

UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS  
FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE PIRACICABA



1150034972



FOP

T/UNICAMP G553e

MARIO FERNANDO DE GOES  
CIRURGIÃO - DENTISTA

**EFEITO DO TEMPO NA QUALIDADE DO  
CONDICIONAMENTO PROMOVIDO PELOS ÁCIDOS  
FOSFÓRICO E MALEICO EM ESMALTE E DENTINA.**

*Tese apresentada à Faculdade de  
Odontologia de Piracicaba, da Universidade  
Estadual de Campinas, para obtenção do  
TÍTULO DE LIVRE DOCENTE - ÁREA  
DE MATERIAIS DENTÁRIOS.*

UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS  
FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE PIRACICABA  
BIBLIOTECA

*L. 1252*

Piracicaba

1994

## **Dedico**

À Deus, Senhor de toda a sabedoria

À ANTONIETA DE FÁTIMA,

esposa, companheira e incentivadora de todos os momentos, que transformou amor e dedicação em estímulo para a minha carreira.

Aos FERNANDO e VIVIAN,

filhos que me inspiram o amanhã.

Aos meus pais APARECIDA e ALCINDO, que com humildade e carinho ensinaram-me os verdadeiros valores da vida.

**Ao Prof. Dr. SIMONIDES CONSANI,**

Titular da Área de Materiais Dentários da  
Faculdade de Odontologia de Piracicaba,  
da Universidade Estadual de Campinas,  
que como Mestre ensinou-me as  
diretrizes acadêmicas; como amigo,  
orientou-me como a um filho; e como  
homem, tem como única vaidade o seu  
título de Professor. Meu reconhecimento  
e eterna gratidão.

## AGRADECIMENTOS

Nesta oportunidade gostaríamos de registrar publicamente nossa gratidão a todos aqueles que direta ou indiretamente participaram na elaboração deste trabalho.

À Direção da Faculdade de Odontologia de Piracicaba da Universidade Estadual de Campinas, na pessoa do seu Diretor Prof. Dr. RENATO ROBERTO BIRAL e seu associado Prof. Dr. OSVALDO DI HIPÓLITO JUNIOR.

À Profa. Dra. MARINÉIA DE LARA HADDAD, do Departamento de Entomologia da Escola Superior de Agricultura "Luiz de Queiroz" - USP, pelo auxílio na elaboração da análise estatística.

Ao Prof. Dr. MICHEL ANDRÉ AEGERTER, Coordenador do Instituto de Física e Química de São Carlos - USP, que permitiu a utilização do microscópio eletrônico de varredura.

Ao Engenheiro MARCELO DE A. P. DA SILVA, do Instituto de Física e Química de São Carlos - USP, pelo apoio técnico e documentação fotográfica realizada no microscópio eletrônico de varredura.

Ao técnico especializado, Engenheiro MARCOS BLANCO CANGINI, pela colaboração técnica no formato e digitação deste trabalho.

Aos alunos do Curso de Pós-Graduação - Área de Materiais Dentários da Faculdade de Odontologia de Piracicaba - UNICAMP, MARIO A. C. SINHORETI e ANGELO S. SECCO, pela colaboração permanente.

À Bibliotecária SUELI DUARTE DE OLIVEIRA SOLIANI, da Faculdade de Odontologia de Piracicaba - UNICAMP, pela revisão das referências bibliográficas.

Ao Sr. ADÁRIO CANGIANI, técnico da Área de Materiais Dentários da Faculdade de Odontologia de Piracicaba - UNICAMP, pela documentação fotográfica.

Aos Profs. da Área de Materiais Dentários da Faculdade de Odontologia de Piracicaba - UNICAMP, LUIZ ANTONIO RUHNKE, WOLNEY LUIZ STOLF e LOURENÇO CORRER SOBRINHO, pelo espírito de amizade, estímulo e apoio.

À Sra. SELMA A. B. DE SOUZA, técnica e secretária da Área de Materiais Dentários da Faculdade de Odontologia de Piracicaba -UNICAMP, pela valiosa e prestativa colaboração.

À Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de São Paulo - FAPESP, pelo apoio ao Instituto de Física e Química de São Carlos - USP, na aquisição do microscópio eletrônico de varredura (Zeiss 960), que possibilitou o enriquecimento científico deste trabalho.

## ÍNDICE

1 - INTRODUÇÃO .....	01
2 - REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	03
3 - PROPOSIÇÃO.....	28
4 - MATERIAIS E MÉTODO.....	29
4.1 - Materiais.....	29
4.2 - Método.....	30
5 - RESULTADOS.....	38
6 - DISCUSSÃO.....	52
7 - CONCLUSÃO.....	59
8 - RESUMO.....	61
9 - SUMMARY.....	63
10 - REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	65
11 - APÊNDICE.....	70
11.1 - Relatório Estatístico.....	72

## 1 - INTRODUÇÃO

Tradicionalmente, a utilização do ácido ortofosfórico para o condicionamento da superfície do esmalte dental humano tem sido procedimento clínico usual para aumentar a resistência de união entre a superfície do esmalte e o material restaurador.<sup>8</sup>

Apesar disso, agentes condicionadores como os ácido láctico e cítrico também foram avaliados para serem usados na clínica odontológica.<sup>7, 21</sup> Inclusive com a opção do ácido pirúvico ser considerado um agente alternativo ao ácido ortofosfórico, caso fosse mais estável.<sup>29</sup> Recentemente, o ácido maleico também alcançou essa indicação e tem sido usado para o condicionamento do esmalte e dentina.<sup>37, 3, 19, 11</sup>

No entanto, um fato ainda controverso está relacionado à concentração do agente ácido. Normalmente, a concentração mais usada para o ácido ortofosfórico varia entre 30 e 50%.<sup>33</sup> Em concentrações maiores que 50% existe a formação do monofosfato de cálcio monohidratado que dificultaria o processo de dissolução do esmalte. Porém, em concentrações reduzidas de até 10% não produz efeito adverso na resistência de união com as restaurações em compósitos.<sup>16</sup>

Outro ponto polêmico diz respeito ao tempo de tratamento pelo agente ácido. Originalmente, o tempo de condicionamento determinado para o esmalte humano pelo ácido ortofosfórico tem sido 60 segundos.<sup>25</sup> Entretanto, estudos recentes indicam que o tempo de condicionamento pode ser reduzido para 15 segundos, sem produzir diferenças qualitativas na morfologia superficial do esmalte e na resistência de união.<sup>2, 15</sup>

Na realidade, o que está estabelecido é a simplicidade no procedimento de condicionamento do esmalte, onde o ácido ortofosfórico promove uma dissolução seletiva na região central e/ou nas bordas dos prismas de esmalte, resultando em microporosidade e permitindo que a resina fluida penetre e possa ser polimerizada para formar uma união mecânica com o esmalte. Dessa forma, é possível eliminar a microinfiltração de componentes salivares e bactérias através da interface dente-restauração e, desta forma, aumentar a longevidade da restauração.<sup>25, 31</sup>

Assim, por causa do sucesso obtido com o condicionamento da superfície do esmalte através do ácido ortofosfórico, o procedimento técnico passou a ser usado também sobre a superfície da dentina, no entanto, sem conseguir produzir uma resistência de união semelhante àquela obtida no esmalte.<sup>14, 32, 38</sup> Além disso, a aplicação do ácido ortofosfórico não é aconselhada porque causaria remoção da "smear layer", aumento da

permeabilidade dentinária e agressão ao tecido da polpa.<sup>27, 30, 36</sup> Entretanto, esta hipótese tem sido contestada em estudos sob condições experimentais e "in vivo".<sup>17, 41</sup>

Embora, a aplicação direta de agentes ácidos para o condicionamento da dentina permaneça como um procedimento controvertido, acredita-se que a microinfiltração e a penetração de bactérias através da interface dente-restauração sejam os fatores responsáveis pela sensibilidade pós-operatória e reações pulpares.<sup>5, 6</sup> Em função disso, houve um direcionamento das pesquisas para o desenvolvimento de sistemas de união à dentina, resultando na "primeira e segunda geração" de adesivos, onde moléculas orgânicas di ou multifuncionais que continham grupos reativos interagem com a dentina e com o monômero da resina restauradora. No entanto, estes sistemas não obtiveram sucesso nas situações clínicas.<sup>28, 40</sup>

Atualmente, muitos dos novos sistemas adesivos à dentina, chamados de "terceira geração", são capazes de gerar resistência à união com a dentina bastante próxima daquela união entre resina e esmalte condicionado com ácido ortofosfórico. Entretanto, o aumento na resistência à união tem sido acompanhado pela grande complexidade na utilização e variação da composição química de cada material.<sup>25</sup> Porém, esses sistemas apresentam em comum os agentes de natureza ácida, usados no tratamento da dentina para remover a "smear layer" na primeira fase do procedimento técnico, visando a união entre resina restauradora e dentina.<sup>13</sup>

Mais recentemente, foram introduzidos no comércio sistemas adesivos universais recomendados para proporcionar união aos esmalte, dentina, porcelana, metal e amálgama de prata.<sup>37, 18</sup> Além das diversas aplicações clínicas, esses sistemas apresentam modificações na composição química do adesivo, no agente usado para preparar a superfície dentinária à união ("primer") e no condicionador ácido, que agora tem a indicação para ser aplicado ao mesmo tempo na superfície do esmalte e dentina, durante 15 segundos, simplificando o procedimento técnico.

## 2 - REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

BUONOCORE,<sup>8</sup> 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 a ação do ataque ácido, além do aumento da capacidade de umedecimento da superfície, permitindo assim, contato íntimo da resina acrílica com o esmalte.

Em 1972, BRANNSTROM & NYBORG<sup>6</sup> preencheram cavidades de nível profundo com as resinas compostas Adaptic, Addent 12 e DFR para avaliar uma possível reação pulpar. Verificaram ainda se nessas mesmas condições, o Tubulitec promovia uma proteção efetiva. Usaram 66 pares de dentes laterais permanentes jovens. Cavidades padronizadas com 2 mm de diâmetro por 2,5 mm de profundidade foram preparadas na superfície vestibular dos dentes. As cavidades foram lavadas com água e secas com papel absorvente e jatos de ar. Duas camadas de Tubulitec foram aplicadas na cavidade. Na cavidade feita no dente do lado oposto não foi aplicado nenhum tipo de forramento. Os materiais restauradores foram utilizados de acordo com as instruções do fabricante para o procedimento restaurador. Os dentes foram extraídos em períodos entre 1 - 2 e 4 - 8 semanas após a restauração. Após a extração dos dentes, dois terços da raiz de cada dente foram cortados e o remanescente dentário foi fixado em formol neutro e descalcificado em EDTA. Cem cortes seriados foram feitos passando pelo centro da cavidade e polpa. Seis cortes de cada dente foram corados em hematoxilina/eosina e outros 6 foram corados pela técnica modificada de Gram's para microorganismo. De acordo com os resultados, em 58 pares de dentes cujas cavidades não foram protegidas observou-se infiltrado inflamatório. Em seis pares de dentes não foram observados nenhuma inflamação. Em três cavidades protegidas o infiltrado inflamatório foi negligenciável. Os autores consideraram que dois fatores principais podem ser considerados causadores da alteração pulpar: irritação química produzido pelo material e a pobre adaptação marginal, sendo que esta segunda hipótese talvez represente o mais sério problema. Bactérias e outros agentes irritantes podem estar presentes na cavidade antes da aplicação do material, ou mesmo penetrar pela saliva no espaço entre a parede

cavitária e o material restaurador, podendo alcançar a polpa via túbulo dentinário. Dessa forma, os autores concluíram que uma camada protetora deveria ser usada sob os compósitos restauradores em função de possíveis espaços que são formados entre o material restaurador e a parede cavitária.

BRAUER & TERMINI,<sup>7</sup> em 1972, determinaram a eficiência do tratamento da superfície do esmalte com uma variedade de ácidos polifuncionais e agentes quelantes com a finalidade de obter união entre a superfície dental e resinas acrílicas comerciais. De acordo com os autores, o desvio padrão dos resultados foi muito alto em função da dificuldade em se obter uma superfície plana no esmalte bovino. No entanto, a técnica de condicionamento usando 10 segundos de tratamento com 3 minutos de intervalo aumentou a adesão da resina restauradora à superfície do esmalte e um grande número de ácidos solúveis em água, especialmente aqueles que continham grupos polifuncionais, induziram união à superfície do esmalte. Segundo os autores, a eficiência na adesão é dependente da solubilidade do ácido em água, grau de condicionamento produzido pela solução, além disso, depende parcialmente dos grupos funcionais presentes na molécula do ácido e na habilidade da solução umedecer a superfície do esmalte. Relataram também que o aumento na adesão é resultado de uma melhor retenção mecânica da resina polimerizada dentro do esmalte condicionado e que este procedimento pode ser útil para o tratamento clínico de lesões pré-cariosas com resinas restauradoras. Os resultados do estudo demonstraram que a solução aquosa de ácido láctico a 20% parece ser mais indicada em função de suas propriedades não tóxicas. Outros ácidos polifuncionais, como o tetrahidrofurano a 5%, ácido tetracarboxílico a 5%, ácido dihidróxido tartárico a 5%, ácido benzenopentacarboxílico a 5% , também poderiam ser usados caso fossem compatíveis com o tecido oral, e se a resistência de adesão desenvolvida entre o material restaurador e a estrutura do dente tratado não fosse reduzida com a armazenagem prolongada em meio aquoso.

OHSAWA,<sup>21</sup> em 1972, determinou a relação entre a solubilidade e adesão na superfície do esmalte, bem como, as diferenças morfológicas após o condicionamento por vários tipos de ácidos. Utilizou 15 tipos diferentes de soluções ácidas e preparadas sete soluções de diferentes concentrações para cada tipo de ácido. Foram obtidas médias de solubilidade do esmalte, resistência de união à tração e observações histológicas por microscópio eletrônico de varredura. Segundo o autor, a melhora na adesão não estava relacionada com a quantidade de descalcificação do esmalte, mas com a condição morfológica da superfície do esmalte tratado que facilitava a maior penetração do selante e aumentava a

adesão. No caso da solução de ácido pirúvico a resistência de união à tração de um selante a base de cianoacrilato-polimetil-metacrilato aumentou de 47,5 Kg/cm<sup>2</sup> quando usado na concentração de 0,1M para 109,5 Kg/cm<sup>2</sup> e concentração de 2M, mas diminuiu para 58,5 Kg/cm<sup>2</sup> quando a concentração aumentou para 6M. Assim, concluiu que a concentração do reagente ácido, a quantidade de substância dental dissolvida e a resistência de união foram similares, havendo inicialmente, aumento gradativo até determinada concentração e, então, redução nos valores conforme a concentração era aumentada.

CHOW & BROWN,<sup>10</sup> em 1973, demonstraram que o monohidrato fosfato monocálcico  $\text{Ca}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2\text{H}_2\text{O}$  é formado sobre a superfície do esmalte durante o condicionamento ácido. Para esse estudo os autores utilizaram dentes molares humanos extraídos e limpos com solução de pedra pomes em água. Uma solução contendo 50% de ácido fosfórico foi aplicada sobre a superfície do esmalte durante 1 minuto. Em seguida, a superfície foi lavada e seca com acetona. Após a secagem, a superfície da amostra apresentou-se com um material branco cristalino. A análise desse material pelo método petrográfico e difração de raio X indicou que esse material era o  $\text{Ca}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2\text{H}_2\text{O}$ . Resultados semelhantes foram obtidos de amostras tratadas com a solução contendo ácido fosfórico a 50% e óxido de zinco a 7%. Por causa da alta solubilidade em água a cobertura de  $\text{Ca}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2\text{H}_2\text{O}$  é possível de ser completamente removida em situações clínicas deixando a superfície limpa para propiciar a adesão com o selante. Segundo os autores, caso o dente seja tratado com uma solução contendo uma concentração menor do que 27% de ácido fosfórico, provavelmente haverá a formação do dihidrato fosfato dicálcico que dificilmente será completamente removido com água em situações clínicas.

Em 1974, RETIEF et al.<sup>27</sup> determinaram o efeito do ácido fosfórico ( $\text{H}_3\text{PO}_4$ ) a 50% sobre a polpa de dentes de macacos. Prepararam cavidades tipo classe V no quadrante superior direito e inferior esquerdo. Em seguida, o ácido fosfórico a 50% foi aplicado em cada cavidade, durante 1 minuto, que após a lavagem foi seca e preenchida com cimento de óxido de zinco e eugenol. As cavidades usadas como controle no segmento contralateral foram somente lavadas, secas e preenchidas com Z.O.E.. Os animais foram sacrificados após 4 dias, 2 e 6 semanas. Nos resultados do grupo controle, os autores observaram a existência de uma resposta inflamatória classificada de suave para moderada, enquanto que, a aplicação do ácido fosfórico sobre a dentina (grupo experimental) produziu uma reação inflamatória severa, sugerindo então, a necessidade da utilização de uma base protetora sobre a superfície da dentina antes do condicionamento ácido da superfície do esmalte adjacente.

