MPa $\pm$ 4,2. O valor da resistência ao cisalhamento para o grupo UDMA puro (12,9 MPa $\pm$ 1,6) foi significativamente diferente e menor que o grupo HEMA puro (19,4 MPa $\pm$ 4,2) - ($p < 0,05$), enquanto que os grupos com mistura de UDMA e HEMA não foram diferentes com significância estatística. O grupo UDMA/60 HEMA /40 com 4 -MET mostrou os seguintes resultados, para as cinco proporções, respectivamente: 17,0 MPa $\pm$ 1,2; 21,0 MPa $\pm$ 4,7; 25,4 MPa $\pm$ 3,2; 20,4 MPa $\pm$ 6,2 e 6,5 MPa $\pm$ 2,3. O teste ANOVA mostrou diferenças significantes entre os cinco grupos ($p = 0,0126$). O teste de comparação múltipla de Duncan revelou que o grupo 0 (UDMA/60 e HEMA/40 sem 4 - MET) e o grupo 30% , embora não apresentem diferença entre si (17,0 MPa $\pm$ 1,2 e 16,5 MPa $\pm$ 2,3) foram significativamente menores que o grupo de 10% (25,4 MPa $\pm$ 3,2). Os valores de 5, 10 e 20% não apresentaram valores diferentes ao nível de 5% de significância. Os autores concluíram que a mistura de UDMA/HEMA em acetona, principalmente em combinação com 4 - MET tem um grande potencial como agente de união dentinário. A aplicação

desses agentes pela chamada “técnica úmida” será, provavelmente, um requisito essencial para uma efetiva união.

FREEDMAN & GOLDSTEP, em 1997, fizeram um histórico da evolução dos sistemas de união, estando cientes de que, nos últimos 15 anos, os conceitos básicos sobre materiais dentários deram uma reviravolta com o advento dos adesivos dentários. O termo “geração” é amplamente arbitrária e serve para identificar a química dos materiais e para tentar simplificar a escolha do clínico. Os adesivos de primeira geração foram os de esmalte e sua união à dentina era de aproximadamente 2 MPa. Havia necessidade de preparo com retenção mecânica e a sensibilidade pós-operatória era muito comum. O desenvolvimento dos materiais fez surgirem os sistemas de segunda geração que tentaram usar a lama dentinária para união; sua força de adesão era de 4 a 6 MPa, não havendo diminuição da sensibilidade pós-operatória e havendo necessidade de retenção mecânica. A terceira geração incluía dois componentes separados - o *primer* e a resina fluida, aumentando a resistência de união para mais de 10 MPa, diminuindo a sensibilidade pós-operatória e a necessidade de retenção mecânica. Foram os primeiros adesivos com possibilidade de união ao metal e à cerâmica. No entanto, o seu problema era a pouca longevidade. Estudos mostraram que após 3 anos diminuiu sua retenção. A quarta geração é caracterizada pela formação da camada híbrida, uma zona desmineralizada de fibras colágenas embebidas em adesivo. Como esse processo, chamado hibridização, usa a dentina intertubular e os túbulos dentinários para conseguir a união, seu valor melhorou até cerca de 18 MPa. O conceito de condicionamento ácido total e de união à dentina úmida (com *primer* contendo acetona) são também características dessa geração de adesivos. A combinação de altos valores de união com baixa sensibilidade pos-operatória oferecida pelos sistemas de quarta geração, tem feito com que muitos cirurgiões-dentistas comecem a fazer restaurações diretas em dentes posteriores. Esta geração de adesivos caracteriza-se, também, por seus numerosos componentes bem como pelo tempo dispendido o que aumenta a complexidade clínica de seu uso. A percepção dessa complexidade fez com que

os fabricantes desenvolvessem os adesivos de quinta geração, de frasco único, em que o conjunto *primer*-resina fluida está incluído em um único líquido e em um único frasco. A resistência de união é bem maior que 15 MPa chegando, em algumas pesquisas, a perto de 20 MPa. A sensibilidade pós-operatória é muito rara. A sua maior vantagem é, sem dúvida, a sua simplicidade. Os autores concluíram que, agora que a união ao esmalte-dentina é uma realidade, os dentistas podem começar a considerar a restauração em compósito em dentes posteriores como uma alternativa ao uso do amálgama e podem, atualmente, oferecer um melhor tratamento aos seus pacientes.

O objetivo do trabalho de SWIFT & BAYNE, em 1997, foi avaliar a resistência ao cisalhamento do sistema de união Single Bond (3M) em superfícies dentinárias com diferentes graus de umidade. Para termos de comparação, foram usados dois sistemas de união de frasco único disponíveis no comércio, o Prime&Bond (Caulk/Dentsply) e o One-Step (Bisco) e um sistema convencional de três passos, o Scotchbond Multi-Use Plus (3M). Foram usados 120 incisivos bovinos incluídos em resina acrílica e com a face vestibular desgastada com lixa de granulação 600 até expor dentina. Formaram-se 12 grupos com 10 dentes cada. As variáveis foram os quatro sistemas de união e o grau de umidade da dentina: menos úmida, úmida e super úmida. O caráter “menos úmida” foi obtido retirando o excesso de água ao redor do dente com lenço de papel e um rápido jato de ar (1 segundo) à uma distância de 4 a 5cm e em angulação de 45 graus. Não havia água visível na superfície mas a dentina não aparentava estar desidratada. A condição “úmida” foi obtida da mesma maneira, mas sem o jato de ar. Se alguma parte da superfície aparentasse falta de umidade visível, a dentina era reidratada com o objetivo de se obter o brilho típico de uma contínua camada de umidade, mas sem apresentar áreas encharcadas. A condição “super úmida” foi conseguida através da retirada da água apenas da superfície da resina acrílica na qual o dente estava incluído. Foram realizadas restaurações com o compósito Z100 (3M), em forma de cilindro. Para o teste de resistência ao cisalhamento foi utilizada uma máquina de ensaio universal a uma velocidade de 5mm/min. Os

valores obtidos foram, nas condições “menos úmida, úmida e super úmida”, respectivamente: Single Bond - $19,2 \text{ MPa} \pm 4,3$; $23,2 \text{ MPa} \pm 2,7$ e $20,3 \text{ MPa} \pm 5,8$; One-Step - $20,5 \text{ MPa} \pm 3,3$; $13,7 \text{ MPa} \pm 2,2$ e $13,3 \text{ MPa} \pm 3,0$; Prime&Bond - $20,3 \text{ MPa} \pm 4,5$; $20,6 \text{ MPa} \pm 5,2$ e $22,4 \text{ MPa} \pm 4,6$; Scotchbond Multi-Use Plus - $23,1 \text{ MPa} \pm 4,3$; $25,3 \text{ MPa} \pm 2,3$ e $23,3 \text{ MPa} \pm 3,5$. Notou-se que no grupo de condição “menos úmida” as diferenças não foram estatisticamente significantes ($19,2 - 20,5 - 20,3$ e $23,1 \text{ MPa}$). Nas condições “úmida” e “super úmida” apenas o One-Step apresentou baixo valor ($13,7$ e $13,3 \text{ MPa}$). Os autores concluíram que o Single Bond apresentou boa performance nos três níveis de umidade da superfície dentinária. No entanto, sua melhor união ($23,2 \text{ MPa} \pm 2,7$) com o menor coeficiente de variação e 90% de falhas coesivas em dentina, foi observada em dentina com a condição “úmida”, sendo que o conceito “úmido” pode ser definido como uma camada de água brilhante e contínua sobre a superfície, mas sem área de encharcamento.

SWIFT et al., em 1997, avaliaram o efeito de múltiplas aplicações dos sistemas de união de frasco único Prime&Bond (L.D Caulk/Dentsply), One-Step (Bisco) e Tenure Quik (Den-Mat) na resistência ao cisalhamento. Além disso, verificaram os efeitos da umidade do substrato dentinário e do compósito de simples e dupla polimerização na força de união do One-Step e Tenure Quik, respectivamente. Foram usados 110 molares humanos nos quais foram feitos um corte transversal retirando a oclusal e expondo a superfície dentinária que foi polida com lixa de granulação 600. Formaram-se 11 grupos de 10 dentes cada: 3 grupos para o Prime&Bond, 4 grupos para o One-Step e 4 grupos para o Tenure Quik. Um dos grupos do One-Step e um do Tenure Quik, foram separados para se avaliar, respectivamente, o efeito da umidade da superfície dentinária sobre a resistência ao cisalhamento e a influência do compósito de dupla e simples polimerização sobre a união ao substrato. Em cada um dos três grupos, um subgrupo foi reservado para receber apenas 2 aplicações do adesivo e constituiu-se o grupo controle. Sobre as superfícies tratadas foram confeccionadas restaurações de compósito em forma de cilindro: Prisma TPH

(L.D.Caulk/Dentsply) para o Prime&Bond, AELitefil (Bisco) para o One-Step e Marathon (Den-Mat) para o Tenure Quik. Para um grupo do Tenure Quik, a resina composta Marathon foi misturada com a pasta catalizadora para a polimerização dupla. Após armazenagem de 24 horas em água destilada à temperatura ambiente, realizaram-se os testes na máquina de ensaio Instron com velocidade de 5mm/min. Os resultados foram os seguintes, para o Prime&Bond, One-Step e Tenure Quik, respectivamente: Grupo controle - $12,3 \text{ MPa} \pm 3,2$; $7,3 \text{ MPa} \pm 2,5$ e $2,9 \text{ MPa} \pm 2,3$. Grupo Experimental 1 - $10,1 \text{ MPa} \pm 3,4$; $3,6 \text{ MPa} \pm 2,5$ e $1,8 \text{ MPa} \pm 1,6$. Grupo experimental 2 - $10,0 \text{ MPa} \pm 3,3$; $4,3 \text{ MPa} \pm 1,8$ e $2,3 \text{ MPa} \pm 1,8$. Grupo experimental 3 - sem valor; $7,0 \text{ MPa} \pm 3,0$ e $2,0 \text{ MPa} \pm 1,0$. Os resultados mostraram que a resistência ao cisalhamento do grupo controle do Prime&Bond foi significativamente superior aos grupos controles dos dois outros adesivos ($12,3 \text{ MPa} > 7,3 \text{ MPa}$ e $2,9 \text{ MPa}$) sendo que o Tenure Quik apresentou uma média bem inferior aos dois primeiros sistemas de união. Os autores concluíram que múltiplas aplicações de adesivo diminuem a força de união de cada sistema, mas a diferença foi significativa somente para o grupo de 4 aplicações do One-Step. A remoção da umidade não produz efeito na resistência ao cisalhamento do One-Step, nem o tipo de resina usada (simples ou dupla polimerização) no caso do Tenure Quik.

Em 1997, MANFREDI et al. compararam, através do teste de cisalhamento, a resistência de união à dentina de quatro sistemas adesivos que indicam a técnica do condicionamento ácido total. Foram usados 20 dentes humanos, seccionados no sentido méso-distal e incluídos em blocos de resina acrílica de modo a ficarem expostas as faces vestibular e lingual que foram desgastadas com lixa de granulação 100 e 400 até expor dentina. As amostras foram divididas aleatoriamente em 4 grupos: Grupo A - All Bond 2 (Bisco) - condicionamento com ácido fosfórico a 10% durante 15 segundos, lavagem e secagem, aplicação de 5 camadas de *primer* A com *primer* B, secagem com ar, aplicação do adesivo, fotopolimerização e restauração em forma de cilindro com a resina composta Z 100 (3M). Grupo B - Scotchbond Multi-Usado - condicionamento com ácido maléico

a 10% por 15 segundos, lavagem e secagem, aplicação do *primer*, secagem com ar, aplicação do adesivo, fotopolimerização por 10 segundos, aplicação da resina composta e fotopolimerização. Grupo C - Optibond (Kerr) - condicionamento com ácido fosfórico a 37%, por 15 segundos, aplicação do *primer* esfregando por 30 segundos, secagem com ar e fotopolimerização por 20 segundos, aplicação do adesivo e fotopolimerização por 30 segundos, aplicação da resina composta e fotopolimerização. Grupo D - Multi Bond Alpha - condicionamento com ácido fosfórico a 10% por 20 segundos, lavagem e secagem com ar, umedecimento da superfície com água, aplicação de 5 camadas da mistura de *primer* A e B, secagem com ar, aplicação do adesivo, fotopolimerização, aplicação da resina composta e fotopolimerização. Após 24 horas de armazenagem em água destilada a 37°C, as amostras foram levadas à máquina de ensaio universal com velocidade de 1mm/min e os resultados submetidos à análise de variância e ao teste de Tukey. Os resultados foram: Optibond - 17,37 MPa; Scotchbond Multi-Usa - 15,74 MPa; All Bond 2 - 15,18 MPa e Multi Bond Alpha - 13,01 MPa. Não houve diferença estatisticamente significativa entre os valores do Scotchbond Multi-Usa e o All Bond (15,74 MPa e 15,18 MPa), mas houve diferença entre o Optibond (17,37 MPa) e o Multi Bond Alpha (13,01 MPa). Os autores concluíram que as diferenças numéricas dos resultados observadas neste estudo, talvez possam ser atribuídas às diferentes composições dos sistemas adesivos e, principalmente, às variações de mineralização e morfologia da dentina.