Em 1974, SILVERSTONE<sup>33</sup> investigou "in vitro" a retenção de diversos selantes usados em fissuras e cicatrículas oclusais de dentes humanos. O autor verificou também o efeito de alguns condicionadores ácidos líquidos sobre a superfície do esmalte. Quatrocentos dentes humanos sadios foram revestidos com verniz deixando livre apenas a superfície oclusal para o experimento. A região do esmalte exposta foi condicionada com as seguintes soluções: ácido fosfórico em concentrações que variavam entre 20 - 70%, ácido fosfórico a 50% tamponado com óxido de zinco a 7%, em peso, ácido cítrico a 5% e a 50%, ácido poliacrílico a 10% e soluções de EDTA. O tempo de aplicação dos ácidos variou de 1 até 5 minutos. Os selantes empregados foram Epoxylite 9070 e 9075, Elmex protector, Nuva-Seal e TP 226. Os espécimes foram seccionados e parte deles foi examinada em microscopias de luz transmitida, polarizada, fluorescente e eletrônico de varredura. A exposição da superfície do esmalte aos condicionadores ácidos alterou a consistência do tecido dental resultando em perda do contorno e criação de uma região porosa. Quando foi usado o ácido fosfórico, o grau de alteração da superfície do esmalte aumentou com a redução da concentração do ácido e segundo o autor, a melhor condição retentiva para o selante foi produzida pelo ácido fosfórico em concentrações que variavam entre 20 - 50%, sendo que a solução a 30% mostrou ser o agente ácido mais efetivo.

Em 1975, SILVERSTONE et al.<sup>34</sup> demonstraram "in vitro" que a exposição do esmalte dental humano à soluções ácidas produziram 3 padrões básicos de condicionamento. No mais comum, classificado como padrão tipo 1, o centro dos prismas de esmalte foram preferencialmente removidos deixando as bordas dos prismas relativamente intactas. No padrão classificado com tipo 2, as bordas periféricas dos prismas de esmalte foram preferencialmente removidas deixando a região central dos prismas relativamente intactas. No padrão classificado como tipo 3, co-existiram regiões correspondentes ao padrão tipo 1 e 2. Assim, os resultados sugeriram que não existe um padrão específico de condicionamento ácido produzido na superfície do esmalte dental humano e que algumas diferenças produzidas pelos ácidos são difíceis de serem explicadas em função da variação da composição química e da orientação dos cristais dos prismas de esmalte.

STANLEY et al.<sup>36</sup>, em 1975, avaliaram e compararam a resposta do tecido pulpar frente a duas novas formulações de resinas compostas com a resposta pulpar produzida pelo cimento de óxido de zinco e eugenol. Avaliaram ainda o afeito do pré-tratamento ácido da dentina antes da restauração com resina composta e determinaram se a resposta pulpar intensificava com o aumento da permeabilidade dentinária provocada pelo condicionamento

ácido. Além disso, avaliaram se a espessura de 1mm de dentina remanescente minimizaria a resposta pulpar. Para isto, utilizaram 150 dentes humanos sem cáries de pessoas com idade que variava entre 24 e 67 anos. As cavidades foram preparadas com a forma quadrada medindo 3x3mm por 2,5mm de profundidade, com alta-rotação refrigerado à água. Os dentes foram divididos em três grupos: 50 dentes foram restaurados com resina composta sem tratamento ácido da dentina; 56 dentes foram restaurados com resina composta após pré-tratamento ácido da dentina (ácido fosfórico a 50% por 120 segundos); e, 44 dentes foram restaurados com cimento de óxido de zinco e eugenol. Os resultados indicaram que os novos compósitos (HL-72 e Enamelite), aparentemente de pH neutro e não contendo ácido metacrílico quando usados isoladamente ou em conjunção com o condicionamento pelos ácidos cítrico a 50% ou fosfórico, foram tóxicos à polpa quando aplicados em cavidades profundas e sem a dentina estar protegida. Além disso, a intensidade da resposta inflamatória aumentou após os procedimentos de pré-tratamento ácido, indicando aumento na permeabilidade dentinária. Quando a espessura da dentina remanescente foi de 1mm ou menos, independente se fosse dentina primária ou reparadora, a porcentagem de dentes com abscessos aumentou. Assim, o autor sugeriu o uso de uma base de hidróxido de cálcio para proteger a dentina previamente ao condicionamento ácido.

Em 1976, RIDER et al.<sup>32</sup>, descreveram o aperfeiçoamento técnico para medir o comportamento de adesão de vários materiais com a estrutura dura do dente através de ensaios de tração. Observaram também a correlação entre a natureza do preparo e a rugosidade superficial do dente usando o microscópio eletrônico de varredura e o rugosímetro Talysurf. Foram usados no estudo molares e pré-molares humanos que após a extração eram armazenados em soro fisiológico em temperatura ambiente. A superfície vestibular foi desgastada com lixas de granulação nº 400, lavada e os dentes armazenados em água destilada. A seguir, as superfícies dentais foram condicionadas com ácido ortofosfórico a 50% e óxido de zinco a 7% (P/P). Em seguida, as amostras foram lavadas e secas, durante 2 minutos, com ar comprimido e armazenadas em água a 37°C por 24 horas antes do ensaio. O ensaio de tração foi feito em uma máquina Dartec com uma velocidade de 1mm por minuto. Segundo os resultados obtidos não houve uma adesão apreciável entre as resinas compostas e a superfície de dentina. O tratamento superficial efetuado sobre a dentina não promoveu a retenção da resina. Na superfície do esmalte a resina composta mostrou boa retenção e ficou claro que o grau de retenção não depende da natureza da resina composta, uma vez que a união fracassou entre a camada superficial de resina sem carga e a restauração em resina

composta.

TORNEY,<sup>38</sup> em 1978, investigou se o pré-tratamento da dentina com ácido aumentaria a retenção dos materiais restauradores. A porção coronária de 120 molares e pré-molares humanos foi desgastada para expor uma camada plana e contínua da dentina. O condicionamento foi feito com ácido fosfórico a 37% tamponado com óxido de zinco a 7%, em peso. Grupos de 30 amostras de superfícies dentinárias foram condicionadas por 30, 60 e 120 segundos. De acordo com os resultados, a qualidade retentiva da superfície da dentina para as resinas utilizadas não foi aumentada pelo ataque ácido, mas deixou a superfície da dentina lisa, limpa e abriu levemente os orifícios dos túbulos dentinário.

FUSAYAMA et al.,<sup>14</sup> em 1978, desenvolveram um novo equipamento para ensaio de tração e avaliaram as propriedades adesivas do Clearfil Bond System-F, comparando-as com as das resinas Adaptic Total System e Concise Enamel Bond. As superfícies do esmalte e dentina de incisivos centrais superiores e oclusal de molares humanos foram preparadas por desgaste até obter uma superfície plana. Os dentes foram estocados em água e secos imediatamente antes do uso. As superfícies foram condicionadas com ácido fosfórico a 40%, por 60 segundos e, em seguida, lavadas e secas. A aplicação dos materiais sobre as superfícies preparadas seguiram as instruções do fabricante. A maioria das amostras foi imersa em água a 37°C, 10 minutos após a restauração e armazenada por uma semana, um mês e três meses, antes de ser submetida ao ensaio de tração. Os autores concluíram que a resina Clearfil produziu um aumento significativo na adesão com o esmalte e dentina sendo superior aos outros materiais estudados. Além disso, o condicionamento ácido sobre a superfície do esmalte e dentina aumentou consideravelmente a resistência de união, sendo que no esmalte a adesão aumentou gradualmente com o tempo, quando as amostras foram armazenadas em água.

Em 1981, PASHLEY et al.<sup>24</sup> examinaram em microscopia eletrônica de varredura a aparência da superfície da dentina antes e após uma sequência sucessiva de tratamentos com ácido cítrico diluído para a remoção da camada de "smear layer" e correlacionaram o efeito desse artifício com a permeabilidade dentinária "in vitro". Segundo os autores, o ácido cítrico a 6% usado em curtos intervalos de tempo permitiu uma remoção sequencial da camada de "smear layer" da superfície da dentina humana. Assim, o condicionamento ácido durante 5 segundos removeu a "smear layer" e expôs os orifícios dos túbulos dentinários. Além disso, a permeabilidade dentinária aumentou rapidamente durante o

condicionamento com ácido cítrico a 6%, alcançando um valor máximo após 15 segundos de condicionamento. Concluindo, os autores afirmaram que a produção da "smear layer" sobre a dentina durante os procedimentos restauradores estabeleceu uma barreira protetora e que a remoção da camada de "smear layer" pelo condicionamento ácido aumentou a permeabilidade da dentina.

Em 1982, GOTTLIEB et al.<sup>16</sup> determinaram através de ensaios de tração a melhor concentração para o ácido fosfórico ser usado sobre a superfície do esmalte. Soluções de ácido fosfórico nas concentrações de 10, 20, 30, 40, 50, 60 e 70% (P/P) foram preparadas e confirmadas por análise química. As raízes de 70 incisivos centrais superiores foram cortadas e as coroas dentárias foram embutidas em resina acrílica. A superfície vestibular dos dentes foi desgastada com discos de lixa de granulação 600 em uma máquina de polimento. Dez amostras foram preparadas para cada concentração do ácido fosfórico. As soluções de condicionamento foram aplicadas sobre a superfície do esmalte durante 1 minuto e depois lavadas com água corrente, durante 15 segundos. Logo após, as superfícies dentárias condicionadas foram secas e o material restaurador foi aplicado conforme as instruções do fabricante. Quinze minutos após a restauração, as amostras foram armazenadas a 37°C por 7 dias. Após esse tempo, as amostras foram submetidas ao teste de resistência à tração em uma máquina de ensaio universal Instron à uma velocidade de 0,02 pol./min. Os autores concluíram que a resistência à tração da resina composta com a superfície do esmalte condicionada com ácido fosfórico em concentrações que variavam de 10 a 60% (P/P) não foram estatisticamente diferentes, mas o condicionamento feito em concentrações de 70% resultaram em uma resistência de união significativamente inferior.

RETIEF et al.,<sup>31</sup> em 1982, avaliaram o efeito de técnicas restauradoras como bisel cavo-superficial, condicionamento ácido e aplicação de resina de baixa viscosidade na infiltração marginal de cavidades tipo classe V restauradas com resina composta. Dentes caninos e humanos foram limpos com pedra pomes e estocados em etanol a 70%. O adesivo de baixa viscosidade (Adaptic bonding) e a resina restauradora Adaptic foram os materiais utilizados após o condicionamento com o ácido fosfórico a 30%. Cavidades tipo classe V foram feitas na face vestibular de 60 dentes por um único profissional. Em 30 espécimes a margem cavo-superficial foi biselada em ângulo de 45° e estendidos até a junção dentino-esmalte. As preparações foram limpas com peróxido de hidrogênio a 3%, lavadas e secas com ar comprimido. A parede axial da cavidade foi protegida com uma camada de hidróxido de cálcio para simular uma situação clínica. Cada dente foi restaurado imediatamente após a

preparação cavitária. O agente ácido foi aplicado durante 1 minuto nas margens em esmalte do preparo. Em seguida, o agente de união foi aplicado, seguido da inserção do material restaurador de acordo com as instruções do fabricante. Os dentes restaurados foram armazenados em água destilada a 37°C por 7 dias antes de fazer o acabamento com discos Soflex. Todas as restaurações foram polidas ao nível da margem cavo superficial. Após o selamento do ápice da raiz dos dentes e cobertura com vernizes, os dentes foram imersos em uma solução de 25 ml contendo tabletes de corante vermelho fluorescente. Em seguida, os dentes foram submetidos a 100 ciclos térmicos que variavam entre 55 e 50°C. Após a ciclagem térmica, os dentes foram armazenados na solução corante a 37°C, durante uma semana. Segundo as conclusões dos autores, o condicionamento da parede em esmalte da cavidade preparada em ângulo e biselada reduziu significativamente a infiltração marginal.

SOLOMON & BEECH,<sup>35</sup> em 1983, avaliaram métodos para otimizar resistências de união usando "primers" disponíveis comercialmente. A resistência de união à tração foi avaliada na superfície da dentina humana, após 24 horas de imersão em água, por meio de duas técnicas: a) método de pressão usando bráquetes ortodônticos; b) método sem pressão, no qual um cilindro de compósito foi posicionado sobre a superfície da dentina. Os "primers" estudados foram Scotchbond, Clearfil, Cervident e Core-Max. O material restaurador foi o mesmo para todos os "primers" exceto para o Scotchbond que foi usado com o Concise ou o compósito Clearfil. De acordo com os resultados todos os materiais mostraram baixa resistência à união quando foi utilizada a técnica sem pressão (b). Usando o método (a) com pressão, a resistência do Scotchbond e do Cervident foram de aproximadamente 2 MPa, enquanto que para o Clearfil e o Core-Max foi de 1 MPa. O condicionamento com o ácido fosfórico a 37%, durante 1 minuto, reduziu a resistência de união do Scotchbond e do Cervident e não foi benéfico para o Clearfil e o Core-Max. De maneira geral, o pré-tratamento da dentina com soluções mineralizantes ou aquosas de sais metálicos resultaram em nenhuma mudança ou reduziram a resistência e a quantidade de "primer" usado teve pouca influência sobre a resistência à união.

RETIEF et al.,<sup>29</sup> em 1985, avaliaram o uso do ácido pirúvico como um agente condicionador alternativo ao ácido fosfórico (H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>). Foram preparadas soluções contendo 5, 10, 15, 20, 25 e 30% (p/p) de ácido pirúvico e comparadas com uma solução de ácido fosfórico a 50% (p/p). A avaliação foi determinada através da resistência à tração da união de uma resina composta à superfície condicionada do esmalte com os respectivos agentes ácidos. As superfícies do esmalte polido e não polido foram condicionadas com os respectivos

agentes ácidos e, em seguida, observadas em microscópio eletrônico de varredura. De acordo com os resultados, a resistência à tração da união da resina sobre a superfície do esmalte condicionado com ácido pirúvico nas concentrações que variaram entre 10 - 30% excederam os valores obtidos na superfície do esmalte condicionado com ácido fosfórico a 50%. Foi observado ainda um padrão de condicionamento bem definido na superfície do esmalte condicionado com todas as soluções ácidas. Assim, o autor sugeriu que o ácido pirúvico poderia ser uma alternativa ao ácido fosfórico na técnica de condicionamento ácido usado em clínica odontológica.

TYAS & BEECH,<sup>40</sup> em 1985, empreenderam um estudo para comparar 3 produtos restauradores de lesões abrasivas cervicais. O estudo também foi feito em laboratório para avaliar a resistência de união desses materiais e correlacionar com os dados clínicos. Cem lesões cervicais foram restauradas. Oitenta e três cavidades foram restauradas com o compósito Cervident (20 pacientes) ou ionômero de vidro Fuji tipo II (18 pacientes) e 17 cavidades (6 pacientes) foram restauradas com uma resina de micro carga ativada quimicamente ou fisicamente usando o agente Scotchbond para unir a resina à superfície da dentina. Antes da restauração, as cavidades foram limpas com solução de pedra pomes e água, lavadas durante 15 segundos e secas por mais 15 segundos com ar comprimido e o isolamento relativo foi usado para prevenir a contaminação pela saliva. De acordo com os resultados, o cimento de ionômero de vidro foi o material que melhor retenção obteve nas cavidades cervicais e as restaurações com o Cervident apresentaram alta porcentagem de perda em 6 meses. Resultados semelhantes foram observados com as restaurações feitas com o Scotchbond.