Com o propósito de investigar, *in vivo*, a formação da camada híbrida, das projeções de resina (*tags*) e das ramificações laterais do adesivo, FERRARI et al., em 1997, aplicaram, em esmalte e dentina condicionados ou não, sistemas de união de última geração. Os sistemas de união à dentina foram testados em 24 superfícies dentinárias, na face vestibular de dentes molares vitais não restaurados, periodontalmente comprometidos e com extração indicada. Foram divididos aleatoriamente em 6 grupos de 4 dentes cada: Grupo I - Prime&Bond 2.1 (DeTrey) em dentina condicionada; Grupo II - Single Bond (3M) em dentina condicionada; Grupo III - Syntac Sprint (Vivadent) em dentina

condicionada; Grupo IV – Prime&Bond em dentina não condicionada; Grupo V - Single Bond em dentina não condicionada e Grupo VI - Syntac Sprint em dentina não condicionada. Nos três primeiros grupos, os sistemas de frasco único foram aplicados seguindo as instruções do fabricante enquanto que nos outros três grupos, tanto o esmalte quanto a dentina não foram tratados com ácido fosfórico e o *primer* foi aplicado diretamente nas superfícies desgastadas. Em todos os grupos, sobre o adesivo foi aplicado uma fina camada de verniz Protect Liner (Kuraray) e fotopolimerizada por 20 segundos. Logo após, os dentes foram extraídos e seccionados ao longo do eixo. Metade das amostras foi desproteinizada e descalcificada na interface para poder visualizar a camada híbrida e a outra metade foi completamente dissolvida para se observar a morfologia das projeções de resina (*tags*) em microscopia eletrônica de varredura. Os resultados mostraram nos grupos I, II e III, o mesmo mecanismo micromecânico de união com dentina condicionada com ácido fosfórico: formação de camada híbrida, projeções de resina (*tags*) com os característicos cones invertidos e as ramificações laterais de adesivo. Nos grupos IV,V e VI, em que o sistema de união foi aplicado em dentina não condicionada, não houve formação de camada híbrida, as projeções de resina raramente foram notadas e suas formas eram estreitas e não selavam completamente os orifícios dos túbulos. Muitos desses túbulos estavam fechados pela lama dentinária. Os autores concluíram que os sistemas de união testados devem ser usados de acordo com as especificações do fabricante, condicionando a dentina, caso contrário a lama dentinária impede a formação da camada híbrida, diminuindo a força de união dos sistemas ao substrato dentinário.

Em 1997, SINHORETI, comparou a influência dos sistemas de carregamento fio ortodôntico, fita de aço inoxidável e cinzel, usados em testes de união ao cisalhamento, para verificar a resistência na interface dentina-resina. Foram utilizados 48 dentes humanos divididos em 3 grupos, cujas raízes foram seccionadas e as coroas dentais incluídas em tubo plástico com resina acrílica autopolimerizável. Os dentes foram desgastados até obter uma superfície lisa e

plana, posteriormente delimitada com fita adesiva contendo um orifício de 4 mm de diâmetro. Em seguida, a superfície da dentina foi tratada com o produto Scotchbond Multi Purpose Plus (3M) e o compósito restaurador Z-100 (3M) foi aplicado em camadas, através de uma matriz de aço inox (4 mm de diâmetro por 5 mm de altura), e polimerizadas durante 40 segundos. Os corpos-de-prova foram armazenados a 37°C e 100% de U.R. por 24 horas e metade das amostras de cada grupo submetida a 500 ciclos térmicos com banhos a 5°C e 60°C, intercalados com banhos de 37°C. Após, os corpos-de-prova foram submetidos aos ensaios de resistência ao cisalhamento em uma máquina de ensaio universal Otto Wolpert, com velocidade de 6 mm/min.. Em seguida, os corpos-de-prova representativos de cada grupo foram examinados em microscopia eletrônica de varredura. Os resultados foram submetidos à análise de variância e ao teste de Tukey em nível de 5% de significância. Pode-se concluir que as variações nas metodologias dos testes resultaram em diferentes valores de resistência ao cisalhamento, independente da termociclagem. Os valores dependem de uma complexa combinação de esforços e resultantes produzidas durante o carregamento das amostras. As fotomicrografias mostraram que para o sistema de carregamento com fita metálica, as falhas foram sempre coesivas no adesivo. Para o fio ortodôntico as falhas mais comuns foram do tipo coesiva no compósito. Já para o cinzel, as falhas foram mistas, ou seja, coesivas no adesivo e no compósito.

Em 1998, PHRUKKANON et al. testaram a força de união de pequenas áreas de dentina à quatro sistemas de união : Scotchbond Multi-Use Plus (3M), Optibond FL (Kerr), Optibond Solo (Kerr) e One Step (Bisco) através de testes de micro-cisalhamento e micro-tensão. Foram usados 60 molares humanos extraídos e armazenados em solução salina com timol a 4%. Os dentes foram distribuídos aleatoriamente em quatro grupos, um para cada sistema de união e cada grupo foi dividido em mais 3 subgrupos para preparar amostras com 1,2mm, 1,4mm e 2,0mm de diâmetro com áreas, respectivamente, de 1,1mm², 1,5mm² e 3,1mm². Os molares foram cortados transversalmente de modo a expor dentina que foi

polida com lixa de granulação 600, A seguir, a superfície foi tratada com os sistemas de união conforme instruções do fabricante (os dois primeiros com o *primer* e a resina fluida em frascos separados e os outros dois, em frasco único) e restaurada com resina composta e os dentes foram cortados longitudinalmente de forma a se conseguir pequenos cilindros com os diâmetros citados anteriormente, sendo uma das extremidades em dentina e a outra em resina composta. Tanto os testes de cisalhamento como os de tração foram realizados na máquina de ensaio universal Autograph IS5000 (Shimadzu) com velocidade de 1mm/min. A análise estatística foi feita através do teste ANOVA e do teste *t*. Os resultados, para os testes de cisalhamento e tração, respectivamente, foram os seguintes: Grupo 1- área 1,1mm² - Scotchbond Multi-Usó Plus: 22,8 MPa ± 5,7 e 19,9 MPa ± 5,3; Optibond FL: 22,7 MPa ± 5,7 e 20,2 MPa ± 5,0; Optibond Solo: 26,5 MPa ± 5,5 e 20,9 MPa ± 3,2; One Step: 21,8 MPa ± 5,9 e 19,9 MPa ± 5,2. Grupo 2 - área 1,5mm² - Scotchbond Multi-Usó Plus: 21,5 MPa ± 5,7 e 19,5 MPa ± 2,8; Optibond FL: 22,9 MPa ± 7,7 e 19,2 MPa ± 5,9; Optibond Solo: 25,6 MPa ± 6,2 e 21,8 MPa ± 4,7; One Step: 21,5 MPa ± 5,7 e 19,2 MPa ± 2,9. Grupo 3 - área 3,1mm² - Scotchbond Multi-Usó Plus: 16,2 MPa ± 5,0 e 16,0 MPa ± 4,4; Optibond FL: 17,3 MPa ± 6,3 e 15,6 MPa ± 5,3; Optibond Solo: 21,4 MPa ± 3,5 e 15,8 MPa ± 3,0; One Step: 17,1 MPa ± 4,9 e 15,8 MPa ± 5,1. Os valores obtidos para o grupo 1 (área de 1,1mm²) foram significativamente maiores que os do grupo 3 (área de 3,1mm²) (*P* < 0,05) mas não apresentaram diferença significativa estatisticamente com o grupo 2 (área de 1,5mm²) em ambos os testes. Comparando os valores obtidos com os testes de cisalhamento e de tração, em um mesmo sistema de adesão, somente o Optibond Solo apresentou diferença nos resultados nos três grupos de amostras com áreas diferentes. No exame em microscopia eletrônica de varredura, a maioria das amostras do grupo 1 e 2 (áreas de 1,1 e 1,5mm²) mostrou falhas na interface dentina-adesivo resinoso. Os autores concluíram que as áreas de pequena superfície das amostras testadas estão associadas com alta força de união e que os efeitos do tamanho das áreas sobre os testes de cisalhamento e tração são similares.

YOUSSEF et al., em 1998, observaram através de microscopia eletrônica de varredura, a profundidade de descalcificação, a formação da camada híbrida e de *tags* em dentina tratada com quatro sistemas de união: Scotchbond Bond Multi-Usso (3M), Super-D Liner II (Sun Medical), Prime&Bond 2.0 (Dentsply) e Clearfil Liner Bond 2 (Kuraray). Foram utilizados 20 premolares humanos extraídos por razões periodontais e ortodônticas e armazenadas em glutaraldeído a 2% à uma temperatura de 4°C. Os dentes foram seccionados no sentido mésio-distal, na altura do terço médio afim de se obter uma superfície dentinária e foram divididos em 4 grupos com 5 dentes cada. Grupo 1- Scotchbond Multi-Usso: condicionamento com ácido fosfórico a 37% por 15 segundos, lavagem com água por 15 segundos, secagem com ar por 2 segundos, aplicação do *primer*, secagem por 5 segundos, aplicação da resina fluida, fotopolimerização por 10 segundos, aplicação da resina Z 100 (3M). Grupo 2 - Super-D Liner II: condicionamento ácido por 10 segundos, lavagem com água, secagem com ar, aplicação da mistura de 2 gotas de base e 1 gota do catalizador do adesivo, aplicação da resina composta. Grupo 3 – Prime&Bond 2.0: condicionamento ácido por 15 segundos, lavagem por 15 segundos, secagem com ar por 2 segundos, aplicação do Prime&Bond por 30 segundos, remoção do excesso com ar, fotopolimerização por 10 segundos, nova camada de Prime e Bond, remoção do excesso, fotopolimerização por 10 segundos e aplicação da resina composta. Grupo 4- Clearfil Liner Bond 2: aplicação da mistura de 1 gota do *primer* A e 1 gota do *primer* B por 30 segundos, remoção do excesso com ar, aplicação do adesivo LB Bond, polimerização por 20 segundos e aplicação da resina composta. Após isso, as amostras foram seccionadas ao meio, de modo a restar 10 por grupo, e examinadas em microscopia eletrônica de varredura. Os resultados mostraram que os grupos 1 e 2 formaram uma camada híbrida com 5 micrometros de espessura sendo que o grupo 2, em algumas amostras, chegou a formar camada híbrida com até 10 micrometros. No grupo 4, a camada híbrida chegou a ter a espessura média de 3 micrometros. Os autores concluíram que os sistemas de união que usam o condicionamento ácido com concentrações

elevadas promovem uma descalcificação relativamente profunda, com formação de camada híbrida espessa e que a formação de *tags* longos é consequência da lisura da superfície interna dos canalículos facilitando o escoamento do adesivo para o interior e, concluíram ainda, que os *tags* parecem influenciarem muito pouco na força de união dos sistemas adesivos.