PASHLEY,<sup>22</sup> em 1985, verificou que o melhor meio para difusão do soluto através da dentina são os túbulos dentinários. Uma vez que a permeabilidade da dentina é proporcional ao produto do número e diâmetro dos túbulos dentinários e ambos aumentam com a convergência dos túbulos em direção a polpa, a permeabilidade da dentina aumenta rapidamente com a proximidade da câmara pulpar. A presença da "smear layer" e dos debris provenientes da instrumentação que permaneceu sobre a superfície da dentina diminuiu a permeabilidade dentinária, especialmente quando foi medida pela filtragem líquida. Além disso, materiais intratubulares como depósitos minerais, fibras colágenas, bases de proteoglicanas, bactérias, etc., também podem reduzir a permeabilidade dentinária. No entanto, a presença de dentina irregular ou alguma inflamação tem sido responsável pela redução da permeabilidade dentinária. Recente experimento "in vitro" feito em cães indicou que a

permeabilidade dentinária de preparos cavitários recém feitos em dentina sadia reduziu rapidamente (50 a 60% nas primeiras 6 horas), antes que qualquer mudança histológica pudesse ser detectada tanto na dentina como na polpa. Quando os cães foram exauridos do plasma fibrogênico, rapidamente houve um declínio na permeabilidade da dentina próxima ao preparo cavitário. Os resultados implicaram em migração de proteínas plasmáticas dos vasos sanguíneos subjacentes a polpa, subseqüentemente, as proteínas penetraram nos túbulos onde foram absorvidas ou presas fisicamente nas paredes dos túbulos, de tal modo que reduziram a permeabilidade dentinária.

Em 1986, BARKMEIER et al.<sup>2</sup> avaliaram o esmalte condicionado pelo ácido fosfórico a 37%, na forma de gel, durante 15 e 60 segundos, através da observação das características morfológicas da superfície pelo MEV e pela determinação da resistência ao cisalhamento usando uma resina restauradora fotoativada. Quarenta dentes pré-molares humanos foram desgastados com lixas de granulação 240 e 600, até adquirir uma superfície plana e divididos em dois grupos de 20 dentes. Após a profilaxia, as amostras do grupo 1 foram condicionadas com ácido fosfórico a 37%, por 15 segundos, e as do grupo 2, por 60 segundos. Em seguida, foi aplicado o agente de união (Prisma Bond), seguido pela inserção do compósito (Prisma-fill), através de uma matriz plástica cilíndrica (3mm de altura x 3,7mm de diâmetro), polimerizado e o corpo de prova armazenado em água destilada por 7 dias a 37°C. Em seguida, as amostras foram tracionadas em uma máquina de ensaio universal Instron usando velocidade de 5 mm por minuto. As fotomicrografias em microscopia eletrônica de varredura demonstraram que não existe diferença no padrão de condicionamento ácido do esmalte entre os tempos de 15 e 60 segundos. Os resultados também mostraram que não houve diferença estatisticamente significativa ( $P < 0,05$ ) na resistência ao cisalhamento na superfície do esmalte condicionado durante 15 ou 60 segundos.

Em 1986, BRANNSTROM<sup>5</sup> relatou que a infecção bacteriana sob o material restaurador é uma grande ameaça para a polpa, logo após o procedimento restaurador ter sido concluído. Assim, acredita que o principal problema biológico na dentística restauradora é o crescimento bacteriano sob as restaurações. A atividade bacteriana pode resultar em aumento da sensibilidade e inflamação pulpar, além de cáries secundárias. Concluindo, o autor recomenda que para reduzir a sensibilidade e complicações pós-operatórias, precisamos promover um bom selamento marginal para evitar a penetração de fluidos infectados entre a parede cavitária e o material restaurador.

Em 1986, GLASSPOOLE & ERICKSON<sup>15</sup> avaliaram o efeito do tempo de condicionamento ácido e da lavagem sobre a resistência ao cisalhamento da união compósito e esmalte condicionado. Foram usados neste estudo esmalte de dentes bovinos e humanos. Os dentes foram embutidos em resina acrílica e a superfície de união foi preparada por desgaste com lixas abrasivas de granulação 120, 320 e 600 (grupo I). As amostras do grupo II foram limpas usando pedra pomes de granulação fina e lavados. O condicionamento foi feito com ácido fosfórico a 37%, na forma de gel. De acordo com os resultados não houve diferença significativa na resistência de união entre os tempos de 15 - 60 segundos. Também não houve diferença significativa na resistência à união para os tempos entre 15 - 45 segundos de lavagem. A análise feita em MEV mostrou diferença qualitativa no grau de condicionamento ácido, mas os padrões morfológicos foram semelhantes.

Em 1986, RETIEF et al.<sup>28</sup> estudaram a resistência de união de quatro agentes de adesão à dentina através de ensaios de tração e avaliaram o efeito dos procedimentos restauradores na interface resina-dentina. Foram usados no experimento 72 dentes incisivos centrais permanentes, cujas faces vestibulares foram desgastadas com lixa de carboneto de silício de granulação nº600 até expor a dentina. Os seguintes sistemas adesivos foram avaliados: Scotchbond aplicado sobre superfície da dentina não tratada, P10 (A); Scotchbond aplicado sobre a dentina condicionada com ácido cítrico, P 10; J&J. Dentin Bonding Agent aplicado sobre a dentina não tratada, Adaptic (D); Creation Bonding System aplicado sobre a dentina condicionada com Den-Mat Cavity Cleanser, Spectrabond (E); Dentin-Adhesive System aplicado sobre a dentina tratada com Vivadent Dentin Conditioner, Isopast (F). Os resultados em (MN.m<sup>-2</sup>) na ordem decrescente foram: D=3,0; B=0,9; F=0,1; A=0,1; C=0,04; E=0. De acordo com os resultados os autores concluíram que os sistemas de união à dentina denominados de primeira e segunda geração apresentavam baixos valores de resistência à união em estudos "in vitro" e que não obteriam sucesso nas situações clínicas.

COX et al.<sup>12</sup> em 1987, avaliaram o efeito direto de materiais restauradores sobre a polpa dental. Foram usados no estudo 84 dentes de 3 macacos Rhesus adultos (Macaca Mulata). Foram preparadas cavidades de classe V usando broca nº 33 em alta rotação e refrigerada com água para promover exposição da polpa coronária. Sessenta e quatro dentes foram distribuídos em 4 grupos de 16 dentes. Cada grupo usou 4 diferentes materiais restauradores sobre a polpa. No grupo 1, foi usado um amálgama de fase dispersa; no grupo 2, o cimento de fosfato de zinco; no grupo 3, um compósito ativado por luz visível; e, no grupo 4, um cimento de silicato. Metade dos dentes de cada grupo foi protegido e

preenchido até a margem cavo superficial com o material selecionado. Na outra metade dos dentes, parte da restauração foi removida e feito um selamento com cimento ZOE até a superfície. A resposta do tecido pulpar foi avaliado após 7 e 21 dias. Os resultados demonstraram que os materiais dentários semelhantes ao cimento de silicato, fosfato de zinco, amálgama e compósitos são bem aceitos pelo tecido da polpa dental quando a superfície é selada e não houve nenhum prejuízo ou efeito negativo no tecido pulpar. Por outro lado, a presença de colônias de bactérias na interface da restauração propiciou o desenvolvimento de uma inflamação severa e o tecido pulpar apresentou-se alterado. Essa observação indicou que fatores químicos como o ácido dos componentes do material restaurador por si só causam menos agressões ao tecido pulpar do que a infiltração bacteriana nas margens da restauração. O restabelecimento da exposição da polpa dental não é dependente do efeito de um tipo particular de medicamento que libera cálcio ou ions hidroxila como o hidróxido de cálcio, mas da capacidade protetora do material em prevenir a infiltração bacteriana.

WENDT & LEINFELDER,<sup>41</sup> em 1989, avaliaram novas resinas compostas e sistemas de união, em estudos clínicos envolvendo humanos. Sessenta restaurações tipo classe I e II foram feitas em pré-molares e molares. A margem da superfície do esmalte foi condicionada por 60 segundos com ácido fosfórico a 37%, na forma de gel. A superfície dentinária do preparo cavitário foi condicionado durante 40 segundos com ácido fosfórico a 37% em glicerina (K-etchant gel) e o agente de união Phenyl-P (Clearfil Photo Bond) foi aplicado. A resina composta Clearfil foi aplicada em 3 incrementos, com 20 segundos de polimerização para cada incremento. Todas as restaurações foram avaliadas usando o sistema USPHS e a escala indireta M-L. Após o período de 6 e 12 meses o desgaste superficial das restaurações foi em média de 7,6 micrometros. Concluindo, o compósito Clearfil mostrou superior resistência ao desgaste e nenhuma sensibilidade pós operatória.

KANCA,<sup>17</sup> em 1990, após uma revisão na literatura descreveu uma hipótese alternativa para a causa da inflamação pulpar em dentes cuja dentina foi tratada com ácido fosfórico e sugeriu que a resposta inflamatória encontrada em dentina não foi causada pela exposição ao ácido fosfórico e sim pelo cimento de óxido de zinco e eugenol. O autor concluiu ainda, que o ácido aumentou a permeabilidade da dentina permitindo a difusão de elementos do material restaurador até a polpa. Que a discrepância entre os estudos feitos com cultura de tecido "in vivo" e "in vitro" podem ser resolvidos se for considerado a presença ou ausência da camada de "smear layer" e a difusão de elementos através da dentina. Além disso, de acordo com os padrões de citotoxicidade, o ZOE poderia liberar material tóxico e que o

cimento de silicato e a resina composta são considerados como materiais menos tóxicos. Enfatizou também que o tratamento ácido da dentina por si só não produz agressão à polpa, mas a falha no selamento marginal do dente após o tratamento ácido poderia causar problemas pulpares.

MJOR & FEJERSKOV,<sup>20</sup> em 1990, descreveram os aspectos físicos e químicos do esmalte dentário e da dentina. Em condições fisiológicas, o esmalte dental recobre a parte do dente que está exposto ao meio oral. É o tecido mais mineralizado e portanto, o mais duro do corpo humano. No esmalte maturo o conteúdo inorgânico representa 96 a 97% do peso, sendo o restante material orgânico e água. Como o componente mineral pesa três vezes mais do que o componente orgânico, é mais adequado expressar a relação entre o material orgânico e inorgânico em termos de volume. Cerca de 86% do volume do esmalte maturo são constituídos por material inorgânico, 12% são água e cerca de 2% do volume total são formados pela matriz orgânica. O componente orgânico é constituído de proteínas solúveis e insolúveis e peptídeos que estão presentes em quantidades aproximadamente iguais. A proteína solúvel representa a fração protéica do esmalte que é dissolvida quando o esmalte é desmineralizado em EDTA (etileno diamino tetra-acetato de sódio) ou em ácido orgânico fraco. A proteína insolúvel remanescente pode ser observada ao microscópio. A densidade do esmalte diminuiu a partir da superfície da junção amelodentinária e da borda incisal para a margem cervical. Além disso, o esmalte é mais duro na borda incisal, diminuindo em direção à margem cervical. Este padrão básico com relação à densidade e à dureza reflete a distribuição das proteínas do esmalte e a principal propagação da formação e mineralização do esmalte durante o seu longo período de formação. A composição da dentina é geralmente estimada em cerca de 70% de material inorgânico, 18% de material orgânico e 12% de água. Por causa da mineralização normal e progressiva da dentina depois que o dente está completamente formado, a composição varia dependendo da idade do dente. Se consideramos os volumes ocupados por esses componentes, é evidente que uma parte proporcionalmente grande em relação à matéria inorgânica é constituída por matéria inorgânica e água. Os valores referentes à composição da dentina representam uma média e são de menos importância que a variação na distribuição dos componentes específicos. A porção inorgânica da dentina, como em todos os outros tecidos mineralizados, constitui-se principalmente de cristais de hidroxiapatita. A menor entidade de repetição desses cristais tem fórmula  $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{H})_2$ , e é chamada de unidade molecular da hidroxiapatita. Alguns fosfatos de cálcio amorfos também estão presentes, e provavelmente em maior quantidade no tecido recém-formado do que o tecido

maduro ou velho. Os cristais são formados de vários milhares de unidades moleculares. São de forma achatada e, vistos de lado, parecem agulhas. Os cristais têm mais de 20 nm de comprimento. Sua largura é relativamente menor e a espessura pode ser maior que 3,5 nm. São, portanto, semelhantes aos cristais do cimento e do osso, mas menores que aqueles do esmalte. Outros sais inorgânicos tais como carbonatos, fosfatos de cálcio diferentes da hidroxiapatita e sulfatos estão presentes, bem como vestígios de certos elementos, tais como F, Cu, Zn, Fe, e outros. A porção orgânica consiste principalmente de colágeno, que representa 17% do tecido e 93% de todo o material orgânico. Frações de lipídios, glicosaminoglicanas e compostos não identificados de proteína constituem cada um cerca de 0,2%.

PRATI et al.,<sup>26</sup> em 1991, avaliaram o efeito da pressão intra-pulpar sobre três cimentos ionoméricos polimerizados por luz visível (GC Lining Cement, Vitrabond e Ziommer), quatro agentes de adesão à dentina (Gluma/Scotchbond, Scotchbond 2, MBL e Clearfill Photo Bond) e esclareceram a importância da espessura e tempo de armazenagem na resistência de união ao cisalhamento sobre a dentina humana. Usaram terceiros molares extraídos de pessoas jovens que foram armazenados por 24 horas em soro fisiológico à temperatura ambiente. Os dentes foram seccionados paralelamente no seu longo eixo em duas partes equivalentes. A seguir, o tecido pulpar foi removido usando instrumentos manuais em aço e a dentina condicionada com ácido ortofosfórico, durante 10 segundos, para remover os debrís e, então, lavada e seca. Em seguida, a superfície vestibular de cada metade do dente foi desgastada com brocas diamantadas para remover todo esmalte e obter uma superfície em dentina abaixo da junção cimento-esmalte com aproximadamente 4 mm de diâmetro. A espessura de dentina considerada profunda ficou entre 0,5 e 0,9 milímetros da câmara pulpar. Os seguintes tratamentos foram efetuados sobre a dentina: Ziommer (Ziommer Conditioner), Scotchbond 2 (Scotchprep), MBL (10-3 Solution), Clearfil PB ( $H_3PO_4$ ), GC Lining Cement (Ácido poliacrílico) e Gluma/Scotchbond (EDTA). A resina composta foi inserida dentro de tubos, posicionada sobre a dentina, polimerizada e os ensaios experimentais foram feitos após 5 minutos e 24 horas, para em seguida, serem comparados com as amostras armazenadas sob pressão intra-pulpar de 36 cm de soro fisiológico. Após 24 horas, na dentina superficial a pressão intra-pulpar reduziu a resistência de união para o MBL, Scotchbond2 e Ziommer. Para o Clearfil PB a resistência de união foi significativamente reduzida pela armazenagem na presença de 36 cm de  $H_2O$  de pressão pulpar e somente o Vitrabond não foi afetado pela pressão pulpar em dentina profunda.

PHILLIPS,<sup>25</sup> em 1991, descreveu que uma das maneiras mais efetivas para se aumentar o selamento das margens e a adesão mecânica é pelo uso da técnica do condicionamento ácido. Ela se expandiu de forma marcante com uso de materiais restauradores resinosos. Esta técnica, que promove uma união forte entre a resina e o esmalte, constitui-se como base de muitos dos procedimentos inovadores, tais como a união da resina à retentores metálicos, às facetas laminadas de porcelana e aos braquetes ortodônticos. Esta técnica resolveu, em grande parte, os problemas normalmente verificados com restaurações de resina, ou seja, a infiltração marginal e o manchamento. O processo para se conseguir a união entre o esmalte e a resina para restauração envolve em discreto condicionamento do esmalte de maneira a promover sua dissolução seletiva resultando em microporosidades. Normalmente, o centro dos prismas de esmalte são preferencialmente dissolvidos e as bordas deixadas intáctas. Outro padrão de ataque mostra preferencialmente a dissolução na periferia dos prismas, podendo haver ainda uma combinação entre estes dois padrões. O esmalte condicionado tem uma alta energia de superfície, diferentemente daquela do esmalte normal, o que permite à resina molhar rapidamente sua superfície e penetrar nas microporosidades. Uma vez que a resina penetrou nas microporosidades, ela pode ser polimerizada para formar uma união mecânica com o esmalte. Estes filamentos de resinas podem penetrar entre 10 e 20 micrometros dentro das porosidades do esmalte, mas este comprimento depende do tempo de condicionamento ácido. Vários ácidos foram usados para produzir as microporosidades desejadas, mas o ácido universalmente utilizado é o fosfórico, em uma concentração que varia entre 30 e 50%. A concentração de 37% é a mais comumente fornecida pelos fabricantes. Concentrações maiores do que 50% provocam a formação do monofosfato de cálcio monohidratado, que inibe futuras dissoluções. Apesar de soluções ácidas aquosas existirem em disponibilidade, geralmente o ácido é vendido em forma de gel, para permitir o controle da área em que será colocado. Pincéis são usados para espalhar a solução ou o ácido na forma de gel, que também pode ser aplicado sobre o esmalte com uma seringa. Originalmente, o tempo de aplicação foi determinado em 60 segundos, mas numerosos estudos mostram agora que o tempo de 15 segundos também promove uma forte união. Entretanto, o tempo de aplicação pode variar na dependência da história em particular do dente. Assim, por exemplo, um dente com alto conteúdo de flúor, em função da exposição à água de abastecimento fluoretada, pode necessitar algumas vezes de um tempo de ataque maior. Uma vez que o dente é atacado, o ácido deve ser lavado e removido inteiramente com um jato de água, por aproximadamente 15 segundos, e após isto o esmalte deve ser completamente seco. Após a secagem do esmalte, ele deve apresentar-se branco com uma aparência fosca, o que indica o sucesso do

condicionamento. Esta superfície deve ser mantida limpa e seca até a colocação da resina, para que haja a formação de uma boa união. Mesmo um contato momentâneo com a saliva ou com o sangue pode impedir a formação efetiva dos filamentos de resina no interior do esmalte, reduzindo grandemente a resistência da união. Se a contaminação ocorrer, o contaminante deve ser removido por lavagem, o esmalte seco e novamente atacado por 10 segundos. A resistência adesiva do esmalte atacado varia de 16 a 22 MPa, dependendo da resina que é aplicada. Uma resina à base de BIS-GMA/TEGDMA tende a apresentar um valor mais baixo; entretanto, quando se usa alguns dos novos agentes de união ao esmalte e à dentina pode-se conseguir valores maiores. Isto pode ser devido à melhor capacidade de molhamento da superfície de esmalte, produzida por estes agentes. Tem sido também mostrado que a secagem do esmalte com ar quente, ou usando o banho de etanol, pode-se aumentar a resistência da união. Isto sugere que a umidade ainda pode estar presente nos microporos, apesar da superfície estar aparentemente seca. Em resumo, a técnica do ataque ácido propiciou um uso mais simples, conservador e efetivo das resinas em muitos procedimentos odontológicos. A dentina possui grandes obstáculos para uma união adesiva, os quais são maiores que os do esmalte. Ela é heterogênea e seu alto conteúdo de água impõe requisitos ao material, que se propõe a ser um efetivo agente de união entre o material restaurador e a dentina. Sua natureza tubular propicia uma grande área, pela qual o fluido dentinário pode escoar para a superfície, afetando adversamente a adesão. Uma complicação adicional é a presença da camada de esfregaço ("smear layer"), sobre a superfície da dentina cortada. Por estas razões é que o desenvolvimento de um adesivo dentinário foi retardado em mais de uma década após ter-se conseguido resultados perfeitos com a técnica do condicionamento ácido. O adesivo ideal deve ser hidrófilo, para deslocar água e poder umedecer a superfície, permitindo assim que este agente penetre nas porosidades da dentina ou que reaja com seus componentes orgânicos ou inorgânicos. Desde que a maioria das resinas restauradoras são hidrófobas, o adesivo dentinário deve conter tanto substâncias hidrófilas como hidrófobas. A parte hidrófila do adesivo é entendida como um grupo ativo, útil para unir-se tanto ao cálcio, nos cristais de hidroxiapatita, como ao colágeno. Já, a parte hidrófoba, por sua vez, se unirá com a resina restauradora. Uma maneira conveniente para se examinar o progresso nesta área é classificar os adesivos dentinários de acordo com as suas gerações. A primeira geração de adesivos dentinários pode ser considerada aquela desenvolvida antes da década de 80. A segunda geração destes materiais gozou de um sucesso comercial no começo da década de 80, enquanto a terceira geração compreende os adesivos dentinários mais recentemente desenvolvidos. Na primeira geração dos adesivos, o

procedimento mais comum foi o uso do ácido glicerofosfórico dimetacrilato, de maneira a obter uma molécula bifuncional, na qual se acreditava que o grupo fosfato hidrófilo iria reagir com os íons cálcio da hidroxiapatita. Já o grupamento metacrilato ficaria apto para se unir à resina restauradora acrílica. Foi obtida uma resistência de união relativamente baixa e que diminuía com a armazenagem em água. Um outro sistema utilizava-se de um co-monômero de superfície ativa, utilizado com resinas acrílicas. Ele se baseava na reação de adição da N-fenilglicina com um metacrilato de glicidila (NPG-GMA). Propunha-se, com isto, um mecanismo de união por quelação entre uma parte do NPG e o cálcio. Na segunda geração, conquistas significativas foram feitas no desenvolvimento dos agentes de união para as resinas compostas. Nessa época, eles já tinham largamente substituído os produtos acrílicos. A proliferação na comercialização desses produtos acompanhou estes avanços, ao conseguir-se resistência de união três vezes maior que com os agentes adesivos anteriores. Dizia-se de alguns produtos terem uma resistência à união de 30 a 50% em relação à resistência à união com esmalte. A maioria dos produtos comerciais eram monômeros diversos de ésteres fosfatados, nos quais o cloro entrava por substituição. Além de sua aplicação à dentina, eles serviam para unir as resinas ao esmalte condicionado. Acredita-se que o mecanismo de união é uma adesão iônica ao cálcio por um grupamento de clorofosfato, apesar de não existir uma evidência que suporte esta hipótese. Um consenso existente é de que tal união entre o fosfato e o cálcio pode ser sujeita a uma hidrólise eventual, resultando na perda da união. As pesquisas têm sido concentradas em sistemas nos quais a adesão a longo prazo seja mais provável. A terceira geração dos adesivos são capazes de produzir uma resistência de união quase comparável àquela que existe entre a resina e o esmalte condicionado. Por outro lado, a melhoria na resistência da união tem sido acompanhada por um aumento na complexidade do uso, onde são necessários dois ou três passos para a aplicação do adesivo. A química varia em cada produto, mas o que existe em comum entre eles é o tratamento ácido da dentina, como primeiro passo no procedimento de aplicação do adesivo. Lembramos que um dos primeiros adesivos dentinários, como o sistema NPG-GMA. No desenvolvimento deste material, verificou-se que tratando a superfície da dentina com um ácido fraco, aumentava a adesão em função de uma quelação com íons cálcio. Subsequentemente, íons metálicos mordentes favoreciam mais a quelação quando empregados. Um exemplo era a solução ácida de oxalato férrico, que foi usada para combinar a sua função de limpeza com a de mordente. Este tratamento era seguido pela aplicação do NPG-GMA. Como o oxalato férrico produz uma mancha preta, ele foi substituído pelo oxalato de alumínio. Quando foi verificado que os íons de oxalato férrico ou de alumínio eram importantes para a quelação, o seu uso espalhou-se,

pois verificou-se que o ácido nítrico presente como um contaminante do oxalato agia como um condicionador de dentina. Um dos produtos faz uso do oxalato de alumínio e do nitrato de alumínio. Em outro, uma solução de ácido nítrico e NPG é aplicada como condicionador, seguindo-se o uso do adesivo dentinário resinoso. Os aldeídos têm sido utilizados como um método em potencial para união ao colágeno. Em um material, uma solução de glutaraldeído e hidroxietil-metacrilato (HEMA) é usada após o pré-tratamento da superfície com EDTA (ácido etileno-diamino-tetraacético). Um sistema semelhante utiliza o ácido maleico em lugar do EDTA. Aquele ácido é incorporado a uma solução de HEMA, como agente desmineralização. Este tratamento é seguido pela aplicação de um monomero polimerizável e composto de BIS-GMA e HEMA. Outros materiais utilizam o 4-META (anidro 4-metiloxietil-trimetílico) como um agente possível de unir-se ao colágeno. É obvio que estes produtos comerciais usam uma variedade de substâncias químicas, numa tentativa de unir-se por adesão, tanto aos componentes inorgânicos como aos orgânicos da dentina, e fazem propagandas a este respeito. Entretanto, quando estes esquemas de adesão química são propostos há frequentemente pouca ou nenhuma evidência para suportá-los. É mais provável que a união seja micromecânica. A natureza ácida do primeiro condicionador ou "primer", como é o exemplo dos ácidos nítrico, ácido maleico e EDTA, provoca essencialmente a remoção da camada de esfregaço. Quando o condicionador é usado por um tempo prescrito, há uma súbita abertura dos tubos dentinários, bem como um ataque modesto da dentina intertubular. Isto permite a penetração de um monomero polimerizável como o HEMA, nesta textura fina de dentina condicionada o que promove uma excelente união mecânica.

Em 1991, KANCA<sup>18</sup> relatou os resultados obtidos quando o sistema de união esmalte-dentina (All-Bond) foi usado para produzir a união ao esmalte, a dentina, porcelana e três tipos de metais. Uma ênfase especial foi dada pelo fato desse material unir-se a superfícies úmidas. Além disso, o ácido fosfórico foi utilizado para tratamento simultâneo da superfície do esmalte e dentina para simplificar o procedimento e reduzir a sensibilidade da técnica. Foram usados no estudo dentes molares humanos que após serem embutidos em resina acrílica tinham a superfície desgastada com lixas de granulação 320. Para a avaliação da união na superfície do esmalte os dentes foram divididos em três grupos. No primeiro grupo o esmalte foi condicionado por 15 segundos com ácido fosfórico a 32%, na forma de gel. Em seguida, a superfície foi lavada e seca. O esmalte do segundo grupo foi condicionado com ácido fosfórico a 10%, na forma de gel, durante 25 - 30 segundos, lavados e secos. No terceiro grupo, as amostras foram tratadas com ácido fosfórico a 10%, por 25 - 30 segundos,

lavadas e somente o excesso de água foi removido, deixando a superfície úmida. A aplicação dos "primer" e adesivo sobre a superfície do esmalte seguiu as instruções do fabricante. Em seguida, uma matriz de teflon de 2,5mm de espessura por 4mm de diâmetro foi posicionada sobre a superfície e preenchida com incrementos do compósito Bisfill. Cada incremento do compósito foi polimerizado durante 40 segundos por ativação de uma luz visível. A seguir, a matriz foi removida e as amostras foram armazenadas em água a 37°C, por 24 horas. Logo após a armazenagem, as amostras foram submetidas ao teste de resistência ao cisalhamento em uma máquina de ensaio universal Instron com velocidade de 5mm por minuto. De acordo com os resultados, as amostras com a superfície do esmalte tratada com ácido fosfórico a 37%, na forma de gel teve uma resistêncica média de união de 29,88 MPa. A superfície do esmalte tratada com ácido fosfórico a 10%, na forma de gel, lavada e seca teve uma média de resistência à união de 25,27 MPa. A superfície do esmalte tratada coma ácido fosfórico a 10%, na forma de gel, por 25 a 30 segundos, com a superfície deixada úmida, apresentou resistência de 32,42 MPa. O teste de Newman-Keuls mostrou não haver diferença estatística significativa entre os grupos estudados. Na dentina, a média de resistência de união para a superfície da dentina tratada com ácido fosfórico a 10%, lavada e com as superfícies secas foi de 16,11 MPa. A média de resistência ao cisalhamento para o grupo tratado com ácido fosfórico à 10% e a superfície deixada úmida foi de 29,34 MPa. O teste T mostrou resistência de união estatisticamente superior para os valores obtidos na superfície úmida em relação ao outro grupo. Nove das dez amostras fraturaram coesivamente na dentina. Isto indicou a grande consistência da união proporcionada pela dentina. Os resultados indicaram que o sistema de união dental All Bond pode ser usado para unir resinas compostas a todas superfícies típicas intraorais. Além disso, a superfície do esmalte ou da dentina não precisou estar seca para ter um bom efeito de adesão.

BYONG,<sup>9</sup> em 1991, relatou que o sistema All-Bond é o único que une compósito a todas superfícies relatadas: dentina, esmalte, ligas metálicas, amálgama, porcelana e compósitos. Assim, o autor descreveu que a alta resistência de união do All-Bond foi devido a remoção da "smear layer" pelo condicionamento ácido e penetração do adesivo não só nos túbulos dentinários, como também nas microestrururas da dentina peritubular e intratubular, formando "microtags". O autor mostrou ainda que o condicionamento ácido, usando géis convencionais que contém sílica para dar consistência, deixa resíduos na superfície da dentina e que os sistemas All-Etch e Uni-Etch são feitos na forma de semi-gel contendo um agente polimérico estável como espessante e não deixam resíduos sobre a

superfície condicionada. Além disso, espalham-se melhor na superfície e são fáceis de serem removidos.

Em 1992, a Companhia 3M<sup>37</sup> lançou no mercado o sistema Scotchbond Multi-Use. De acordo com o perfil técnico do produto, esse sistema está indicado para produzir adesão nas superfícies dos esmalte e dentina, nos reparos em porcelana, nos reparos em compósitos e na união de compósito à amálgama. O sistema Scotchbond Multi-Use é formado por um condicionador ácido, um "primer" e um adesivo polimerizado por luz visível. O condicionador ácido consiste em uma solução aquosa de ácido maleico a 10%, na forma de gel que não usa sílica como espessante e é indicado para ser utilizado simultaneamente sobre a superfície do esmalte e da dentina, durante 15 segundos. O "primer" consiste de um solução aquosa formada pelo HEMA e um co-polímero do ácido polialcenoico (Vitrebond). O adesivo é a base de uma resina polimerizável pela luz visível formada pelo sistema BIS-GMA e HEMA.

Em 1992, BARKMEIER & COOLEY<sup>1</sup> descreveram os resultados de um simpósio a respeito da evolução dos sistemas adesivos em estudos feitos em laboratório. De acordo com os autores, a união dos materiais resinosos sobre a superfície do esmalte condicionado com ácido está clinicamente demonstrado nos procedimentos preventivos, restauradores e ortodônticos. A união da resina sobre o esmalte dental condicionado tem mostrado excelente evolução na resistência à união e virtual eliminação da microinfiltração marginal. No entanto a união à dentina tem sido mais um desafio. A primeira geração dos sistemas adesivos à dentina não produziu alta resistência de união ou preveniu a microinfiltração marginal em estudos de laboratório. As novas gerações de sistemas adesivos, geralmente usam um condicionador de dentina para modificar ou remover a "smear layer" e uma subseqüente aplicação do agente de união. Os novos sistemas adesivos têm mostrado resistência à união que se aproxima aos valores de união ao esmalte. A resistência de união tem melhorado com a evolução dos sistemas de união à dentina e a microinfiltração na margem de cimento-dentina tem reduzido significativamente. Os autores concluíram que embora os ensaios de laboratório dos sistemas adesivos proporcionem um mecanismo para separar e comparar sistemas desenvolvidos recentemente, procedimentos clínicos são essenciais para documentar o desempenho clínico por longo período.

BERTOLOTI,<sup>4</sup> em 1992, descreveu que o condicionamento ácido da dentina é feito para criar superfícies capazes de uma união micromecânica e/ou química da dentina

com o agente adesivo da resina. Os principais efeitos do condicionamento da dentina podem ser classificados como físico ou químico. As alterações físicas são principalmente aumento ou redução na espessura e morfologia da "smear layer" e alterações na forma dos túbulos dentinários. As alterações químicas são principalmente as modificações do conteúdo de material orgânico (usualmente em torno de 20% por volume) e descalcificação da porção inorgânica. O ácido fosfórico na forma líquida, considerado o primeiro condicionador de dentina remove alguma superfície dentinária e deixa um padrão limpo e bem definido de condicionamento ácido. A abertura dos túbulos dentinários é aumentada e toma a forma de um funil. O ácido fosfórico que usa sílica fundida como espessante para formar o gel, da mesma forma promove a abertura dos túbulos dentinários, mas deixa uma substancial cobertura do agente espessante sobre a superfície da dentina condicionada que dificilmente é removida através da lavagem com água. Historicamente, diversos ácidos têm sido pesquisados como condicionadores de dentina, onde podem estar inclusos os ácidos hidrocloreto, oxálico, pirúvico, fosfórico, maleico, cítrico e nítrico. No entanto, para avaliar um ácido é melhor comparar as constantes de dissociação. Assim, o ácido hidrocloreto tem pKa -1,4; nítrico, 1,4; maleico, 1,8; fosfórico, 2,1; cítrico, 3,1; oxálico, 4,1. A utilização de um ácido forte pode resultar em remoção de uma camada da superfície condicionada. No entanto, quando o ácido concentrado for diluído o processo de dissolução da camada condicionada é seletivo. Assim, ácidos com baixo pKa tendem a ser usados mais na forma de soluções diluídas do que os ácidos com alto pKa

ERIKSON,<sup>13</sup> em 1992, descreveu que muitos dos novos sistemas adesivos à dentina são compostos de 3 componentes que devem ser aplicados separadamente ou em alguns casos com 2 componentes combinados. Normalmente, os 3 componentes são: a) condicionador de dentina; b) "primer" de dentina; e, c) agente de união. Muitos dos condicionadores de dentina são soluções ácidas que promovem a remoção da camada de "smear layer" e, após a aplicação devem ser removidos através de lavagem com água. O "primer" usualmente contém um promotor de adesão em um solvente como a água, etanol ou acetona. Os "primers" são aplicados sobre a superfície e secos, deixando presumivelmente o promotor de adesão absorvidos fisicamente na superfície da dentina com os grupos hidrofóbicos expostos para criar uma superfície favorável para o agente de união. Em alguns sistemas adesivos o "primer" e o condicionador são combinados para formar aquilo que pode ser referenciado como um "primer" condicionador e, estes sistemas, também são aplicados sobre a superfície da dentina. O agente de união é equivalente ao agente de união

convencional para esmalte e pode ser composto de monômeros hidrofóbicos semelhante ao BIS-GMA E TGDMA, ou pode incluir agentes promotores de adesão para facilitar o umedecimento da dentina. Além disso, a maioria desses agentes adesivos é polimerizável pela luz visível. Na interação dos agentes adesivos com a superfície da dentina é importante um bom umedecimento da superfície pelo agente de união e isso é conseguido pelo uso apropriado do "primer". A adaptação e a extensão dos prolongamentos resinosos dentro dos tubulos dentinários é indicativo do grau de umedecimento da superfície por parte do agente adesivo. Mais importante do que os prolongamentos no interior dos túbulos é a penetração do agente de união na dentina intertubular para completar a formação de uma camada híbrida. Após a aplicação do "primer" a superfície da dentina contém as moléculas promotoras de adesão que não estão polimerizadas, então o agente de união infiltra na superfície desmineralizada onde pode polimerizar-se e também co-polimerizar-se com os promotores de adesão. O resultado é a formação de uma camada híbrida, consistindo de polímero, colágeno e hidroxiapatita.