SANTINI e MITCHELL, em 1998, investigaram, em microscopia eletrônica de varredura, o efeito dos condicionadores ácidos sobre a lama dentinária produzida por diferentes tipos de brocas e velocidades de rotação e estudaram a interação da subsequente aplicação do *primer* e da resina fluida com estas superfícies condicionadas. Foram usados premolares extraídos por razões ortodônticas, nos quais foi exposta uma superfície de dentina com formação de lama dentinária produzida por brocas carbide, brocas diamantadas com granulação grossa e diamantadas com granulação extrafina e em velocidades de 6000 rotações por minuto sem refrigeração e 400.000 rotações por minuto com refrigeração à água. Como condicionadores foram usados o ácido fosfórico a 20% gel do sistema de adesão Gluma CPS (Heraeus/ Kulzer) por 15 segundos, 30 segundos e 60 segundos e como grupo controle, o ácido fosfórico líquido a 20% por 30 segundos. Para observar a interação da dentina condicionada com o sistema de união Gluma foram usados mais 10 dentes preparados com broca carbide a 6000 rotações por minuto sem refrigeração à água. O condicionamento foi feito por 30 segundos e 60 segundos com ácido fosfórico a 20% gel do Gluma sendo usada a técnica da dentina úmida. Os resultados mostraram que houve somente pequenas variações na espessura da lama dentinária com diferentes tipos de brocas ou velocidades de rotação. O condicionador do Gluma CPS, aplicado pelo tempo recomendado não removeu completamente a lama dentinária ficando, sobre a superfície da dentina, uma camada alterada formada por produtos de reação. Uma zona de desmineralização ocorreu, no entanto, abaixo da camada de lama dentinária parcialmente removida tanto nas amostras de 15 segundos como nas de 30 segundos, mas essa zona foi apenas parcialmente preenchida pelo *primer* e resina fluida. A lama dentinária foi

completamente removida pelo ácido fosfórico líquido a 20% ficando exposta uma delicada rede de fibras colágenas. Os autores concluíram que um entendimento e reconhecimento de um tratamento apropriado da lama dentinária é indispensável ao desenvolvimento e melhoramento dos sistemas de união dentinária.

Considerando que as forças de união resultantes dos sistemas de união dentinária podem ser suficientes para resistir à contração de polimerização das resinas compostas, PRICE & HALL, em 1999, compararam a resistência ao cisalhamento, após 10 min e 24 horas, de seis sistemas de união: One Step (Bisco), PermaQuik (Ultradent), Prime&Bond 2.1 (Dentsply), Scotchbond Multi-Usa (3M), Single Bond (3M) e Tenure Quik (Den-Mat). Foram usados 120 molares humanos extraídos, armazenados por 2 a 6 semanas em cloramina T, depois em água por 24 horas e incluídos em uma base de resina acrílica deixando exposta a face vestibular que foi desgastada com lixas de granulação 120, 240, 400 e 600. O seguinte protocolo foi seguido para cada sistema de união: One Step - condicionamento com ácido fosfórico a 32% por 15 segundos, lavagem por 5 segundos, secagem, aplicação de duas camadas do adesivo, secagem por 20 segundos, fotopolimerização por 20 segundos, nova aplicação do adesivo remanescente no pincel e secagem por 10 segundos. PermaQuik - condicionamento com ácido fosfórico a 35% por 15 segundos, lavagem por 5 segundos, secagem, aplicação do *primer* por 15 segundos, secagem por 20 segundos, fotopolimerização por 20 segundos, aplicação da resina fluida por 15 segundos, secagem por 1 a 2 segundos e fotopolimerização por 20 segundos. Prime&Bond 2.1 - condicionamento com ácido fosfórico a 36% por 15 segundos, lavagem por 5 segundos, secagem, aplicação do adesivo por 30 segundos, secagem por 15 segundos, fotopolimerização por 10 segundos, nova aplicação do adesivo, secagem por 15 segundos e fotopolimerização por 10 segundos. Tenure Quik - condicionamento com ácido fosfórico a 37% por 15 segundos, lavagem por 5 segundos, secagem, aplicação de três camadas de adesivo por 15 segundos, secagem por 30 segundos, (em algumas amostras houve nova aplicação, pois a superfície não se mostrava brilhante e lisa) e fotopolimerização

por 15 segundos. Scotchbond Multi-Use - condicionamento com ácido fosfórico a 35% por 15 segundos, lavagem por 5 segundos, secagem, aplicação do *primer*, secagem por 10 segundos, aplicação do adesivo e fotopolimerização por 10 segundos. Single Bond - condicionamento com ácido fosfórico a 35% por 15 segundos, lavagem por 5 segundos, secagem, aplicação de duas camadas do adesivo, secagem por 10 segundos e fotopolimerização por 10 segundos. Em todas as amostras, após os procedimentos anteriormente citados, foi realizada uma restauração de resina composta (Z 100 - 3M) em forma de cilindro. Metade das amostras de cada sistema de união foi submetida, 10 minutos após o término das restaurações, aos testes de cisalhamento na máquina de ensaio Instron 1000 com velocidade de 2mm/min. A outra metade recebeu termociclagem, no total de 100 vezes, com temperatura entre 5 e 55°C durante 30 segundos cada banho, com intervalo de 30 segundos em temperatura a 21°C. Após 24 horas foram realizados os testes de cisalhamento, sendo que os resultados foram analisados pelo teste *t* (*P* 0,05). Os resultados obtidos foram, para 10 min. e 24 horas respectivamente: One-Step - 16,4 MPa $\pm$ 2,9 e 23,3 MPa $\pm$ 3,0; PermaQuik - 14,3 MPa $\pm$ 3,2 e 19,4 MPa $\pm$ 3,2; Single Bond - 14,0 MPa $\pm$ 2,0 e 20,3 MPa $\pm$ 3,0; Prime&Bond 2.1 - 12,7 MPa $\pm$ 2,7 e 20,8 MPa $\pm$ 4,9; Tenure Quik - 10,7 MPa $\pm$ 4,0 e 11,2 MPa $\pm$ 4,7; Scotchbond Multi-Use - 9,3 MPa $\pm$ 3,3 e 10,0 MPa $\pm$ 2,5. O aumento percentual da resistência ao cisalhamento de 10 minutos para 24 horas foi, respectivamente para cada sistema de união: 42%, 36%, 45%, 64%, 5% e 8%. Os autores concluíram que os sistemas de união One-Step, PermaQuik, Single Bond e Prime e Bond 2.1 apresentaram valores menores nos testes após 10 minutos que nos testes após 24 horas, apesar da termociclagem e, estes mesmos sistemas, nos testes após 24 horas, apresentaram valores bem maiores que os sistemas Tenure Quik e Scotchbond Multi-Use. Outra conclusão foi que todos os sistemas mostraram penetração do adesivo no interior dos túbulos dentinários, devido ao uso da técnica da dentina úmida, formando a camada híbrida.

3 – MATERIAIS E MÉTODOS

3. MATERIAIS E MÉTODOS

3.1 MATERIAIS

Foram utilizados neste estudo quatro sistemas de união indicados para serem usados em esmalte e dentina, juntamente com os ácidos condicionadores específicos para cada sistema e os compósitos restauradores (dois convencionais e dois condensáveis) indicados pelos fabricantes dos sistemas de união. A combinação sistema de união / compósito restaurador está listada na Tabela 1. As composições desses materiais são mostradas na Tabela 2. A Tabela 3 mostra os nomes completos das abreviaturas listadas na Tabela 2. Na Tabela 4 estão os números do lotes, prazos de validade e cor dos materiais utilizados na pesquisa (Anexos).

Tabela 1. Descrição da combinação sistemas de união / compósito restaurador e seus fabricantes

Sistema de união	Compósito	Fabricante
Single Bond	Z 100	3M Dental Products St. Paul, MN, US
Solid Bond	Solitaire	Heraeus/Kulzer GmbH Wehrheims/Ts, Germany
Bond 1	Alert	Jeneric/Pentron Wallingford, CT, USA
Etch&Prime 3.0	Degufill Mineral	Degussa Hüls Hanau, Germany

Tabela 2. Descrição dos componentes dos sistemas de união.

Marca comercial	Condicionador	Primer / Adesivo	
Single Bond	Scotchgel Ac.Fosfórico 35%	Água, álcool, HEMA, Bis-GMA, dimetacrilatos, sistema fotoiniciador e copolímeros dos ácidos poli-acrílico e poli-itacônico	
Solid Bond	Esticid 20 FG Ác. Fosfórico 20%	Solid Bond P Acetona, HEMA ácido malêico	Solid Bond S: Bis-GMA
Bond 1	Etching Gel Ác. Fosfórico 37%	Acetona 20L/5GL DRM, PMGDM, HEMA, bis-GMA, água destilada, TMPTMA, canforquinona, etil 4-dimetil amino benzoato, hidroxibutil tolueno.	
Etch&Prime 3.0		Catalizador: tetra-metacriloxi etil pirofosfato, HEMA, iniciadores e estabilizador. Universal: HEMA. etanol, água destilada e estabilizador	

Tabela 3. Nome completo das abreviações mencionadas da Tabela 2.

Abreviação	Nome completo
Bis-GMA	Bisfenol A-Glicidil Metacrilato
HEMA	Hidroxietil Metacrilato
PMGDM	Pirometílico Glicidil Dimetacrilato
TMPTMA	Trimelítico fosfato trimetacrilato

3.2 MÉTODO

3.2.1. Preparo dos corpos-de-prova para o teste de cisalhamento.

Na pesquisa foram utilizados 40 terceiros molares humanos, livres de cárie e sem contato oclusal, extraídos por razões ortodônticas de pacientes com idades compreendidas entre 17 e 25 anos. Logo após a extração, os dentes foram limpos em baixa rotação com escova de Robinson e pasta de pedra pomes e água. A seguir, foram armazenados em água sob refrigeração até o início do preparo dos corpos-de-prova.

Os dentes tiveram as raízes seccionadas na junção esmalte-cimento e as coroas remanescentes cortadas no sentido mesio-distal. Estas hemi-coroas foram incluídas em tubos de PVC (20 mm de diâmetro externo por 20 mm de altura) com resina ortoftálica (Redfibra), sendo a face vestibular ou lingual voltada para cima e projetada 1 mm além da borda do cilindro de PVC (Fig. 1).

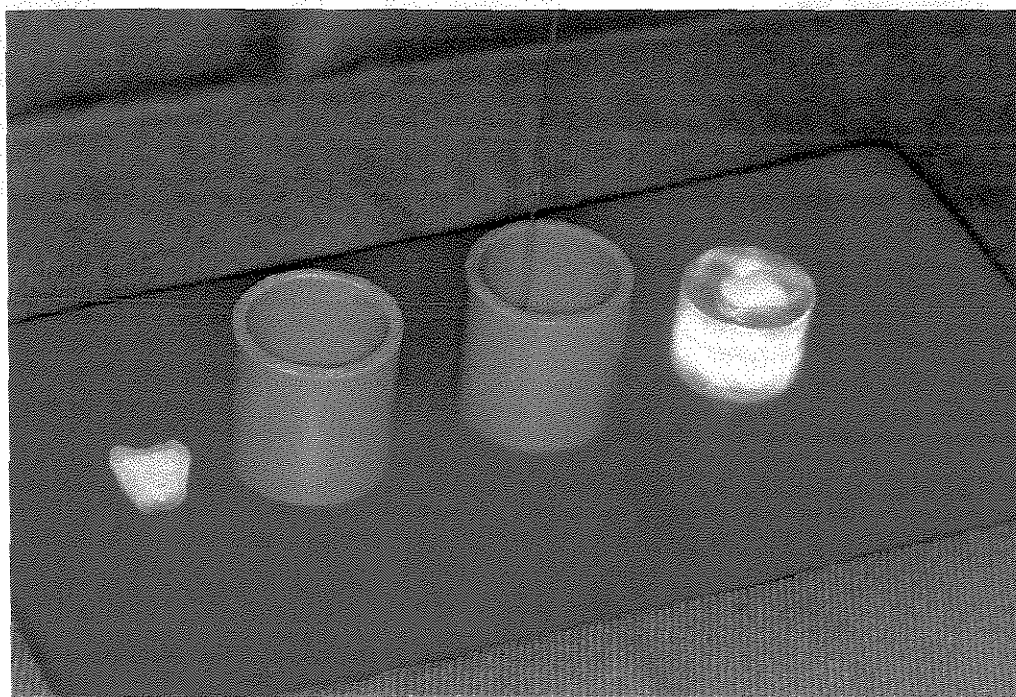


Figura 1 – Sequência da inclusão da hemi-coroa dental no tubo de PVC com resina ortoftálica.