PASHLEY et al.,<sup>23</sup> em 1992, descreveram os resultados de um simpósio a respeito da interação de condicionadores sobre a superfície dentinária. Segundo os autores, a distinção entre os condicionadores dentinários e os "primers" não tem sido suficientemente esclarecido, no sentido de serem agentes que têm sido combinados para simplificar os passos requeridos no processo de união com a superfície dentinária. A maioria dos sistemas adesivos usa condicionadores ácidos indicados para remover a "smear layer" e desmineralizar a superfície da dentina. Assim, parece desejável reduzir a concentração do ácido e/ou diminuir o tempo de aplicação requerido para obtenção de uma resistência máxima de união e mínima microinfiltração marginal. O efeito dos condicionadores ácidos sobre a polpa parece ser mínimo se houver um selamento verdadeiro na superfície da dentina e esmalte pelos agentes de união e resinas compostas. No entanto, quando os agentes de união de dentina foram desenvolvidos a resistência de união variava de 4 a 8 MPa na superfície da dentina, e aproximadamente 13 a 18 MPa, na superfície do esmalte. Além disso, a camada de "smear layer" que mede aproximadamente 1mm de espessura, combinada com os "smear plugs" resultam numa espessura de 2 a 3 mm que efetivamente obliteram os túbulos dentinários. Portanto, ao se remover a "smear layer" sem remover o "smear plugs" não existe aumento na permeabilidade dentinária. Os autores relatam também que a relação entre a resistência de união na superfície da dentina e a permeabilidade dentinária pode variar entre os diversos sistemas adesivos. No caso do Scotchbond Dual Cure que é indicado para ser usado sobre a

"smear layer", a resistência de união foi reduzida quando a permeabilidade dentinária foi aumentada. Da mesma forma, o Scotchbond 2 também produziu baixa resistência de união em superfícies com alta permeabilidade. No caso do cimento de ionômero de vidro, os autores têm indicado o condicionamento da superfície da dentina com o intuito de remover partículas soltas da "smear layer" sobre a superfície para permitir a interação do cimento de ionômero de vidro e a superfície da dentina. Apesar disso, os autores citam inúmeras desvantagens a respeito do condicionamento ácido da dentina. Eles incluem o aumento da permeabilidade dentinária, aumento da umidade na superfície da dentina, aumento do potencial de irritação do tecido pulpar pela infiltração de produtos microbianos, aumento do potencial para desnaturação do colágeno e/ou redução da porosidade da matriz desmineralizada pela precipitação de íons cálcio e fosfato.

Em 1992, RETIEF et al.<sup>30</sup> determinaram o efeito do condicionamento ácido da dentina na resistência ao cisalhamento e quantificaram a microinfiltração usando sistemas de adesão dentinária experimentais, além disso, avaliaram o efeito de procedimentos restauradores sobre a dentina pelo microscópio eletrônico de varredura. Trinta dentes humanos compreendendo primeiro e segundos molares foram usados para avaliar a resistência ao cisalhamento. Em 15 dentes, o condicionador foi aplicado sobre a dentina por 30 segundos. Nos 15 dentes remanescentes, a camada de "smear layer" foi removida pela aplicação do ácido fosfórico a 37%, na forma de gel, por 20 segundos. O "primer" foi aplicado para condicionar a dentina seguido pela aplicação de adesivo dentinário e pela inserção da resina composta Bisfil-M, em 3 incrementos. As amostras foram armazenadas em soro fisiológico a 37°C por 24 horas. A seguir as amostras foram submetidas ao ensaio de cisalhamento usando a máquina de ensaio universal Instron a uma velocidade de 0,5mm por polegada. Cavidades de classe V circulares foram preparadas na região de raiz de 30 dentes caninos. Em 15 dentes a restauração foi feita usando o condicionador dentinário e nos 15 restantes a "smear layer" foi removida com ácido fosfórico antes do procedimento restaurador. A microinfiltração das restaurações foi determinada quantitativamente por um método espectrofotométrico. Após a análise dos resultados pelo teste de Student os autores concluíram que a remoção da "smear layer" com ácido fosfórico reduziu a resistência de união ao cisalhamento na superfície da dentina, mas também reduziu significativamente a microinfiltração.

Em 1993, BECK et al.<sup>3</sup> desenvolveram um estudo para avaliar a resistência de união do Scotchbond Multi Uso na superfície da dentina condicionada com diferentes

concentrações do ácido fosfórico. A região proximal de dentes molares humanos foi condicionada por 15 segundos com um dos seguintes agentes ácidos: ácido maleico a 10%, ácido fosfórico a 35%, ácido fosfórico a 32%, ácido fosfórico a 10% ou ácido fosfórico a 25% com oxalato de alumínio (Etch "N" Seal). Logo após o condicionamento, os dentes foram lavados, e neles aplicados o "primer" e o adesivo seguido da inserção da resina composta Z-100, todos polimerizados pela luz visível. As amostras foram submetidas a 300 ciclos térmicos em banhos de água cujas temperaturas variaram entre 5 e 55°C. A resistência ao cisalhamento foi determinada usando a máquina de ensaio universal Instron. As médias de resistência (MPa) à união sobre a superfície da dentina foram: 17,3 para o ácido maleico a 10%; 17,2 para o ácido fosfórico a 10%; 15,2 para o ácido fosfórico a 35%; 16,6 para o ácido fosfórico a 32%; e 5,2 para o Etch "N" Seal. A análise estatística (ANOVA e Duncan's) mostrou que a média de resistência à união do Etch "N" Seal foi significativamente menor que dos outros agentes, os quais foram estatisticamente similares ( $P < 0,05$ ). As fotomicrografias (SEM) mostraram que o ácido maleico a 10% e o ácido fosfórico a 10%, 32% e 35% removeram a "smear layer" e abriram os túbulos dentinários de maneira semelhante. Entretanto, o Etch "N" Seal deixou um precipitado sobre a superfície que ocluiu a abertura da luz dos túbulos. O Scotchbond Multi uso teve resistência de união à dentina semelhante, indiferente se o ácido usado como condicionador foi maleico ou fosfórico.

Em 1993, CLOE & SWIFT Jr.<sup>11</sup> avaliaram a resistência de união promovida na superfície do esmalte pelo ácido fosfórico a 35%, Gluma 1&2 Conditioner (ácido oxálico a 1,6%, nitrato de alumínio a 2,7% e glicina a 2,7%), ácido maleico a 10% e ácido fosfórico a 10%. Foram usados neste estudo dentes molares humanos, cuja superfície proximal foi desgastada com discos de diamante para preparar o local de união. O tempo de condicionamento foi de 15 segundos, com excessão do Gluma Conditioner que foi usado durante 30 segundos, conforme a recomendação do fabricante. Após lavar a superfície das amostras, uma resina fluida foi aplicada e polimerizada pela luz visível. A resina BIS-GMA foi usada para metade das amostras em cada grupo e a resina BIS-GMA/HEMA foi usada para os demais. Um compósito híbrido foi inserido em moldes posicionados sobre a superfície tratada e polimerizados pela luz visível. Após 300 termociclos a resistência de união sobre o esmalte foi determinada usando a máquina de ensaio universal Instron. A resistência de união média, em MPa, foi 24,5 para o ácido fosfórico a 35%; 13,2 para o ácido fosfórico a 10%; 13,2 para o ácido maleico a 10%; e, 6,3 para o Gluma 1&2 Conditioner. A análise de variância (ANOVA) e o teste Duncan mostraram que a média de resistência de união do grupo

tratado com ácido fosfórico a 35% foi significativamente superior ( $P < 0,05$ ) as dos outros 3 grupos. O tipo de resina fluida usado não teve efeito significativo na resistência de união. O ácido fosfórico a 35% promoveu uma resistência de união compósito-esmalte significativamente maior do que os ácido fosfórico a 10%, ácido maleico a 10% e Gluma 1&2 Conditioner.

KUGEL et al.,<sup>19</sup> em 1993, avaliaram as superfícies dos esmalte e dentina após o condicionamento com ácido fosfórico a 32% e 10%, ácido maleico a 10% e ácido fosfórico a 25% com oxalato de alumínio (Etch "N" Seal). Foram preparadas cavidades tipo classe V em dentina de dentes não cariados, limpos com pedra pomes e estocados em água a 5°C até o momento da utilização. As amostras foram condicionadas pelo ácido fosfórico a 35 e 10%, ácido maleico a 10% e ácido fosfórico a 25% com oxalato de alumínio, durante 15 segundos, seguido por uma lavagem em água deionizada por 30 segundos. Todas as amostras foram secas durante 30 segundos e imediatamente levadas ao MEV. As eletromicrografias da superfície do esmalte mostraram padrões semelhantes de condicionamento para os três agentes ácidos. A superfície da dentina tratada com ácido fosfórico apresentou túbulos dentinários abertos com diâmetro aumentado. A dentina tratada com ácido maleico apresentou ausência da "smear layer" na superfície mas com resíduos presentes na abertura dos túbulos dentinários. O tratamento com o Etch "N" Seal na superfície da dentina mostrou ausência da "smear layer" e a extremidade dos túbulos dentinários fechados.

TRIOLO et al.,<sup>39</sup> em 1993, estudaram a resistência de união ao cisalhamento do sistema Scotchbond em superfície do esmalte tratada com ácido maleico, ácido fosfórico e oxálico, em intervalos de 15, 30 e 60 segundos de condicionamento. O "primer" e o adesivo foram aplicados de acordo coma as instruções do fabricante. A seguir, o compósito restaurador Z-100 foi inserido e os espécimes submetidos a termociclagem. A resistência ao cisalhamento foi determinada usando a máquina de ensaio universal Instron. Segundo os resultados, a força de resistência ao cisalhamento promovido na superfície do esmalte após o uso do ácido maleico a 10% no tempo de 15 segundos de condicionamento foi significativamente menor do que os valores obtidos nos tempos de condicionamento de 30 e 60 segundos do próprio ácido maleico e do ácido fosfórico nos tempos de 15 e 30 segundos.

### 3 - PROPOSIÇÃO

Com base nas informações emitidas pelos diversos autores referenciados, julgamos oportuno avaliar a qualidade do condicionamento promovidos pelos ácido fosfórico a 35%, ácido fosfórico a 10% e ácido maleico a 10% na superfície do esmalte e dentina, após 15 e 60 segundos de tratamento, com o objetivo de:

- 1 - Verificar a características morfológicas superficiais do esmalte e dentina; e,
- 2 - Determinar a resistência da união entre os tecidos dentais e um sistema restaurador polimérico.

## 4 - MATERIAIS E MÉTODO

### 4.1 - MATERIAIS

Foi utilizado neste estudo um compósito odontológico recomendado pelo fabricante para uso em restaurações de dentes anteriores e posteriores. Acompanhando o compósito está o respectivo sistema adesivo com indicação para esmalte e / ou dentina, juntamente com o condicionador ácido específico. Além do condicionador ácido próprio deste sistema restaurador, utilizamos o ácido fosfórico em duas diferentes concentrações. As características destes materiais estão descritas nas tabelas 1 e 2.

**Tabela 1. Descrição das características do sistema restaurador utilizado na pesquisa.\***

<b>Sistema Restaurador e Fabricante</b>	<b>Constituinte orgânico</b>	<b>Constituinte inorgânico</b>
Compósito - Z 100, 3M Dental Products, St. Paul, MN	BIS - GMA + TEGDMA	Zircônio/Sílica
Adesivo - Scotchbond Multi Purpose, 3M Dental Products Division, St. Paul. MN.	BIS-GMA+HEMA	
Primer - Scotchbond Multi Purpose, 3M Dental Products Division, St. Paul, MN.	HEMA + ÁCIDO POLIALCENÓICO	

\* Informações do fabricante.

**Tabela 2. Descrição dos condicionadores ácidos utilizados na pesquisa**

<b>Condicionador</b>	<b>Concentração</b>	<b>Fabricante</b>
Ácido Fosfórico (gel)	35%	3M Dental Products Division, St. Paul, MN
Ácido Fosfórico (gel)	10%	Bisco Dental Products.
Ácido maleico (gel)	10%	3M Dental Products Division, St. Paul, MN.

## 4.2 - MÉTODO

### 4.2.1 - Preparação das Amostras

Foram utilizados neste estudo 78 dentes humanos não cariados e constituídos dos grupos caninos, pré-molares e molares. Os dentes foram submetidos a uma profilaxia usando pedra pomes e água com escova tipo pincel em velocidade de baixa rotação, selecionados e armazenados em soro fisiológico à temperatura ambiente até o início do experimento.

As raízes dos dentes foram seccionadas e as coroas remanescentes incluídas com resina acrílica ativada quimicamente (Clássico, Artigos Odontológicos Ltda) em tubos de P.V.C, com 20 mm de diâmetro externo por 20 mm de altura, com a face vestibular voltada para cima e projetada 1 mm além da borda do tubo de P.V.C..

Nesta fase do experimento, as amostras foram divididas em 2 grupos contendo 36 dentes cada um, dos quais 30 foram usados no ensaio de cisalhamento sobre as superfícies de esmalte e dentina, nos tempos de condicionamento determinados no experimento e 06 dentes para observação morfológica em microscopia eletrônica de varredura. As restantes 6 amostras foram usadas para observação microscópica de varredura da superfície natural do esmalte desgastado e dentina.

#### 4.2.2 Preparação das amostras para o ensaio de cisalhamento sobre a superfície do esmalte.

Os primeiros 36 dentes embutidos em resina acrílica no tubo de P.V.C (amostras) foram posicionados individualmente na região central de uma base metálica circular medindo 20,5 mm de diâmetro interno por 75 mm de diâmetro externo por 29,0 mm de altura e pesando 500 gramas. A inserção da amostra foi feita até que a borda superior do tubo de P.V.C ficasse paralela à superfície da base metálica, e a face vestibular do dente projetada além das bordas justapostas, mantidas em posição por meio de um parafuso inserido numa das faces laterais da base metálica (fig. 1).

Em seguida, com o auxílio de uma politriz vertical (P.F. Dujardin & Co., Dusseldorf, Germany) e lixas d'água de granulação número 180 e 400, a superfície do esmalte dental foi levemente desgastada, sob refrigeração, usando como base o suporte metálico, sem fazer pressão, até conseguir uma área plana de 5 mm de diâmetro na superfície do esmalte dentário de todas as amostras.