Logo após, as superfícies de esmalte salientes foram desgastadas sob refrigeração usando lixas d'água de granulação 120, 400 e 600, montadas em uma politriz vertical, até expor uma área plana de dentina suficiente para delimitar um círculo de 4 mm de diâmetro (Fig.2).



Figura 2 - Guia metálico contendo a amostra para o procedimento de desgaste.

Dessa maneira, foram confeccionadas 80 amostras divididas em 4 grupos de 20 amostras cada, de acordo com o sistema de união avaliado. Sobre as superfícies planas de dentina foi aderido um círculo de papel adesivo (Contact) contendo um orifício no centro com 4mm de diâmetro, a fim de delimitar a área a ser tratada com os sistemas de união (Fig.3) antes de se realizar a confecção de um cilindro de compósito, o qual foi carregado durante os testes de cisalhamento.



Figura 3 - Amostra com papel adesivo limitando a área de união

As superfícies de dentina delimitadas pela fita adesiva foram tratadas de acordo com as instruções dos fabricantes dos sistemas de união utilizados, ou seja:

Grupo 1 – Single Bond + Z 100 : condicionamento ácido por 10 segundos; lavagem com jato ar/água por 10 segundos; remoção do excesso de umidade com papel absorvente; aplicação de duas camadas de adesivo; espera de 15 segundos; secagem com jato de ar por 5 segundos; fotopolimerização por 10 segundos; aplicação do compósito Z 100 em três incrementos, com 40 segundos de fotopolimerização para cada incremento.

Grupo 2 - Solid Bond + Solitaire: condicionamento ácido por 15 segundos; lavagem com jato de ar/água por 15 segundos; leve secagem com ar; aplicação do Solid Bond P esfregando com pincel por 30 segundos; aplicação de leve jato de ar para espalhar o Solid Bond P; aplicação do Solid Bond S, esfregando com

pincel; aplicação de leve jato de ar para espalhar; fotopolimerização por 40 segundos; aplicação do compósito Solitaire em três incrementos, fotopolimerizando cada um por 40 segundos.

Grupo 3 - Bond 1 + Alert: condicionamento ácido por 20 segundos; lavagem com jato de ar/água por 60 segundos; secagem com papel absorvente; aplicação de duas camadas do adesivo com intervalo de 10 segundos entre cada uma; aplicação de leve jato de ar, por 10 segundos; fotopolimerização por 10 segundos; aplicação do compósito Alert em dois incrementos com fotopolimerização por 40 segundos cada incremento.

Grupo 4- Etch&Prime 3.0 + Degufill Mineral: secagem com ar por 3 segundos; aplicação com pincel da mistura de uma gota de Universal com uma gota de Catalizador; espera de 30 segundos; retirada do excesso com leve jato de ar por 5 segundos; fotopolimerização por 10 segundos; reaplicação da mistura; retirada do excesso com leve jato de ar por 5 segundos; fotopolimerização por 10 segundos; aplicação do compósito Degufill Mineral em três incrementos, fotopolimerizando cada um por 40 segundos.

A confecção do cilindro foi realizada com o auxílio de um dispositivo composto de uma base metálica com dois parafusos fixos, sobre os quais se encaixava uma placa metálica contendo um orifício no centro (Fig.4). A amostra foi colocada entre a base e a placa, sendo esta fixada contra a amostra por meio de duas porcas tipo borboleta. Entre a placa metálica e a amostra foi colocada uma matriz de silicone com um orifício de 4mm de diâmetro X 5mm de altura, coincidindo com a superfície da dentina delimitada pelo papel adesivo. Através do orifício da placa metálica, a matriz de silicone foi preenchida com compósito, confeccionando-se assim, o cilindro de compósito (Fig. 5)

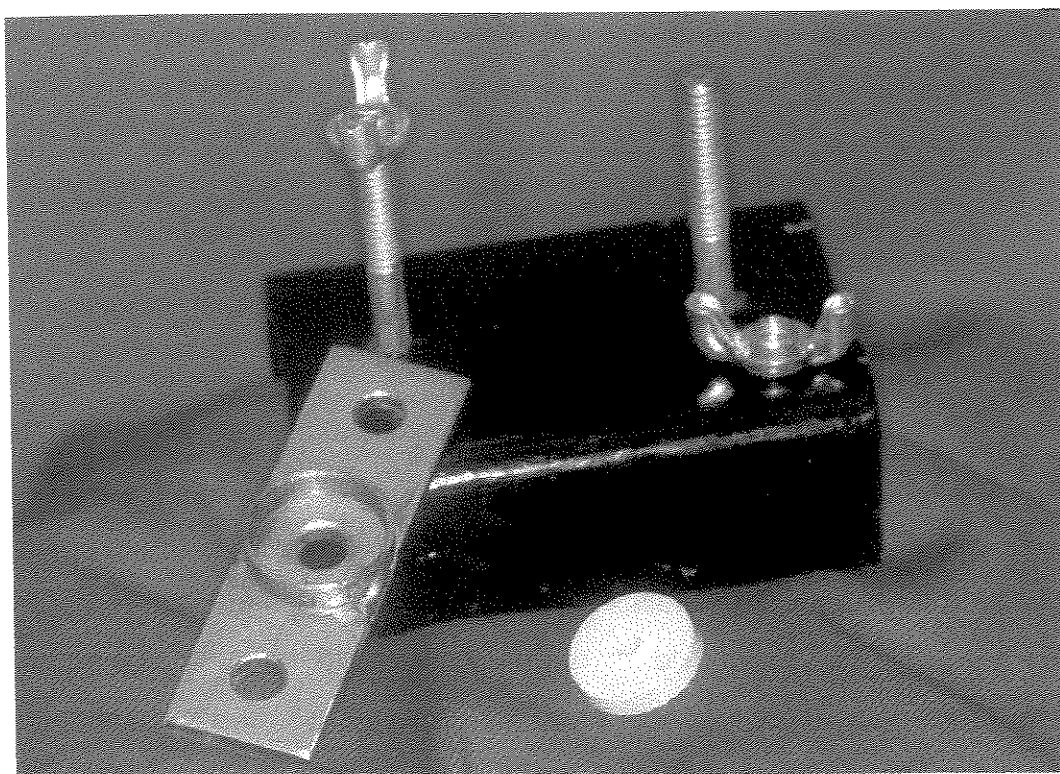


Figura 4 - Dispositivo metálico e matriz de silicone usados para confeccionar o cilindro de compósito

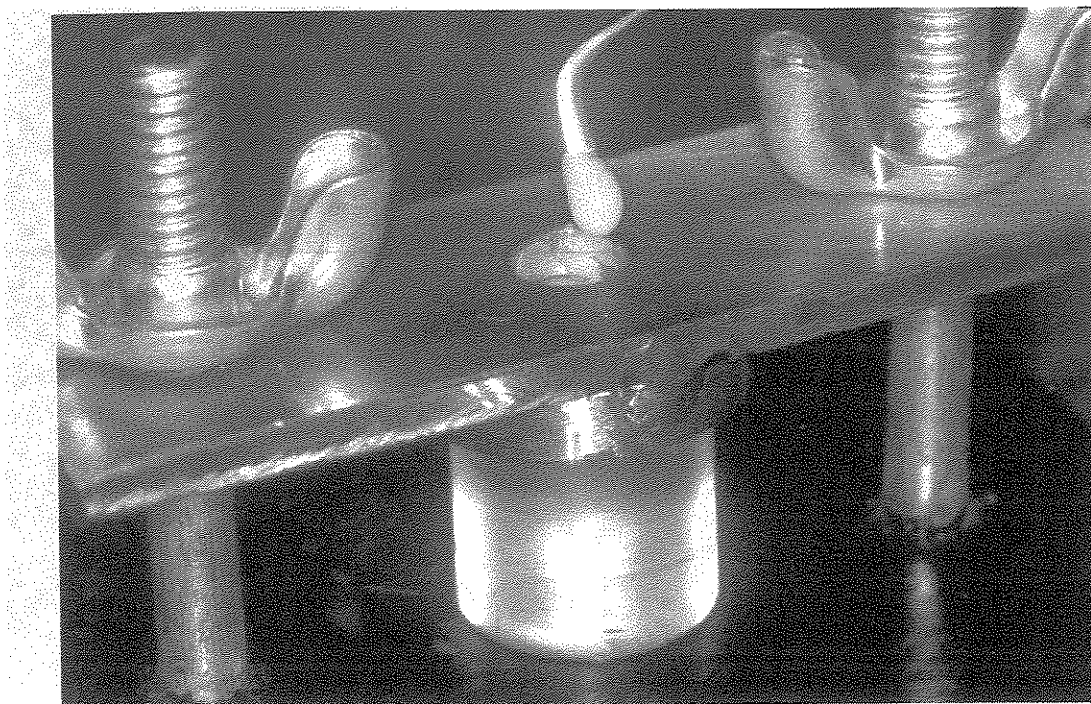


Figura 5 – Confeção do cilindro de compósito

Após a retirada da matriz, a restauração em forma de cilindro confeccionada sobre a superfície de dentina, foi novamente fotopolimerizada por 40 segundos, em duas posições diametralmente opostas, com o auxílio de uma unidade fotopolimerizadora Optilux 400 (Demetron Research Corporation, Danbury, CT) com intensidade de luz de 650 mW/cm².

Os corpos-de-prova foram armazenados em água à temperatura de 37°C por 24 horas . Após, foram submetidos ao teste de resistência da união compósito-dentina ao cisalhamento numa máquina de ensaio universal EMIC (modelo DL 500 - célula de carga Trd 24 – “software” Mtest versão 2.00), com velocidade de 0,5 mm/minuto. Para possibilitar a realização do teste, o corpo-de-prova foi alojado em um dispositivo metálico de maneira a ficar em uma posição horizontal. Este dispositivo foi fixado no mordente inferior da máquina de ensaio. No mordente superior, foram fixadas as pontas de uma fita de aço inoxidável (5mm de largura), em forma de alça, que envolveu o cilindro de compósito construído sobre a superfície de dentina (Fig.6).

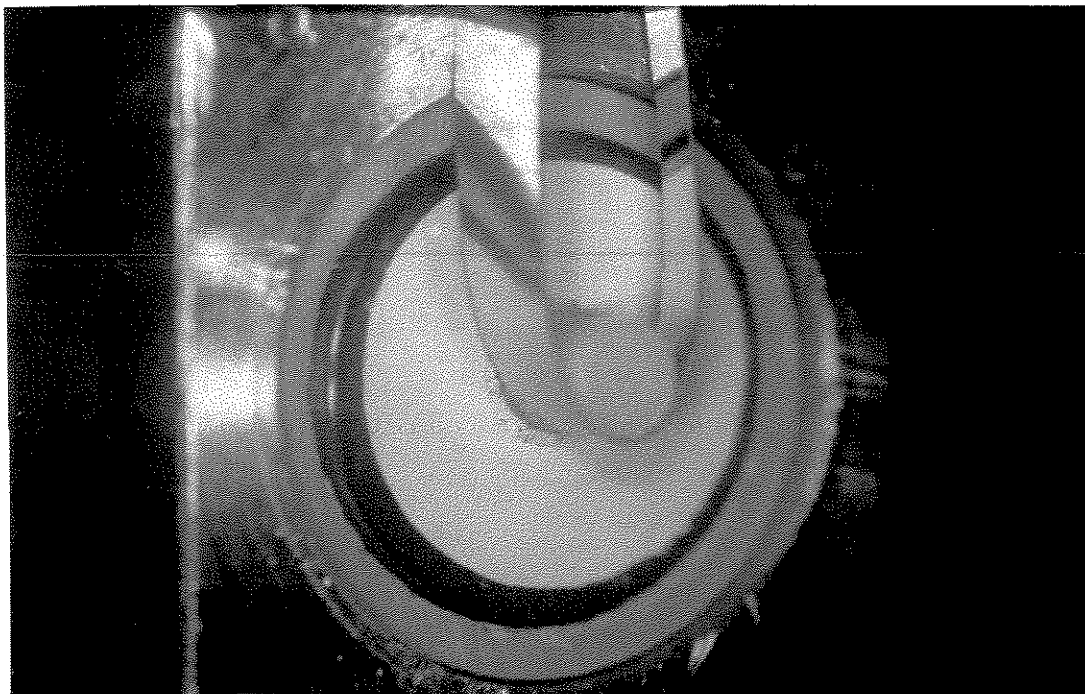


Figura 6 – Corpo-de-prova posicionado na máquina de ensaio EMIC (DL 500).