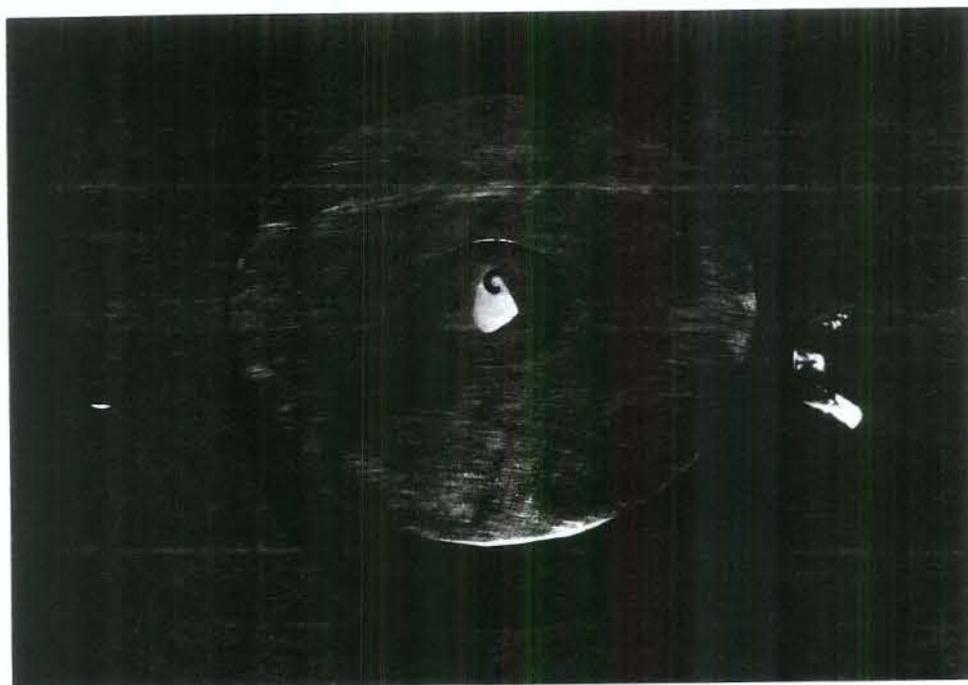


Figura 1 - Base metálica (A) utilizada como suporte para desgastar a superfície dental (C) embutida em resina acrílica no tubo de PVC (B).

#### 4.2.3 - Preparação das amostras para o ensaio de cisalhamento sobre a superfície da dentina.

Neste procedimento, a mesma base metálica foi usada para posicionar individualmente as outras 36 amostras restantes.

Da mesma forma, as faces vestibulares dos dentes foram desgastadas usando lixas d'água nº 180 seguida pela nº 400, sob refrigeração, e posicionada na politriz vertical (P.F. Dujardin & Co., Dusseldorf, Germany) até conseguir uma área plana de 5 mm de diâmetro na superfície dentinária de todas as amostras. Após o desgaste, a superfície vestibular foi examinada com Lupa Estereoscópica (Carl Zeiss, Germany) com 50 vezes de aumento para verificar se nenhuma estrutura de esmalte permanecia na superfície.

#### 4.2.4 - Preparação dos corpos de prova para o ensaio de cisalhamento.

Após a preparação da superfície dental em esmalte ou dentina, uma fita adesiva (Contact) circular com um orifício central de 4mm de diâmetro foi aderida sobre a superfície do esmalte ou dentina, com a finalidade de delimitar a área onde se efetuará a união adesivo-material restaurador (Fig. 2).

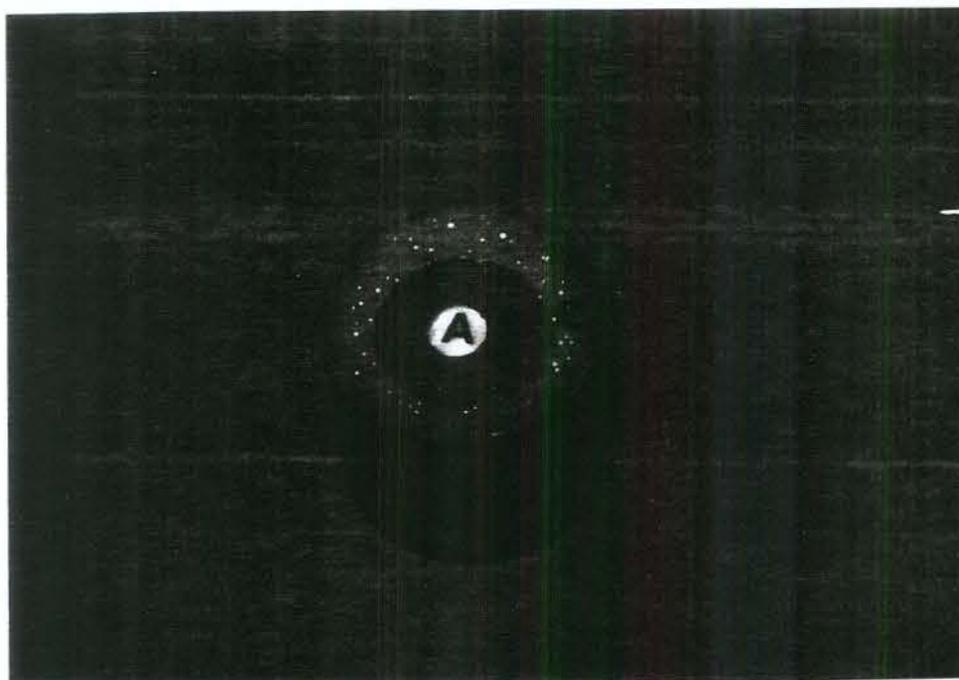


Figura 2 - Área da superfície dental (A) delimitada pela fita adesiva (B) no tubo de PVC preenchido pela resina acrílica.

Neste momento, as amostras com a superfície dental em esmalte e dentina foram divididos em dois grupos (I e II) de 30 amostras cada um. Nos grupos I e II foram separadas 15 amostras com a superfície em esmalte e 15 amostras com a superfície em dentina. A seguir, as superfícies (esmalte e dentina) de 05 amostras foram condicionadas com um dos agentes na forma de gel: ácido fosfórico a 35%, ácido fosfórico a 10% e ácido maleico a 10%, durante 15 segundos para as amostras do grupo I e 60 segundos para amostras do grupo II. A aplicação dos agentes condicionadores foi feito através de um pincel recomendado pelo fabricante. Em seguida a aplicação dos agentes ácidos, e após os tempos determinados para o grupo I e II, as superfícies das amostras foram lavadas durante 15 segundos e secas com jatos de ar pelo mesmo período.

Após os procedimentos do condicionamento ácido, os dentes embutidos em resina acrílica no tubo de P.V.C. (amostra), foram posicionados em uma base metálica sextavada externamente e com diâmetro interno de 20,5 mm. A inserção da amostra foi feita até que a superfície plana do dente incluído em resina acrílica ficasse paralela à margem superior da base metálica e foi mantida em posição por meio de um parafuso inserido numa das faces laterais. Este conjunto foi fixado junto a uma haste metálica, fixada previamente à bancada de trabalho através de parafusos (fig. 3).

No segundo passo do procedimento, o "primer" foi aplicado com o auxílio de um pincel sobre a superfície condicionada (esmalte e dentina) e seco com um suave jato de ar. Logo a seguir, uma fina camada de "adesivo" foi aplicada sobre as superfícies esmalte ou dentina, usando outro pincel. A camada de "adesivo" foi suavemente espalhada com jato de ar e polimerizada pela exposição à luz visível (Visilux, 3M), durante 10 segundos, antes da colocação do material restaurador. Os procedimentos de aplicação do "primer" e "adesivo" foram realizados da mesma forma nos grupos I e II, e seguem as instruções do fabricante.

Em seguida, uma matriz circular em aço inoxidável com 20,5 mm de diâmetro externo e seccionada no centro por um corte longitudinal foi posicionada e fixada por meio de um parafuso lateral na porção interna de uma outra base metálica sextavada externamente. Este conjunto foi posicionado sobre o dispositivo que continha o cilindro de P.V.C. com o dente incluído em resina acrílica (amostra), e também fixados por dois parafusos na região superior. A região central da matriz circular de aço inoxidável possui uma perfuração de 4 mm de diâmetro por 5 mm de altura, que coincide com a área demarcada na superfície do esmalte ou dentina da amostra. Essa justaposição foi possível em função das pequenas movimentações permitidas na matriz circular de aço inoxidável, pela liberação dos parafusos laterais (fig. 4).

Logo após, o compósito (Z 100) foi inserido no orifício central da matriz de aço inoxidável, em três camadas, por meio de um instrumento plástico e a adaptação do material às paredes da cavidade foi obtida com movimentos de compactação. Cada camada de compósito foi polimerizada durante 40 segundos usando a emissão da luz visível através da ponta ativa da fibra óptica do aparelho Visilux (3M Dental Products Division St. Paul, MN.), posicionada junto a matriz metálica de aço inoxidável. A seguir, os parafusos que uniam a matriz de aço inoxidável bipartida à base metálica foram liberados, permitindo assim, a remoção da matriz e, conseqüentemente, a obtenção do corpo de prova para o ensaio de cisalhamento (Fig. 5).

Logo após a confecção, os corpos de prova foram armazenados a 37°C e 100% de umidade relativa em estufa Heraeus (Alemanha), durante 24 horas. Após este período, os corpos de prova foram submetidos ao ensaio de cisalhamento em uma máquina de ensaio universal Otto Wolpert Werke (Germany) a uma velocidade de 06 mm/minuto. Para isso, o corpo de prova foi alojado horizontalmente em luva metálica, com 20,5 mm de diâmetro interno por 20 mm de altura, fixada ao mordente superior da máquina de ensaio universal. No mordente inferior foram fixadas as extremidades de uma tira metálica de aço inoxidável com 5 mm de largura por 10 cm de comprimento, formando uma alça que envolvia o cilindro confeccionado em compósito, aderido à superfície de esmalte ou dentina, para fazer o esforço de tração (fig. 6). A resistência de união ao cisalhamento foi calculada pela seguinte fórmula:

$$Rc = \frac{F}{A}$$

onde: Rc é, a resistência ao cisalhamento; F, a força aplicada; e A, a área de união.

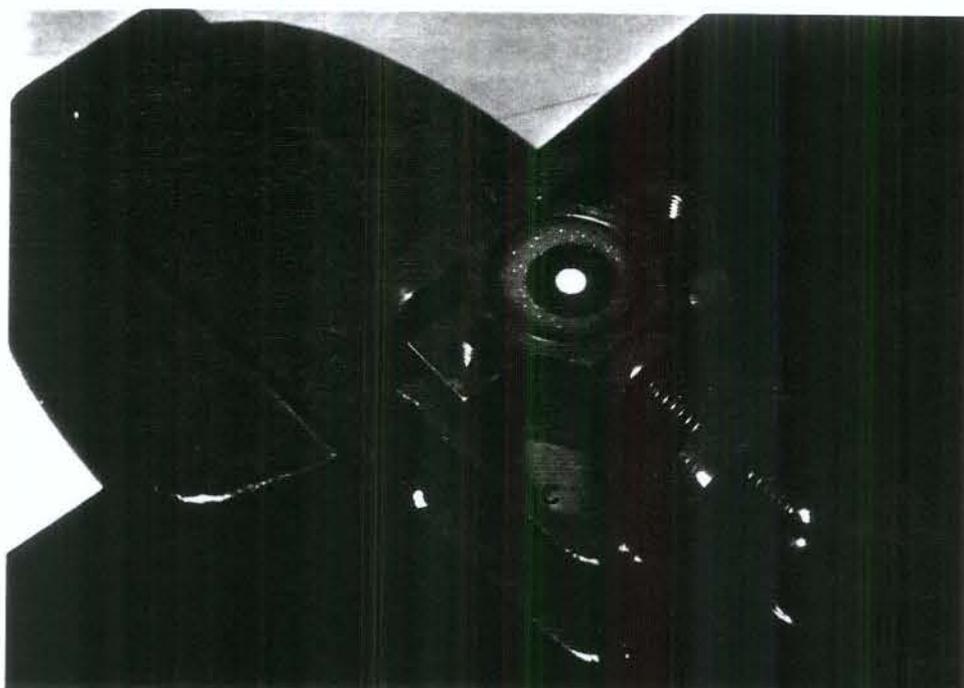


Figura 3 - Amostra posicionada em base metálica fixada a um dispositivo metálico preso à bancada de trabalho. A, amostra; B, base metálica; C, dispositivo metálico

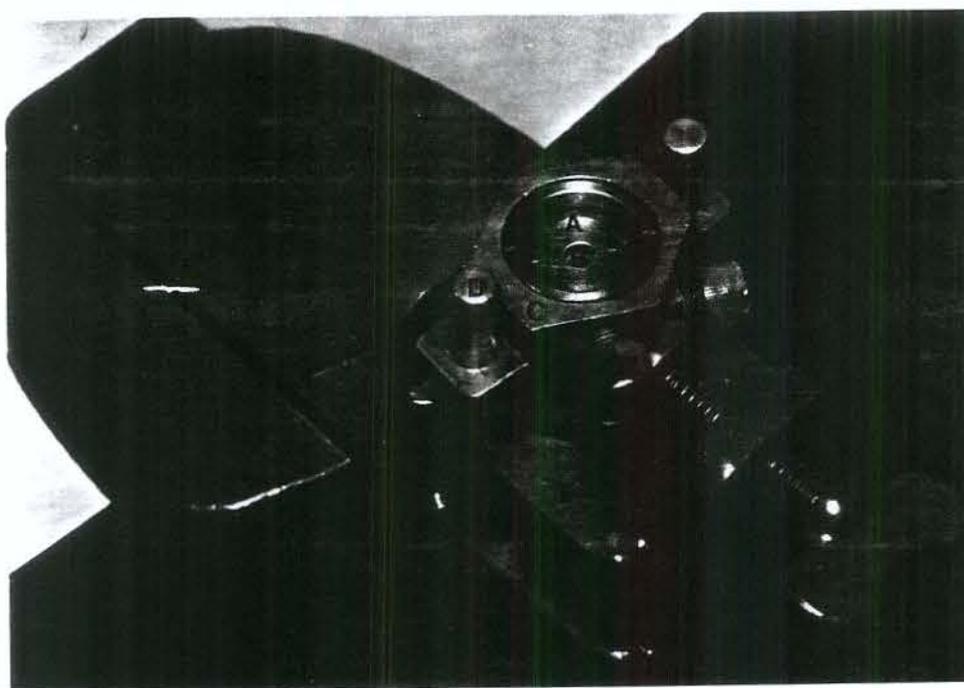


Figura 4 - Posicionamento da matriz circular em aço inoxidável. A, matriz de aço inoxidável; B, perfuração; C, suporte metálico sextavado; D, parafusos para fixação do suporte metálico; E, parafuso para a fixação da matriz de aço inoxidável; F, dispositivo metálico.

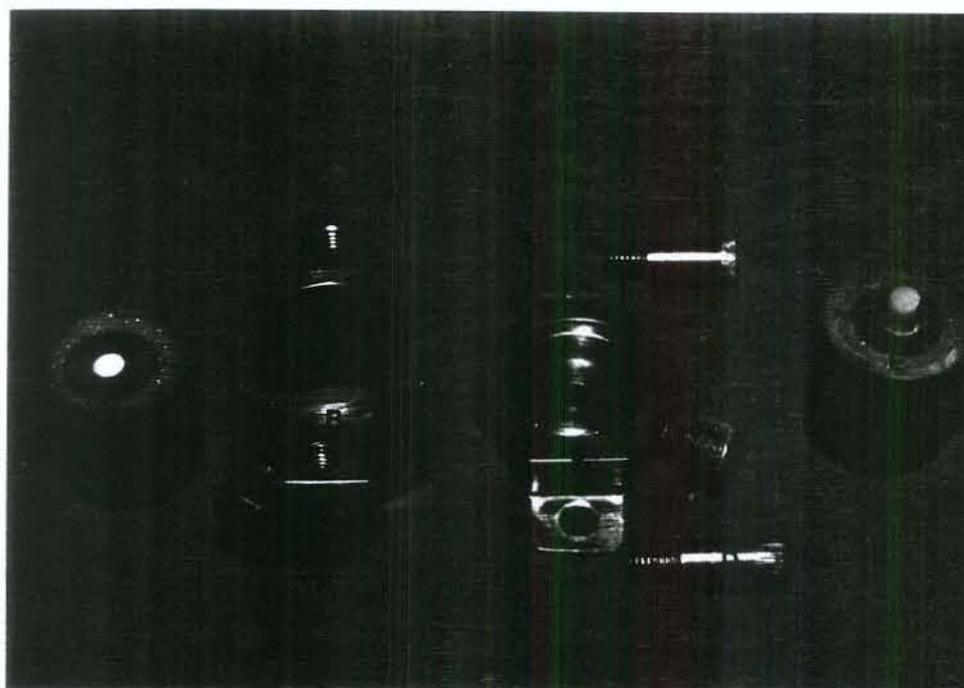


Figura 5 - Disposição sequencial da amostra e matrizes utilizadas para confecção do corpo de prova. A, amostra; B, matriz usada para posicionar a amostra; C, suporte metálico com a matriz de aço inoxidável no seu interior; D, parafusos de fixação; E, corpo de prova.