3.2.2. Preparo das amostras para a observação em M.E.V.

Para a observação da superfície da região fraturada em microscopia eletrônica de varredura, foram utilizadas 3 amostras representativas de cada sistema de união. Para isso, as superfícies dentais foram revestidas com uma camada de ouro/paládio sob vácuo num metalizador (Balzers-SCD 050, Germany) e levados ao microscópio eletrônico de varredura (Zeiss DSM 940 A, Germany).

4 - RESULTADOS

4. RESULTADOS

4.1 - Ensaio de resistência ao cisalhamento

Os resultados obtidos no ensaio de resistência ao cisalhamento da união entre a superfície dentinária e os sistemas de união combinados com seus respectivos compósitos, estão registrados nas Tabelas 5, 6, 7 e 8, que estão no capítulo Anexos.

Esses valores foram submetidos à análise de variância, sendo o fator material analisado em quatro níveis: Etch&Prime 3.0, Single Bond, Solid Bond e Bond 1. De acordo com a Tabela 9 (Anexos), dentro do fator material houve diferença estatisticamente significativa ao nível de 5% de probabilidade, pelo teste F.

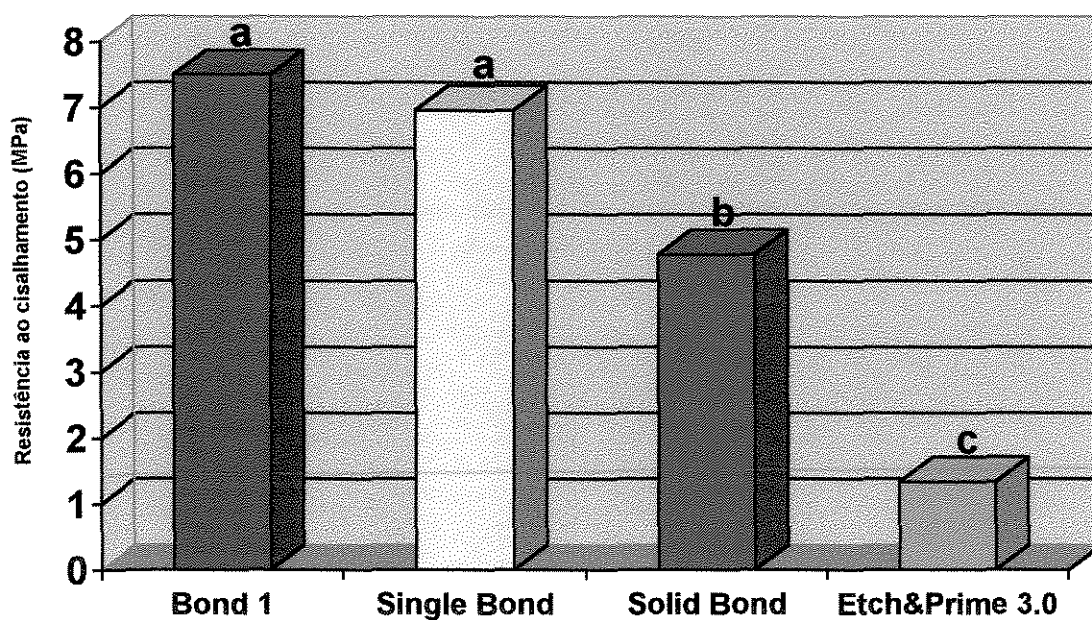
Os valores médios foram submetidos ao teste de Tukey, ao nível de 5% de probabilidade e estão registrados na Tabela 10 e ilustrados na Figura 7.

Na Tabela 11 e Figura 8, encontram-se os números de amostras para cada tipo de falha encontrada nos testes de resistência ao cisalhamento da combinação sistemas de união-compósito sobre a superfície de dentina.

Tabela 10 - Médias da resistência ao cisalhamento da combinação sistemas de união-compósitos sobre a superfície de dentina.

Sistema de união	Média (MPa)	Desvio Padrão
Bond 1	7,49 a	2,45
Single Bond	6,95 a	2,01
Solid Bond	4,77 b	2,42
Etch&Prime 3.0	1,33 c	0,94

Médias seguidas por letras distintas são estatisticamente diferentes entre si ao nível de 5%.



Barras seguidas por letras distintas diferem entre si ao nível de 5% de probabilidade, pelo Teste de Tukey.

Figura 7 - Ilustração gráfica das médias de resistência ao cisalhamento da combinação sistemas de união-compósitos sobre a superfície de dentina.

TABELA 11 – Número de amostras para cada tipo de falha encontrada nos testes de resistência ao cisalhamento da combinação sistemas de união-compósito sobre a superfície de dentina.

Sistema de União	Adesiva	Mista (compósito)	Mista (dentina)	Coesiva (dentina e/ou composito)
Single Bond	19	1	-	-
Solid Bond	16	1	-	-
Bond 1	15	1	4	-
Etch&Prime 3.0	15	-	1	-
Total	65	3	5	-

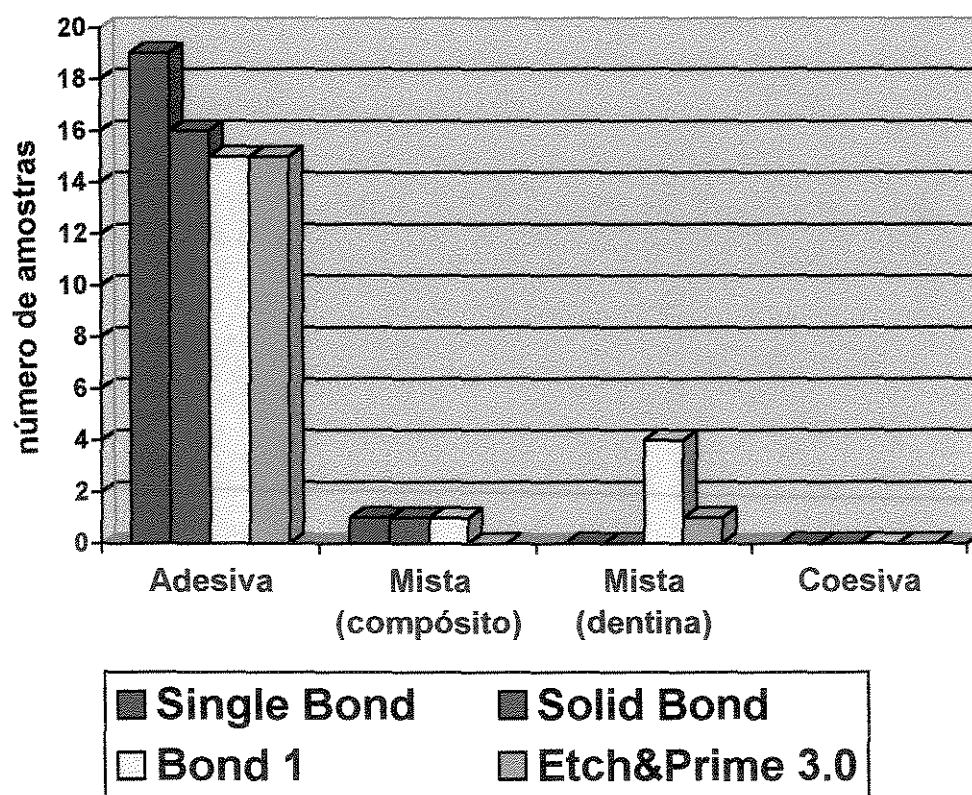


Figura 8 - Ilustração gráfica do número de amostras para cada tipo de falha encontrada nos testes de resistência ao cisalhamento da combinação sistema de união-compósito sobre a superfície de dentina.

4.2 Análise morfológica da superfície de dentina na região de falha após o teste de resistência ao cisalhamento.

Foram utilizadas três amostras representativas de cada sistema de união durante o exame em microscópio eletrônico de varredura e, destas, as fotomicrografias mais representativas de cada sistema, estão expostas nas Figuras 9, 10, 11, 12, 13, 14, 15 e 16.



FIGURA 9 - Aspecto morfológico (16x) da superfície da dentina após o teste de resistência ao cisalhamento com o uso do sistema de união Single Bond. Nota-se o adesivo cobrindo a dentina (A) e restos de compósito (B), caracterizando falha mista.

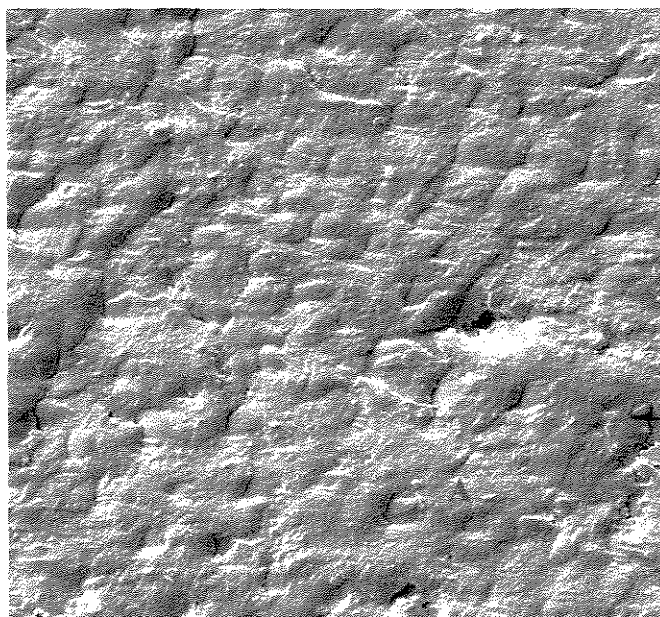


FIGURA 10 - Aspecto morfológico (1000x) da superfície da dentina após o teste de resistência ao cisalhamento com o uso do sistema de união Single Bond. Nota-se as entradas dos túbulos dentinários obliteradas com adesivo (A) que também cobre a dentina intertubular.



FIGURA 11 - Aspecto morfológico (16x) da superfície da dentina após o teste de resistência ao cisalhamento com o uso do sistema de união Solid Bond mostrando falha mista com compósito (B) e o adesivo cobrindo a dentina (A).

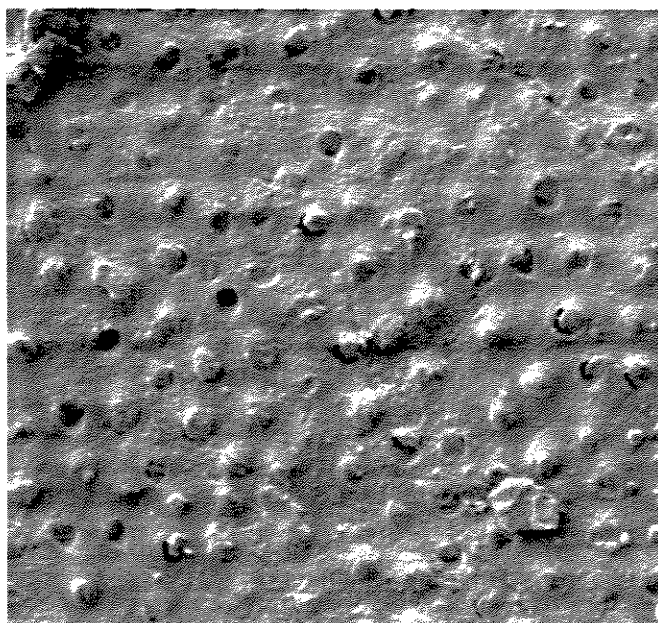


FIGURA 12 - Aspecto morfológico (1000x) da superfície da dentina após o teste de resistência ao cisalhamento com o uso do sistema de união Solid Bond mostrando que, aparentemente, apenas uma parte do total de canalículos dentinários está preenchida com adesivo (A), enquanto que os outros estão completamente abertos (D)

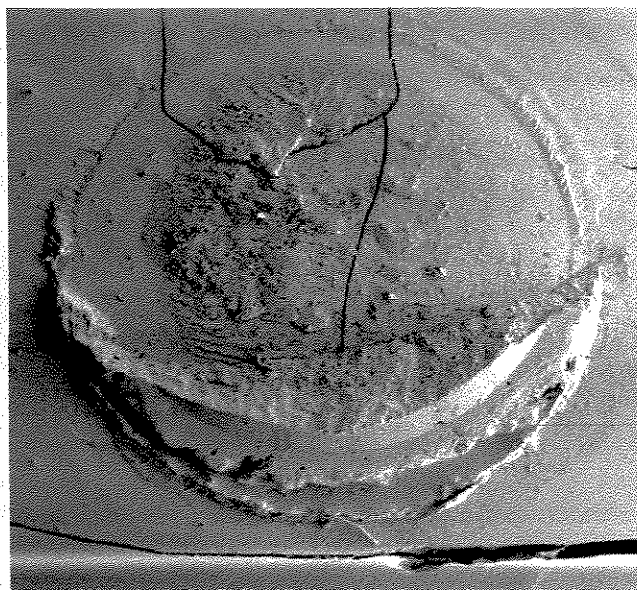


FIGURA 13 - Aspecto morfológico (16x) da superfície da dentina após o teste deresistência ao cisalhamento com o uso do sistema de união Bond1. Nota-se falha mista com restos de compósito (B) e a superfície de dentina coberta com adesivo (A).

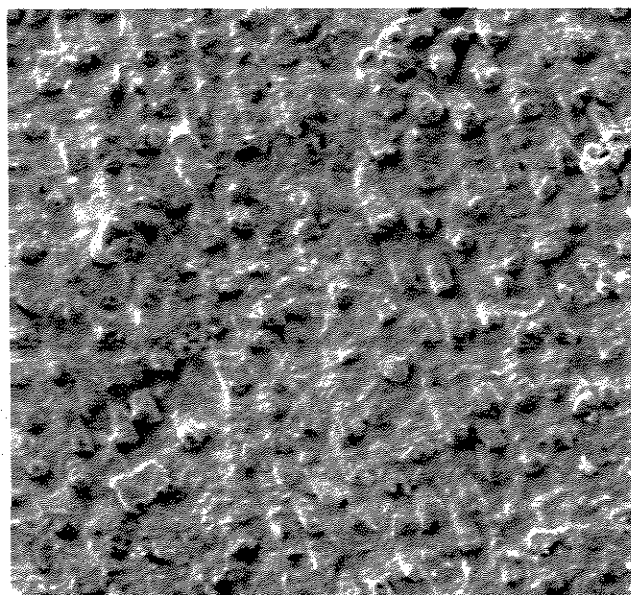


FIGURA 14 - Aspecto morfológico (1000x) da superfície da dentina após o teste de resistência ao cisalhamento com o uso do sistema de união Bond 1 mostrando a superfície de dentina totalmente coberta com adesivo (A) salientando os *tags* de resina no interior dos canalículos (E).



FIGURA 15 - Aspecto morfológico (16x) da superfície da dentina após o teste de resistência ao cisalhamento com o uso do sistema de união Etch&Prime 3.0. Nota-se falha adesiva com o adesivo cobrindo a dentina (A) e a dentina aparentemente livre de adesivo (F)

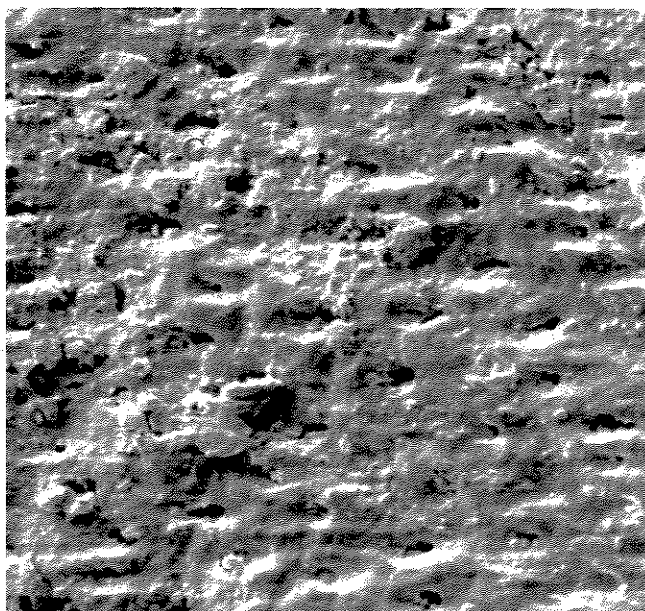


FIGURA 16 - Aspecto morfológico (1000x) da superfície da dentina após o teste de resistência ao cisalhamento com o uso do sistema de união Etch&Prime 3.0. Nota-se os canalículos dentinários parcialmente abertos e a lama dentinária modificada pelo sistema de união (G) cobrindo parcialmente a dentina.

5 - DISCUSSÃO

5. DISCUSSÃO

Conseguir uma união efetiva dos materiais restauradores resinosos às estruturas dentais é o objetivo perseguido há muito tempo na Odontologia. Os primeiros relatos nesse sentido foram feitos em 1955/1956 por BUONOCORE, onde tentou-se unir a resina acrílica ao esmalte e dentina condicionados com ácido fosfórico.

A partir daí, os sistemas de união sofreram modificações químicas e constituíram os chamados adesivos de primeira geração. A força de união à dentina era de aproximadamente 2 MPa e havia a necessidade de preparo cavitário com retenção mecânica, sendo que a sensibilidade pós-operatória era muito comum (FREEDMAN & GOLDSTEP, 1997).

Em esmalte, a união dos materiais restauradores resinosos é relativamente simples devido à homogeneidade do substrato. Já em dentina, a união é mais difícil de alcançar, devido à complexidade histomorfológica do substrato dentinário (EICK et al., 1992; PASHLEY, 1984). Segundo MJOR & NORDHAL (1996), a densidade e as ramificações dos túbulos dentinários em dentina humana, variam muito em função da localização. Além disso, variáveis como idade do paciente, tipo de dente, presença ou não de dentina esclerosada e profundidade da cavidade, podem interferir no processo de união ao substrato dentinário (PRATI & PASHLEY, 1992).

Neste estudo, para tentar diminuir as conseqüências dessas variáveis, utilizou-se dentes terceiros molares que estavam inclusos ou semi-inclusos, sem contato oclusal, livres de lesão cáries, extraídos em um período máximo de 6 meses e de pacientes com idades compreendidas entre 17 e 25 anos. A dentina exposta foi a das faces vestibular e lingual e o desgaste foi aproximadamente da mesma profundidade. Com isso, a padronização do substrato dentinário foi alcançada, pelo menos em termos laboratoriais.

Em virtude do insucesso dos sistemas de união de primeira geração, surgiram os de segunda geração, onde a lama dentinária não era removida pelo condicionamento ácido. A resistência da união também foi baixa (4 a 6 MPa) e não houve diminuição da sensibilidade pós-operatória (FREEDMAN & GOLSTEP, 1997). A lama dentinária é uma camada formada sobre a dentina após o preparo cavitário, sendo composta de partículas de matriz de colágeno mineralizado, restos de células, de esmalte e de saliva, fechando e chegando a penetrar alguns micrometros no interior dos canalículos dentinários (PASHLEY, 1984). Sua permanência impediria a entrada de microorganismos nos túbulos dentinários, protegendo o tecido pulpar. No entanto, sua baixa aderência à dentina, faz com que a união do material adesivo e restaurador fosse comprometida (PASHLEY, 1984; EICK et al., 1991; GWINNETT & KANCA, 1992; PERDIGÃO et al., 1994).

A dentina, diferentemente do esmalte, tem como característica a presença de umidade oriunda dos fluidos pulparez que, através dos túbulos dentinários e suas ramificações, penetram nas estruturas peri e intertubulares. Os primeiros sistemas de união à dentina eram hidrófobos, portanto, incompatíveis com uma estrutura inerentemente úmida como a dentina.

Assim, surgiram os sistemas de união de terceira geração que incluíam dois componentes separados - o *primer* (componente hidrófilo) e a resina fluida (componente hidrófobo) aumentando a resistência da união para mais de 10 MPa, diminuindo a sensibilidade pós-operatória e a necessidade de retenção mecânica adicional na cavidade (STANNINEC & KAWAKAMI, 1993; SENDA et al., 1995; FREEDMAN & GOLDSTEP, 1997).

Posteriormente, como a presença da lama dentinária dificultava a penetração dos componentes hidrófilos e hidrófobos na dentina, surgiram os sistemas de quarta geração, cuja característica foi a eliminação da lama dentinária através do condicionamento ácido e da aplicação do *primer*, formando uma camada de dentina desmineralizada impregnada de material resinoso, chamada de camada híbrida (NAKABAYASHI et al., 1992; HARNIRATTISAI et al., 1992; FERRARI et al., 1994; GORACCI et al., 1994; CHAPPELL et al., 1994; TITLEY et

al., 1995; VAN MEERBEEK et al., 1996; YOUSSEF et al., 1998). Com isso, os valores de resistência da união entre material restaurador e dentina saltaram para 20 MPa.

Os *primers* hidrófilos têm afinidade por água, devido à presença em sua composição de substâncias, tais como, acetona e/ou álcool, que penetram na dentina em busca da umidade, levando consigo os monômeros resinosos. Após a evaporação do solvente, esses monômeros são polimerizados ao redor das fibras colágenas e na dentina descalcificada pelo condicionamento ácido, fazendo uma retenção micromecânica (KUROSAKI, 1990; GWINNETT, 1993; KANCA III, 1992; PERDIGÃO et al., 1993).

O conceito de condicionamento ácido total e de união à dentina úmida são características dessa geração de adesivos (CHARLTON & BEATTY, 1994; KANCA, 1996). Outra característica são seus numerosos componentes, o que implica em maior tempo dispendido e na complexidade clínica do seu uso (FREEDMAN & GOLDSTEP, 1997). A percepção dessa complexidade fez com que os fabricantes desenvolvessem os sistemas de quinta geração, em que o conjunto *primer*-resina fluida está incluído em um único frasco, mantendo os mesmos valores de resistência de união em relação aos sistemas de quarta geração (TJAN et al., 1996).

A Tabela 2 mostra os componentes dos sistemas de união utilizados neste estudo, inclusive as diferentes concentrações dos condicionadores ácidos, diferenças essas que, segundo estudos, não alteram o padrão de condicionamento da dentina (ELIADES et al., 1997). Quanto ao tempo de aplicação, foi utilizado o preconizado pelos fabricantes. Verifica-se que os sistemas hidrófilos têm como solvente a acetona e/ou o álcool, que são substâncias ávidas por água e que evaporam logo após sua aplicação, deixando o HEMA ou outros monômeros, no interior da dentina (TAY et al., 1994). Os quatro sistemas utilizados têm o monômero hidrófilo HEMA na composição. Isto implica na necessidade de se manter a dentina úmida antes da aplicação desses

sistemas para se alcançar resultados mais satisfatórios (GWINNETT, 1992; GWINNETT & KANCA, 1992; FINGER & FRITZ, 1997).

Os sistemas de união Single Bond, Solid Bond e Bond 1 preconizam o condicionamento ácido da dentina, com subsequente lavagem sob jato de ar/água. Isto implica na remoção da camada de lama dentinária, com a conseqüente penetração do adesivo no interior da dentina. Assim os valores de resistência da união ao cisalhamento alcançado pelos sistemas Bond 1 ($7,49 \text{ MPa} \pm 2,45$) e Single Bond ($6,95 \text{ MPa} \pm 2,01$) foram os mais altos não havendo diferença estatisticamente significativa entre eles, como mostram a Tabela 10 e a Figura 7. O Solid Bond obteve um valor médio ($4,77 \text{ MPa} \pm 2,42$) estatisticamente inferior ao Bond 1 e ao Single Bond, mas superior ao Etch&Prime 3.0 ($1,33 \text{ MPa} \pm 0,94$).

Comparando esses valores àqueles observados na Literatura, verificamos que existe em alguns casos semelhança nos valores e em outros divergência. Os valores médios para os três sistemas de união que eliminam a lama dentinária - Single Bond, Solid Bond e Bond 1 - estão próximos dos resultados obtidos por SINHORETI (1995) para sistemas cujas composições são aproximadamente similares: Optibond ($6,17 \text{ MPa} \pm 0,28$); Scotchbond Multi-Uso ($6,06 \text{ MPa} \pm 0,24$); All Bond 2 ($5,39 \text{ MPa} \pm 0,29$).