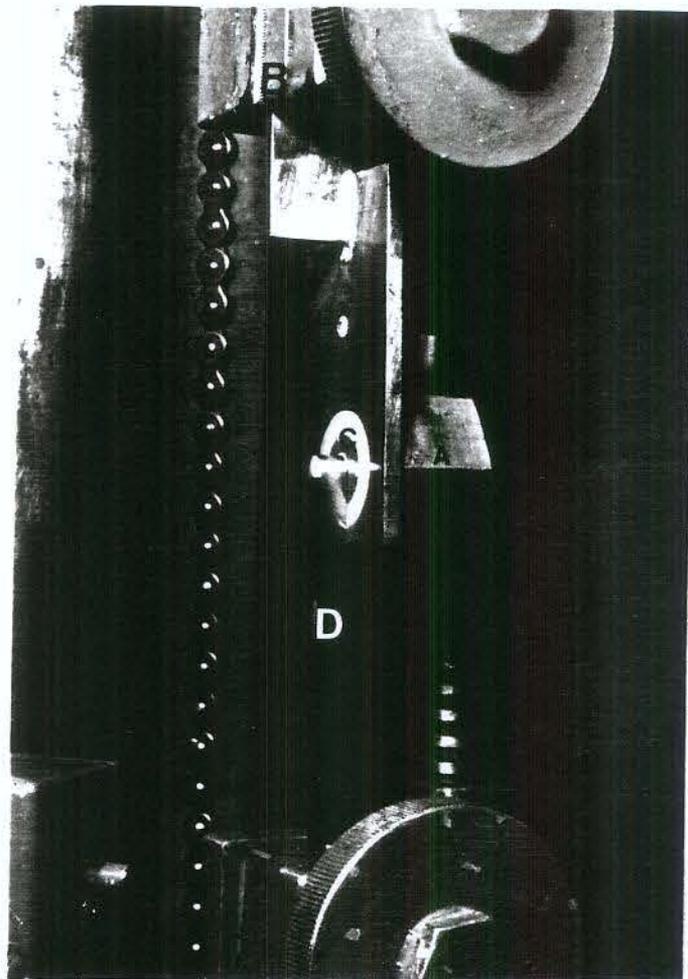


Figura 6 - Corpo de prova posicionado para o ensaio de cisalhamento. A, luva metálica; B, mordente da máquina de ensaio universal; C, corpo de prova; D, matriz metálica.

#### 4.2.5 - Análise em Microscopia Eletrônica de Varredura.

Foram utilizadas 12 amostras de cada grupo preparado, para a observação do aspecto morfológico da superfície do esmalte e dentina. A superfície (esmalte ou dentina) de grupos de 2 dentes foi condicionada com um dos agentes: ácido fosfórico a 35%, ácido fosfórico a 10%, e ácido maleico a 10%, durante 15 e 60 segundos, respectivamente. Após o condicionamento, as superfícies dentais foram lavadas em água corrente, secas com ar comprimido e revestidas com ligas de ouro-paládio sob alto vácuo (Balzers-SCD 050 sputter coater, Germany) para observação em Microscópio Eletrônico de Varredura (Zeiss DSM 960, Germany).

As 6 amostras restantes foram preparadas apenas para observação através do microscópio eletrônico de varredura (M.E.V.) da superfície morfológica natural do esmalte (02), e a aparência superficial desgastada do esmalte (02) e dentina (02).

## 5 - RESULTADOS

### 5.1 - Análise morfológica da superfície do esmalte e dentina através da Microscopia Eletrônica de Varredura.

As fotomicrografias obtidas com o microscópio eletrônico de varredura com aumento de 1000x estão relacionadas nas figuras de 07 a 20.

Na figura 07 (a) observamos o aspecto morfológico da superfície do esmalte natural com leves marcas de abrasão, mas sem traços característicos, enquanto que na figura 07 (b) a superfície do esmalte apresenta-se com irregularidades produzidas após o desgaste com lixa nº 400. Da mesma forma, mas com característica morfológica diferente, a figura 08 mostra a superfície da dentina com os túbulos dentinários ocluídos e a dentina peritubular saliente.

As figuras 09, 10, 11 e 12 exemplificam a aparência típica da superfície do esmalte dental condicionado pelo ácido fosfórico a 35% e a 10%, durante 15 e 60 segundos, respectivamente. Nas ilustrações, a região central dos prismas de esmalte mostra-se preferencialmente removida, deixando as bordas dos prismas relativamente intactas, resultando em microporosidades. Embora, os padrões básicos topográficos sejam semelhantes, algumas regiões ilustradas na figura 10, mostram as depressões do centro dos prismas de esmalte com menor profundidade.

As figuras 13 e 14 ilustram as diferenças na aparência da superfície do esmalte condicionado durante 15 e 60 segundos, com ácido maleico a 10%. Após 15 segundos de aplicação do ácido maleico (figura 13), a superfície do esmalte apresenta alterações morfológicas sem padrão definido, contrastando assim, com a uniformidade do aspecto morfológico produzido pela dissolução da região central dos prismas de esmalte, após 60 segundos de condicionamento (figura 14).

O condicionamento da superfície da dentina com ácido fosfórico a 35% e ácido fosfórico a 10%, durante 15 e 60 segundos, removeu completamente a camada de "smear layer" e proporcionou a abertura dos túbulos dentinários, conforme as ilustrações das figuras 15, 16, 17 e 18. No entanto, a utilização do ácido fosfórico a 35% em forma de gel comercial, deixou uma camada de resíduo sobre a superfície da dentina (figuras 15 e 16).

As figuras 19 e 20 mostram a aparência superficial da dentina condicionada com ácido maleico a 10% durante 15 e 60 segundos, respectivamente. De acordo com as

ilustrações, a ação do ácido maleico durante 15 segundos removeu a camada de "smear layer", mas deixou a extremidade dos túbulos dentinários parcialmente fechadas, enquanto que, após 60 segundos de condicionamento, a camada de "smear layer" foi completamente removida e os túbulos dentinários abertos (figura 20).

## 5.2 - Ensaio de Resistência ao Cisalhamento

Os resultados obtidos no ensaio de resistência ao cisalhamento na união entre a superfície (esmalte e dentina) e o compósito restaurador após 15 segundos e 60 segundos de condicionamento com os ácidos fosfórico a 35%, fosfórico a 10% e maleico a 10% estão registrados nas tabelas 3 e 4 (apêndice).

Esses valores foram submetidos à análise da variância com esquema fatorial, cujos fatores foram: Substrato, que analisa a superfície do esmalte e dentina; Ácido, que avalia o tipo de condicionamento químico; Tempo, onde são analisados os tempos de condicionamento. De acordo com a tabela 5 (apêndice), o fator Tempo e a interação Substrato x tempo não apresentaram diferença estatística 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 apresentados nas tabelas 6, 7, 8, 9, 10 e ilustrados nas figuras 21, 22, 23, 24 e 25.

Figura 7 - Aspectos morfológicos da superfície do esmalte dental natural (a); e após o desgaste com lixa d'agua nº 400 (b). ( 1000x)

Figura 8 - Aspecto morfológico da superfície da dentina após o desgaste com lixa d'agua nº 400. (1000x)

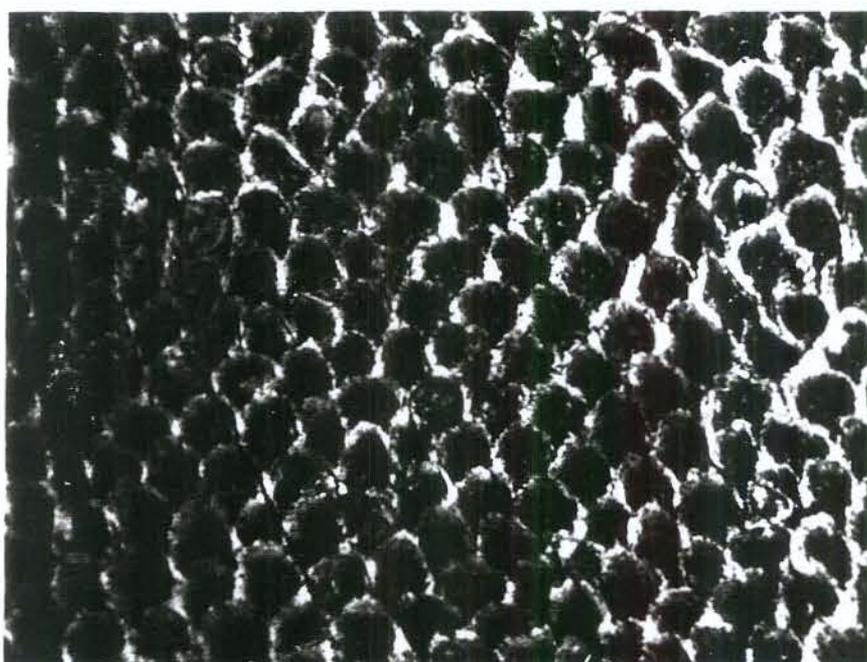


Figura 9 - Aspecto morfológico da superfície do esmalte condicionado com ácido fosfórico a 35%, durante 15 segundos. (1000x)



Figura 10 - Aspecto morfológico da superfície do esmalte condicionado com ácido fosfórico a 35%, durante 60 segundos. (1000x)



Figura 11 - Aspecto morfológico da superfície do esmalte condicionado com ácido fosfórico a 10%, durante 15 segundos. (1000x)

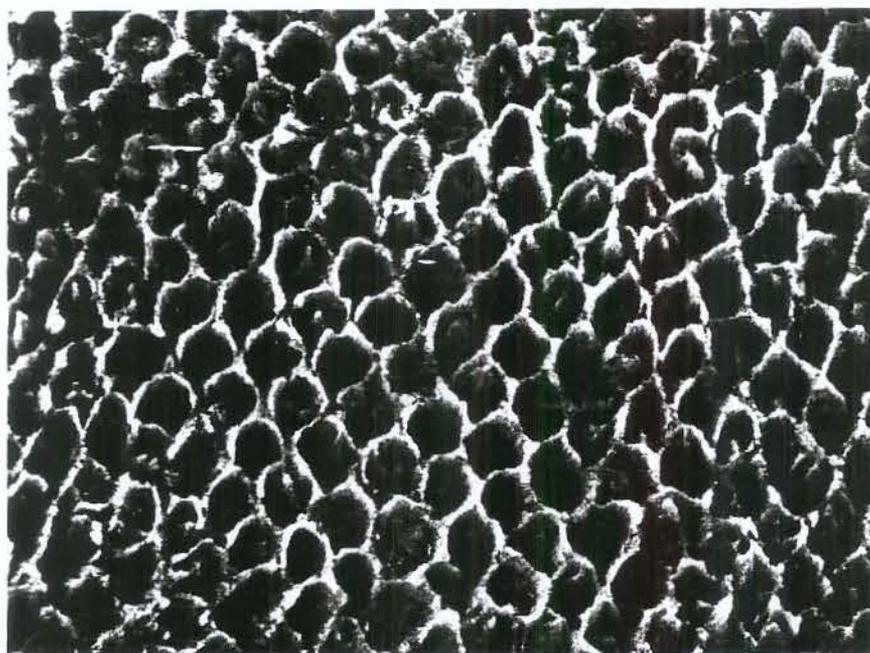


Figura 12 - Aspecto morfológico da superfície do esmalte condicionado com ácido fosfórico a 10% , durante 60 segundos. (1000x)



Figura 13 - Aspecto morfológico da superfície do esmalte condicionado com ácido maleico a 10%, durante 15 segundos. (1000x)

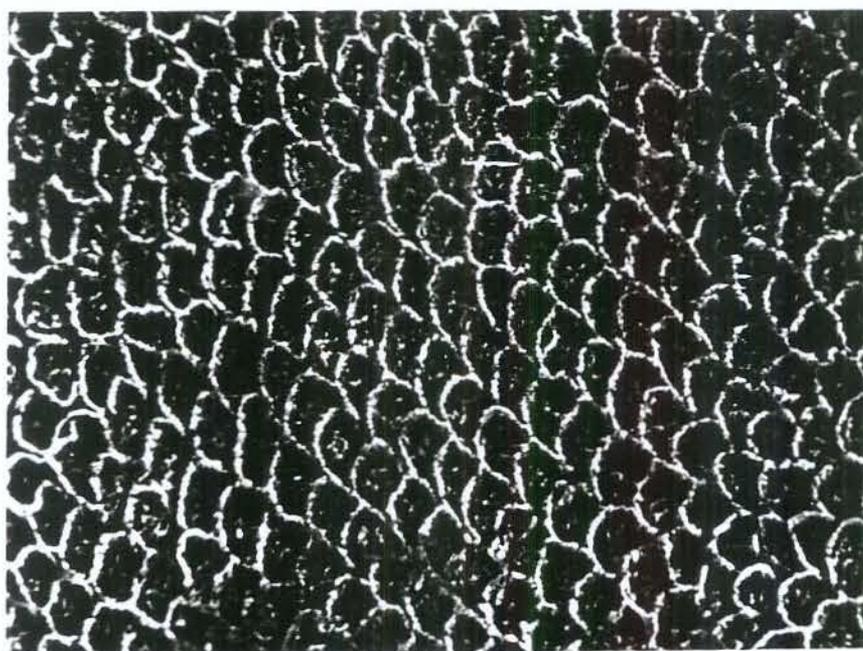


Figura 14 - Aspecto morfológico da superfície do esmalte condicionado com ácido maleico a 10%, durante 60 segundos. (1000x)

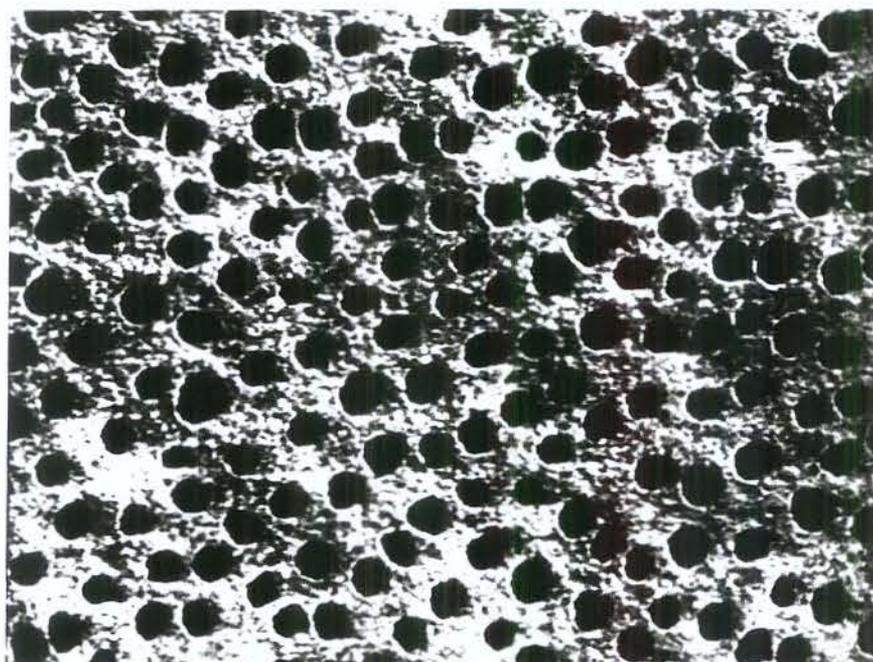


Figura 15 - Aspecto morfológico da superfície da dentina após o condicionamento com ácido fosfórico a 35%, durante 15 segundos. (1000x)



Figura 16 - Aspecto morfológico da superfície da dentina após o condicionamento com ácido fosfórico a 35%, durante 60 segundos. (1000x)



Figura 17 - Aspecto morfológico da superfície da dentina após o condicionamento com ácido fosfórico a 10%, durante 15 segundos. (1000x)



Figura 18 - Aspecto morfológico da superfície da dentina após o condicionamento com ácido fosfórico a 10%, durante 60 segundos. (1000x)

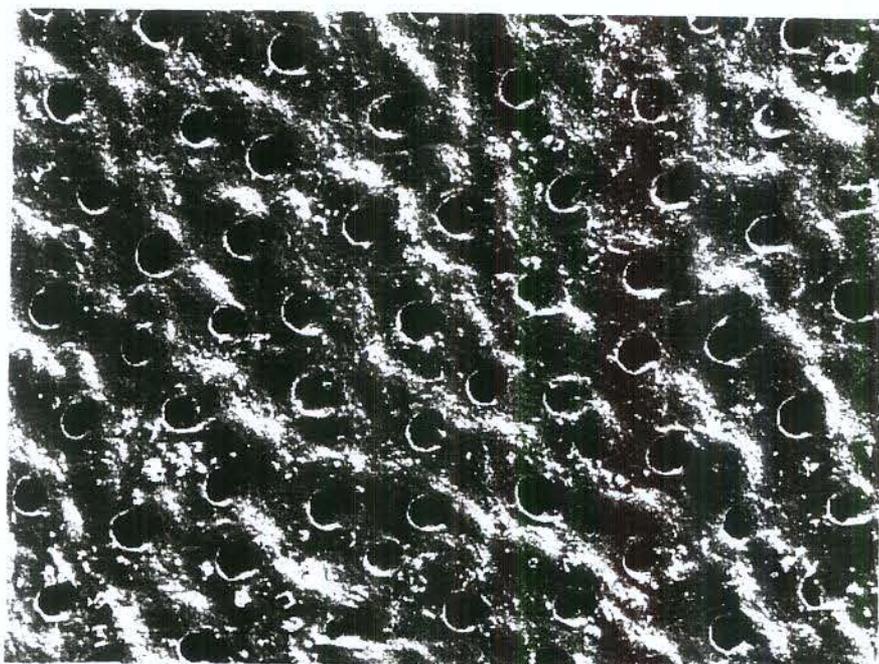


Figura 19 - Aspecto morfológico da superfície da dentina após o condicionamento com ácido maleico a 10%, durante 15 segundos. (1000x.)