Por outro lado, MANFREDI et al. (1997) verificaram a resistência ao cisalhamento de três sistemas de união, testados por SINHORETI (1995), e encontraram valores médios bem superiores: Optibond ($17,37 \text{ MPa}$); Scotchbond Multi-Uso ($15,74 \text{ MPa}$) e All Bond 2 ($15,18 \text{ MPa}$). Os autores atribuíram as diferenças entre os três sistemas, às variações de mineralização e morfologia da dentina.

PERDIGÃO (1994) obteve valores médios de resistência ao cisalhamento maiores aos alcançados nesse estudo com o sistema de união Scotchbond Multi-Uso ($16,14 \text{ MPa} \pm 2,21$) que possui composição química similar ao Single Bond, exceto quanto a presença do etanol junto à água com solventes.

PRICE & HALL (1999) verificaram a resistência ao cisalhamento do Single Bond, 10 minutos e 24 horas após sua aplicação e verificaram resultados de 14,0 MPa $\pm$ 2,0 e 20,3 MPa $\pm$ 3,0 para os grupos de 10 minutos e 24 horas respectivamente, mostrando resultados superiores ao deste estudo. Ainda, o fabricante do Bond 1 (Jeneric/Pentron) relata resistência ao cisalhamento de 31 MPa para esse material em dentina úmida, muito diferente do achado neste estudo, que foi de 7,49 MPa. A 3M, fabricante do Single Bond relata resistência ao cisalhamento de 27 MPa. SWIFT & BAYNE encontraram valor médio de 30 MPa e 16,5 MPa, respectivamente, também muito acima da média encontrada em nossa pesquisa que foi de 6.95 MPa.

Estas diferenças poderiam, talvez, serem explicadas pela metodologia empregada neste estudo. Na maioria dos trabalhos, o carregamento dos corpos-de-prova é feito empregando um cinzel de borda reta ou cortante que toca em uma superfície mínima do cilindro de compósito. Neste estudo, utilizou-se uma fita matriz de aço que envolveu completamente a restauração cilíndrica de compósito. Ao fazer o carregamento nos cilindros de compósito, a fita metálica atua diferentemente do cinzel. Segundo SINHORETI (1997), quando se utiliza esse tipo de carregamento, sempre se encontram valores de resistência de união mais baixos, pois o esforço de carregamento é direcionado somente para a interface dentina-compósito, atuando como plano inclinado (deslizamento).

Por outro lado, PHRUKKANON et al. (1998) verificaram que diâmetros diferentes da área de união, fornecem valores diferentes. As áreas de menores diâmetros estão associadas com maiores valores de resistência da união, o que, talvez, não seja o caso desse estudo onde utilizou-se uma área de 4mm de diâmetro, a mais utilizada na Literatura.

Considerando apenas os três sistemas de união que eliminam a lama dentinária e que necessitam de umidade para sua efetiva união à dentina devido aos seus componentes hidrófilos, o Solid Bond obteve valor médio estatisticamente inferior aos outros dois sistemas, o Bond 1 e o Single Bond. O Single Bond e o Bond 1 contêm água em sua composição, diferentemente do

Solid Bond, e, por isso, possam estar menos sujeitos à variação de umidade do substrato, fazendo um auto-reumedecimento da dentina, se esta for desidratada pela secagem excessiva (SWIFT Jr. et al., 1997; SWIFT & BAYNE, 1997). Neste estudo, a remoção do excesso de umidade foi feita com suave jato de ar, de acordo com as instruções dos fabricantes e padronizada em todos os grupos. Como a superfície da união em dentina é plana, talvez mesmo um suave jato de ar tenha removido a umidade superficial excessivamente, e os materiais que contém água tenham promovido melhores resultados.

Esta afirmação baseia-se no fato de que o posterior reumedecimento com água, após a desidratação pela secagem excessiva, torna a predispor, em parte, a dentina e as fibras colágenas, a se tornarem aptas novamente à penetração do agente hidrófilo (CARVALHO et al., 1996). Segundo TAY et al. (1997), não havendo desnaturação irreversível das fibras colágenas da dentina condicionada, a água restaura a plasticidade e permeabilidade da rede de colágeno, quando se fizer um reumedecimento. No entanto, o mesmo autor (TAY et al., 1996) verificou que existe muita dificuldade em saber qual o grau ideal de umidade da dentina, pois o superumedecimento da dentina, também é prejudicial à união.

As fotomicrografias eletrônicas de varredura feitas na região de fratura quando se utilizou os sistemas Single Bond (Fig. 10) e Bond 1 (Fig. 14), mostram diferentes condições de penetração desses sistemas de união na dentina intertubular e nos túbulos dentinários, formando *tags*, os quais se fraturaram junto a superfície da dentina. Já com o Solid Bond (Fig. 12), pode-se observar que não houve penetração uniforme, ficando vários túbulos dentinários abertos, mostrando menor umedecimento desse sistema de união à dentina (PERDIGÃO et al., 1996). Estas observações talvez reforcem ainda mais a explicação para a diferença nos valores alcançados pelo Solid Bond em relação ao Bond 1 e Single Bond.

Com respeito ao Etch&Prime 3.0, o agente condicionante (auto corrosivo, segundo o fabricante), é o próprio *primer* e resina fluida, que estão incluídos em uma mesma mistura e aplicados simultaneamente. Esse tipo de material possui

baixo pH, o que o torna condicionante, e faz parte da nova geração de sistemas de união, chamada sexta geração. Como não há lavagem posterior à aplicação, sua acidez é neutralizada pela capacidade tampão da dentina. Assim, supõe-se que não há eliminação da lama dentinária e a união é feita com esta incluída no próprio material (GWINNETT & YU, 1994). Por isso, provavelmente, é que o valor médio encontrado foi mais baixo e estatisticamente diferente dos outros de lama dentinária, enquanto o restante da dentina permaneceu coberto com lama dentinária modificada pelo produto, o que justifica os baixos valores obtidos com esse sistema e vem comprovar os estudos de PERDIGÃO (1994), PRATI et al., (1995), FERRARI et al., (1997) e SANTINI & MICHELL (1998).

Isto pode ser verificado no exame em microscopia eletrônica de varredura (Figura 16), onde verifica-se que a superfície de dentina tratada com o sistema de união Etch&Prime 3.0, mostrou alguns canalículos parcialmente fechados, provavelmente, com *plugs* de lama dentinária, enquanto o restante da dentina permaneceu coberto com lama dentinária modificada pelo produto, o que justifica os baixos valores obtidos com esse sistema e vem comprovar os estudos de PERDIGÃO (1994), PRATTI et al. (1995), FERRARI et al. (1997) e SANTINI & MICHEL (1998).

De acordo com VAN MEERBEEK et al. (1992) e SANTINI & MICHEL (1998), nos sistemas de união em que a lama dentinária foi conservada e/ou modificada houve, dentro dos túbulos dentinários, formação de *plugs* de partículas globulares de lama dentinária envolvidas por monômeros hidrófilos. Já, quando houve dissolução parcial da lama dentinária, criou-se uma fina camada de dentina impregnada de resina e por *plugs* de lama dentinária. Segundo GWINNETT & KANCA (1992) este fato pode explicar valores maiores encontrados por alguns pesquisadores no uso desses sistemas de união.

CHIGIRA et al. (1994) sugerem que, em situações clínicas, após o condicionamento ácido das margens cavitárias em esmalte com ácido fosfórico gel de alta viscosidade, poderia ser feito o autocondicionamento da dentina com

primers experimentais, contendo Phenyl-P (2-metacriloxietil fenil hidrogênio fosfato) diluído em HEMA (2-hidroxietil metacrilato) ou GMA (glicidil metacrilato).

Usando também um *primer* autocondicionante, conhecido como 20-P/30-H (solução aquosa a 20% de 2-metacriloxietil fenil hidrogênio fosfato (Phenyl-P) e solução a 30% de HEMA), durante 30 e 60 segundos, NAKABAYASHI & SAIMI (1996) obtiveram valores médios de resistência ao cisalhamento de 9,5 MPa e 10,1MPa, respectivamente, valores esses bem superiores aos obtidos pelo Etch&Prime 3.0 neste estudo. WATANABE et al. (1994) usando o mesmo Phenyl-P em diferentes concentrações misturado ao HEMA (30%), obtiveram valores superiores aos obtidos pelo Etch&Prime 3.0.

Como visto, foi possível verificar nesse estudo que essa nova classe de material, os *primers* condicionantes, representado pelo Etch&Prime 3.0, não alcançou altos valores de resistência de união quando comparados aos produtos Single Bond, Bond 1 e Solid Bond. Entretanto, seria necessário verificar outras marcas comerciais de *primers* condicionantes, como por exemplo, o Clearfil Liner Bond 2V, que tem apresentado valores de resistência de união similares aos materiais de quarta e quinta gerações.

6 - CONCLUSÃO

6. CONCLUSÃO

De acordo com os resultados obtidos neste estudo, podemos concluir que:

1) Os sistemas de união Bond 1 e Single Bond apresentaram as mais altas médias de resistência ao cisalhamento e diferiram estatisticamente dos outros materiais;

2) O sistema de união Solid Bond diferiu estatisticamente do sistema Etch&Prime 3.0, o qual foi inferior a todos sistemas;

3) O padrão de fratura mais comumente observado para todos os sistemas de união, foi do tipo adesivo;

4) As fotomicrografias eletrônicas de varredura mostraram que para os sistemas de união Bond 1 e Single Bond, houve a remoção da lama dentinária, com a penetração do agente resinoso na dentina desmineralizada e nos túbulos dentinários, formando *tags*, os quais se fraturaram junto à superfície da dentina. O mesmo padrão foi observado para o Solid Bond, só que com menor grau de penetração, permanecendo alguns túbulos dentinários abertos;

5) Para o Etch&Prime 3.0, observou-se que houve a modificação da camada de lama dentinária e os túbulos dentinários permaneceram fechados ou semi abertos.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS*

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

_____, 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.846-851, Dec. 1956.

CARVALHO, R.M. *et al.* *In vitro* study on the dimensional changes of human dentine after demineralization. **Arch Oral Biol**, Oxford, v.41, n.4, p.369-377, 1996.

CASTELNUOVO, J., TJAN, A.H.L., LIU, P. Microleakage of multi-step and simplified-step bonding systems. **Am J Dent**, San Antonio, v.9, n.6, p.245-248, Dec. 1996.

CHAPPELL, R.P., SPENCER, P., EICK, J.D. The effects of current dentinal adhesives on the dentinal surface. **Quintessence Int**, Berlin, v.25, n.12, p.851-859, Dec. 1994.

CHARLTON, D.G., BEATTY, M.W. The effect of dentin surface moisture on bond strength to dentin bonding agents. **Oper Dent**, Seattle, v.19, n.4, p.154-158, July/Aug. 1994.

CHIGIRA, H. *et al.* Self-etching dentin primers containing Phenyl-P. **J Dent Res**, Washington, v.73, n.5, p.1088-1095, Mar. 1994.

* De acordo com a NBR-6023 de 1989, da Associação Brasileira de Normas Técnicas (ABNT).
Abreviaturas de periódicos de conformidade com a Base de Dados MEDLINE.

- EICK, D. The dentinal surface: its influence on dentinal adhesion. Part II. **Quintessence Int**, Berlin, v.23, n.1, p.23-43, 1992.
- _____, *et al.* The dentinal surface: its influence on dentinal adhesion. Part I. **Quintessence Int**, Berlin, v.22, n.12, p.967-977, 1991.
- ELIADES, G., PALAGHIAS, G., VOUGIOUKLAKIS, G. Effect of acidic conditioners on dentin morphology, molecular composition and collagen conformation *in situ*. **Dent Mater**, Oxford, v.13, n.1, p.24-33, Jan. 1997.
- FREEDMAN, G., GOLDSTEP, F. Fifth generation bonding systems: state of the art in adhesive dentistry. **J Can Dent Assoc**, Ottawa, v.63, n.6, p.439-443, June 1997.
- FERRARI, M., CAGIDIACO, M.C., MASON, P.N. Micromorphologic relationship between resin and dentin in class II restorations: an *in vivo* and *in vitro* investigation by scanning electron microscopy. **Quintessence Int**, Berlin, v.25, n.12, p.861-866, 1994.
- _____, GORACCI, G., GARCIA-GODOY, F. Bonding mechanism of three one bottle systems to conditioned and unconditioned enamel and dentin. **Am J Dent**, San Antonio, v.10, n.5, p.224-230, Oct. 1997.
- FINGER, W.J., FRITZ, U.B. Resin bonding to enamel and dentin with one-component UDMA/HEMA adhesives. **Eur J Oral Sci**, Copenhagen, v.105, n.2, p.183-186, Apr. 1997.
- GORACCI, G. *et al.* *In vivo* and *in vitro* analysis of a bonding agent. **Quintessence Int**, Berlin, v.25, n.9, p.627-635, 1994.
- GWINNETT, A.J. Dentin bond strength after air drying and rewetting. **Am J Dent**, San Antonio, v.7, n.3, p.144-148, June 1994.

GWINNETT, A.J. Moist versus dry dentin: its effects on shear bond strength. **Am J Dent**, San Antonio, v.5, n.3, p.127-129, June 1992.

_____. Quantitative contribution of resin infiltration/hybridization to dentin bonding. **Am J Dent**, San Antonio, v.6, n.1, p.7-9, Feb. 1993.

_____, KANCA, J.A. Micromorphology of the bonded dentin interface and its relationship to bond strength. **Am J Dent**, San Antonio, v.5, n.2, p.73-77, Apr. 1992.

_____, YU, S. Shear bond strength, microleakage and gap formation with fourth generation dentin bonding agents. **Am J Dent**, San Antonio, v.7, n.6, p.312-314, Dec. 1994.

_____. *et al.* Quantitative contribution of the collagen network in dentin hybridization. **Am J Dent**, San Antonio, v.9, n.4, p.140-144, Aug. 1996.

HAMID, A., SUTTON, W., HUME, W.R. Variation in phosphoric acid concentration and treatment time and HEMA diffusion through dentin. **Am J Dent**, San Antonio, v.9, n.5, p.211-214, Oct. 1996.

HARNIRATTISAI, C. *et al.* 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.

KANCA III, J. Resin bonding to wet substrate. I - Bondin to dentin. **Quintessence Int**, Berlin, v.23, n.1, p.39-41, 1992.

_____. Wet bonding: effect of drying time and distance. **Am J Dent**, San Antonio, v.9, n.6, p.273-276, Dec. 1996.

KUROSAKI, N. *et al.* The effect of etching on the dentin of the clinical cavity floor. **Quintessence Int**, Berlin, v.21, n.2, p.87-92, 1990.

MANFREDI, D.A.B., CONCEIÇÃO, E.N., PACHECO, J.F.M. Avaliação da resistência de união à dentina de sistemas adesivos. **Rev Bras Odontol**, Rio de Janeiro, v.54, n.5, p.303-305, set./out. 1997.

MJOR, I.A., NORDHAL, I. The density and branching of dentinal tubules in human teeth. **Arch Oral Biol**, Oxford, v.41, n.5, p.401-412, 1996.

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

_____, SAIMI, Y. Bonding to intact dentin. **J Dent Res**, Washington, v.75, n.9, p.1706-1715, Sept. 1996.

PASHLEY, D.H. Smear layer: physiological considerations. **Oper Dent**, Seattle, v.3, p.13-29, 1984. [Supplement]

_____. *et al.* Permeability of dentin to adhesive agents. **Quintessence Int**, Berlin, v.24, n.9, p.618-631, 1993.

PERDIGÃO, J., SWIFT, E.J. Analysis of dental adhesive systems using scanning electron microscopy. **Int Dent J**, London, v.44, n.4, p.349-359, Aug. 1994.

_____, SWIFT JR., E.J. Adhesion of a total-etch phosphate ester bonding agent **Am J Dent**, San Antonio, v.7, n.3, p.149-152, June 1994

_____, _____, CLOE, B.C. Effects of etchants, surface moisture and resin composite on dentin bond strengths. **Am J Dent**, San Antonio, v.6, n.2, p.61-64, Apr. 1993

PERDIGÃO, J. *et al.* *In vitro* bond strengths and SEM evaluation of dentin bonding systems to different dentin substrates. **J Dent Res**, Washington, v.73, n.1, p.44-55, Jan. 1994.

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

PHRUKKANON, S., BURROW, M.F., TYAS, M.J. Effect of cross-sectional surface area on bond strengths between resin and dentin. **Dent Mater**, Oxford, v.14, p.120-128, Mar. 1998.

PRATTI, C., PASHLEY, D.H. Dentin wetness, permeability and thickness and bond strength of adhesives systems. **Am J Dent**, San Antonio, v.5, n.1, p.33-38, Feb. 1992.

_____. *et al.* Dentine permeability and bond quality as affected by new bonding systems. **J Dent**, Oxford, v.23, n.4, p.217-226, 1995.

PRICE, R.B.T., HALL, G.C. *In vitro* comparison of 10-minutes versus 24-hour shear bond strengths of six dentin bonding systems. **Quintessence Int**, Berlin, v.30, n.2, p.122-134, 1999.

SANTINI, A., MITCHELL, S. A scanning electron microscopic study of the effect of gluma CPS bonding system on dentinal smear layers produced by different bur types and rotational speeds and on the resin dentin interface. **Quintessence Int**, Berlin, v.29, n.11, p.737-747, 1998.

SENDA, A. *et al.* *In vitro* and clinical evaluations of a dentin bonding system with a dentin primer. **Oper Dent**, Seattle, v.20, n.2, p.51-57, Mar./Apr. 1995.

SINHORETI, M.A.C. **Avaliação *in vitro* da resistência ao cisalhamento da união de sistemas adesivos sobre esmalte e dentina.** Piracicaba, 1994. 112p. Dissertação (Mestrado em Materiais Dentários) – Faculdade de Odontologia de Piracicaba, Universidade Estadual de Campinas.

_____. **Influência do tipo de carregamento sobre a resistência de união ao cisalhamento da interface dentina-resina.** Piracicaba, 1997. 102p. Tese (Doutorado em Materiais Dentários) - Faculdade de Odontologia de Piracicaba, Universidade Estadual de Campinas.

SORENSEN, J.A., DIXIT, N.V. *In vitro* shear bond strength of dentin adhesives. **Int J Prosthodont**, Lombard, v.4, n.2, p.117-125, 1991.

STANINEC, M., KAWAKAMI, M. Adhesion and microleakage tests of a new dentin bonding system. **Dent Mater**, Oxford, v.9, n.3, p.204-208, May 1993.

SWIFT JR., E.J., BAYNE, S.E. Shear bond strength of a new one-bottle dentin adhesive. **Am J Dent**, San Antonio, v.10, n.4, p.184-188, Aug. 1997.

_____, 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.

_____. *et al.* Shear bond strengths of one-bottle dentin adhesives using multiple applications. **Oper Dent**, v.22, n.5, p.194-199, Sept/Oct. 1997.

TAY, F.R., GWINNETT, A. J., WEI, S.H.Y. Ultrastructure of the resin-dentin interface following reversible and irreversible rewetting. **Am J Dent**, San Antonio, v.10, n.2, p.77-82, Apr. 1997.

TAY, F.R., GWINNETT, A. J., WEI, S.H.Y. The overwet phenomenon: an optical, micromorphological study of surface moisture in the acid-conditioned resin-dentin interface. **Am J Dent**, San Antonio, v.9, n.1, p.43-48, Feb. 1996.

_____. The overwet phenomenon: a transmission electron microscopic study of surface moisture in the acid-conditioned resin dentin interface. **Am J Dent**, San Antonio, v.9, n.4, p.161-166, Aug. 1996.

_____. *et al.* Structural evidence of a sealed tissue interface with a total-etch wet-bonding technique *in vivo*. **J Dent Res**, Washington, v.73, n.3, p.629-636, Mar. 1994.

TITTLE, K. *et al.* The composition and ultrastructure of resin tags in etched dentin. **Am J Dent**, San Antonio, v.8, n.5, p.224-230, Oct. 1995.

TJAN, A.H.L., CASTELNUOVO, J., LIU, P. Bond strength of multi-step and simplified-step systems. **Am J Dent**, San Antonio, v.9, n.6, p.269-272, Dec. 1996.

VAN MEERBEEK, B. *et al.* Correlative transmission electron microscopy examination of nondemineralized and demineralized resin-dentin interfaces formed by two dentin adhesive systems. **J Dent Res**, Washington, v.75, n.3, p.879-888, Mar. 1996.

_____. *et al.* Morphological aspects of the resin-dentin interdiffusion zone with different dentin adhesive systems. **J Dent Res**, Washington, v.71, n.8, p.1530-1540, Aug. 1992.

WATANABE, I., NAKABAYASHI, N., PASHLEY, D.H. Bonding to ground

dentin by a Phenyl-P self-etching primer. **J Dent Res**, Washington, v.76, n.6, p.1212-1220, June 1994.

YOUSSEF, M.N. *et al.* Estudo comparativo de quatro filosofias adesivas quanto à penetração na dentina. **Rev Assoc Paul Cir Dent**, São Paulo, v.52, n.3, p.236-239, maio/jun. 1998.

APÊNDICE

APÊNDICE

Tabela 4. Relação dos produtos com seus respectivos números de lote, prazo de validade e cor (a parte experimental foi realizada entre 06/1999 a 12/1999).

Produto	Lote	Validade	Cor
Scotchgel	9DX66	_____	_____
Single Bond	7 BC	_____	_____
Z 100	8 BK	Julho 2001	UD
Esticid 20 FG	080279	Junho 2000	_____
Solid Bond P	36	Julho 2000	_____
Solid Bond S	29	Dezembro 2000	_____
Solitaire	026	Julho 2001	A 10
Etching Gel	790971	_____	_____
Bond 1	701912	_____	_____
Alert	3042002	_____	B 10
Etch&Prime 3.0	999812/814	Junho 2000	_____
Degufill Mineral	303	Junho 2000	A 20

TABELA 5 - Valores individuais de resistência ao cisalhamento para o sistema de união Single Bond.

Amostra	Valor (MPa)
01	6,91
02	11,41
03	6,91
04	8,63
05	7,00
06	10,15
07	5,65
08	6,94
09	8,36
10	8,37
11	3,72
12	4,98
13	3,76
14	9,32
15	6,99
16	5,29
17	5,19
18	7,10
19	7,12
20	5,28

TABELA 6 - Valores individuais de resistência ao cisalhamento para o sistema de união Solid Bond.

Amostra	Valor (MPa)
01	7,60
02	6,26
03	2,67
04	3,74
05	5,57
06	3,21
07	9,41
08	2,51
09	2,31
10	2,16
11	3,68
12	7,51
13	8,10
14	2,56
15	2,05
16	5,07
17	6,61

TABELA 7 - Valores individuais da resistência ao cisalhamento para o sistema de união Bond 1.

Amostra	Valor (MPa)
01	7,83
02	4,51
03	6,24
04	8,43
05	7,22
06	8,77
07	9,58
08	4,09
09	6,59
10	5,30
11	7,90
12	9,49
13	8,76
14	7,41
15	1,51
16	10,78
17	5,56
18	9,74
19	8,42
20	11,76

TABELA 8 - Valores individuais da resistência ao cisalhamento para o sistema de união Etch&Prime 3.0.

Amostra	Valor (MPa)
01	3,00
02	1,20
03	0,59
04	0,67
05	0,56
06	0,96
07	0,36
08	0,86
09	1,41
10	1,73
11	0,91
12	1,25
13	1,38
14	4,03
15	0,91
16	1,46

TABELA 9 - Análise de variância para os valores de resistência ao cisalhamento obtidos na união da superfície de dentina com os sistemas adesivos

Causas da variação	G.L.	S.Q.	Q.M.	Valor F	Prob.>F
Material	3	27,6610628	9,2203543	43,9197	0,00001
Resíduo	69	14,4856235	0,2099366		
Total	72	42,1466864			

Média geral = 2,187941

Coefficiente de variação = 20,942%