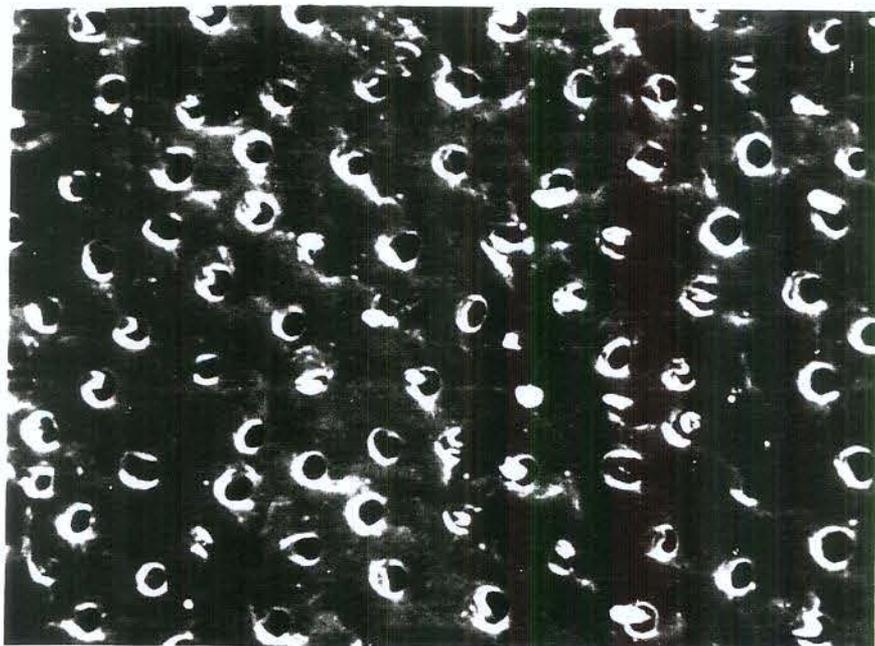


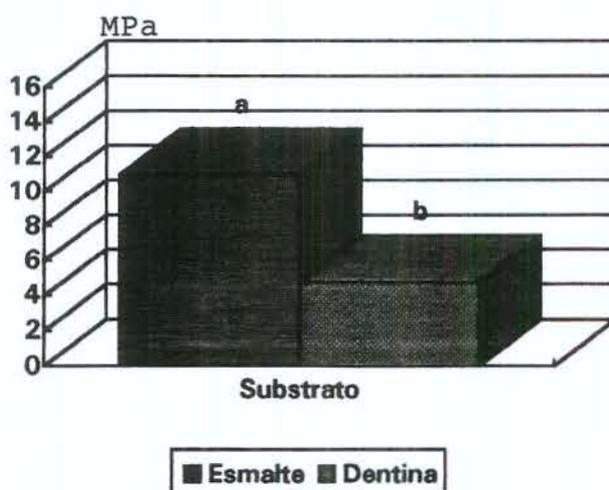
Figura 20 - Aspecto morfológico da superfície da dentina após o condicionamento com ácido maleico a 10%, durante 60 segundos. (1000x)

**Tabela 6 - Médias de resistência ao cisalhamento obtidas sobre o esmalte e dentina, independente do tipo de agente ácido e do tempo de condicionamento (MPa).**

Substrato	Média
Esmalte	10,96 a
Dentina	4,80 b

D.M.S. 5% = 0,48556

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



Barras seguidas por letras distintas diferem entre si ao nível de 5% de probabilidade

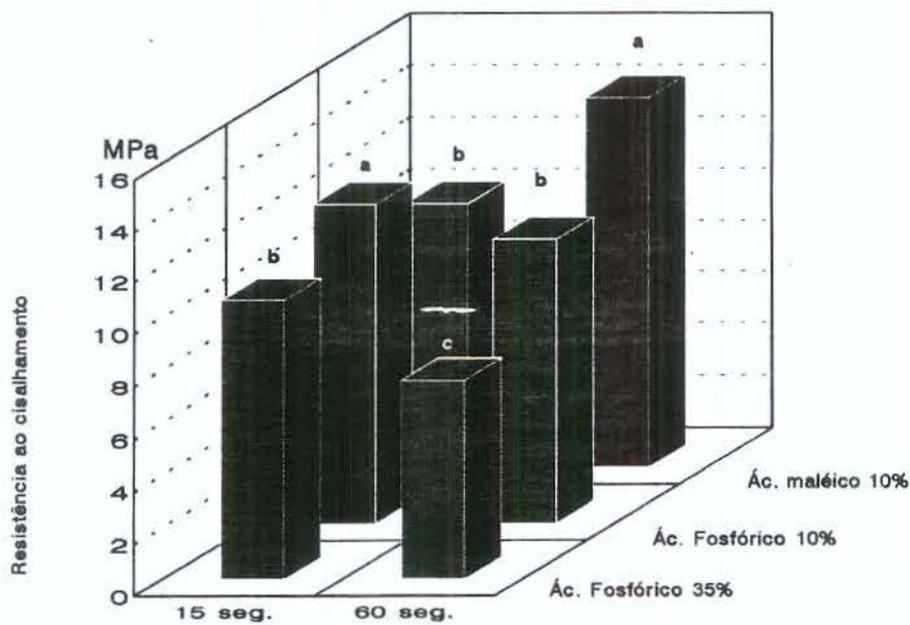
**Figura 21 - Ilustração gráfica da média de resistência ao cisalhamento obtida sobre o esmalte e dentina, independente do tipo de agente ácido e do tempo de condicionamento**

**Tabela 7 - Médias de resistência ao cisalhamento após o condicionamento ácido nos tempos de 15 e 60 segundos sobre a superfície do esmalte (MPa).**

Agente condicionador	Tempo de condicionamento (seg.)	
	15	60
Ácido fosfórico 35%	10,64 <b>b</b>	7,58 <b>c</b>
Ácido fosfórico 10%	12,27 <b>a</b>	10,91 <b>b</b>
Ácido maleico 10%	10,16 <b>b</b>	14,22 <b>a</b>

D.M.S. 5% = 1,42994

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



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

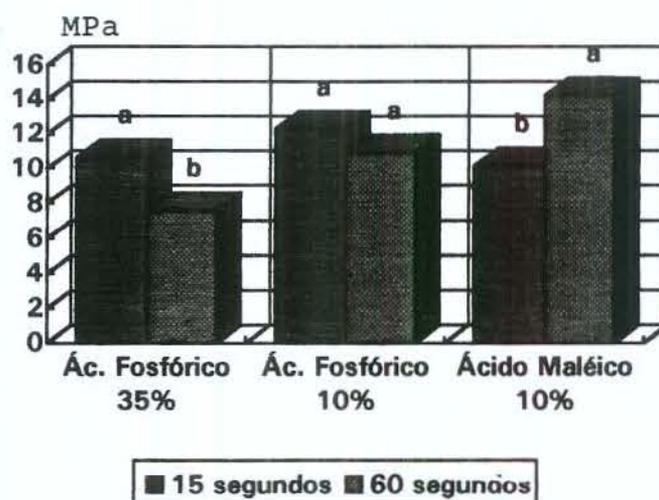
**Figura 22 - Ilustração gráfica dos valores médios de resistência ao cisalhamento após o condicionamento ácido nos tempos de 15 e 60 segundos sobre a superfície do esmalte.**

**Tabela 8 - Médias de resistência ao cisalhamento após o condicionamento ácido sobre a superfície do esmalte com os tempos de 15 e 60 segundos. (MPa).**

Tempo de condicionamento (seg)	Ácido Fosfórico 35%	Ácido Fosfórico 10%	Ácido maleico 10%
15	10,64 a	12,27 a	10,16 b
60	7,58 b	10,91 b	14,22 a

D.M.S. 5% = 1,18939

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



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

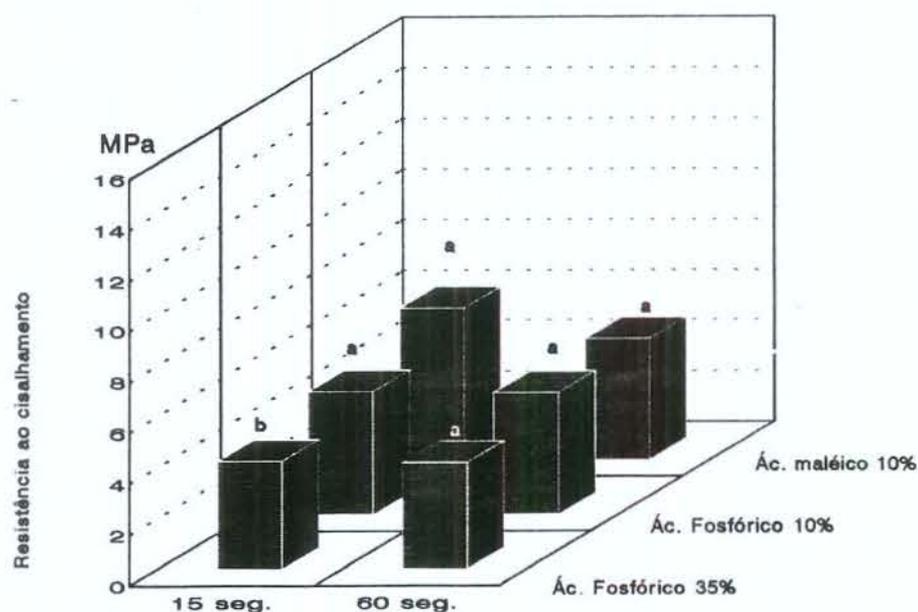
**Figura 23 - Ilustração gráfica dos valores médios de resistência ao cisalhamento após o condicionamento ácido sobre a superfície do esmalte com os tempos de 15 e 60 segundos.**

**Tabela 9 - Médias de resistência ao cisalhamento após 15 e 60 segundos de condicionamento ácido sobre a superfície da dentina (MPa).**

Agente condicionador	Tempo de condicionamento (seg)	
	15	60
Ácido Fosfórico 35%	4,24 b	4,18 a
Ácido Fosfórico 10%	4,84 b	4,79 a
Ácido maleico 10%	6,00 a	4,75 a

D.M.S 5% = 0,74260

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



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

**Figura 24 - Ilustração gráfica dos valores médios de resistência ao cisalhamento após 15 e 60 segundos de condicionamento ácido sobre a superfície da dentina.**

UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS  
FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE PIRACICABA

BIBLIOTECA

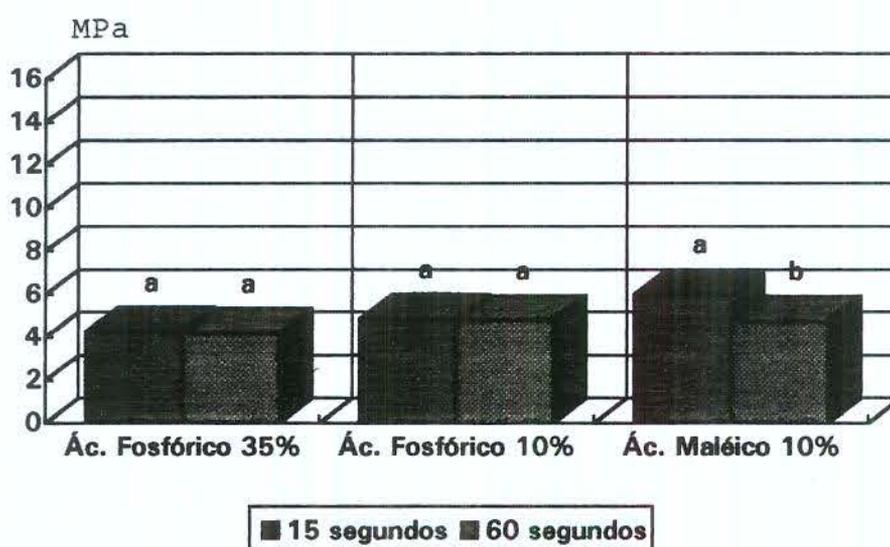
L. 1252

**Tabela 10 - Médias de resistência ao cisalhamento após o condicionamento ácido sobre a superfície da dentina com os tempos de 15 e 60 segundos (MPa).**

Tempo de condicionamento (seg)	Ácido Fosfórico 35%	Ácido Fosfórico 10%	Ácido maleico 10%
15	4,24 a	4,84 a	6,00 a
60	4,18 a	4,79 a	4,75 b

D.M.S. 5% = 0,6142

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



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

**Figura 25 - Ilustração gráfica dos valores médios de resistência ao cisalhamento após o condicionamento ácido sobre a superfície da dentina com os tempos de 15 e 60 segundos.**

## 6. DISCUSSÃO

A união mecânica da resina restauradora sobre a superfície do esmalte condicionado com ácido fosfórico tem melhorado o desempenho clínico das restaurações em compósitos. As principais vantagens da associação entre a técnica do condicionamento ácido e a resina restauradora incluem a retenção da resina à estrutura dental, redução ou eliminação da microinfiltração marginal e a conservação da estrutura dental remanescente.

No presente trabalho, a explicação da maior retenção entre a resina e a estrutura dental está demonstrada nas fotomicrografias obtidas da superfície do esmalte dental condicionado pelo ácido fosfórico à 35%, que mostraram alterações morfológicas semelhantes, onde a região central dos prismas de esmalte é preferencialmente removida deixando as bordas dos prismas relativamente intactas (figuras 9 e 10). No entanto, o aspecto topográfico da superfície do esmalte condicionado durante 15 segundos é uniforme e mais regular (figura 9), em relação a aparência morfológica observada após 60 segundos de condicionamento, cujas depressões na região central dos prismas de esmalte aparentam menor profundidade (figura 10).

Essa diferença qualitativa no grau de condicionamento é comprovada nos resultados obtidos nos ensaios de resistência ao cisalhamento, cujos valores médios para o condicionamento no tempo de 15 segundos foi estatisticamente superior (10,64 MPa) ao nível de 5% de probabilidade, quando comparado ao tempo de 60 segundos, conforme mostram a tabela 8 e figura 23. BARKMEIER et al.<sup>2</sup> e GLASSPOOLE & ERICKSON<sup>15</sup> descreveram semelhança no padrão e na qualidade do grau de condicionamento ácido, mas não encontraram diferença estatística nos valores de resistência ao cisalhamento ao compararem as superfícies tratadas por 15 e 60 segundos. Segundo BARKMEIER et al.<sup>2</sup>, o aumento da área superficial produzido pelo condicionamento ácido é mais importante do que a profundidade de penetração da resina em função da sua propriedade reológica. Entretanto, contrariamente a esse fato, as imagens das fotomicrografias ilustradas na figura 9, revelaram a necessidade de se obter uma superfície com quantidade e qualidade nas microporosidades produzidas pelo condicionamento ácido. Essa regularidade no padrão de condicionamento facilitou a penetração da resina fluida e, conseqüentemente, a formação de prolongamentos que produziram uma resistência de união mecânica superior na superfície do esmalte condicionado com ácido fosfórico a 35%, durante 15 segundos (tabela 8).

SILVERSTONE<sup>33</sup> demonstrou que a profundidade ou a quantidade de esmalte superficial removido, durante o procedimento técnico do ataque ácido, dependem da concentração do ácido e duração do tempo de condicionamento, além disso, observou que a

qualidade da alteração superficial no esmalte produzida pelo condicionamento ácido melhorou quando da utilização do ácido fosfórico em concentrações que variavam entre 20 e 30%. Dessa forma, a concentração mais usada na prática clínica passou a variar entre 30 e 50%. Mas isso também foi parcialmente baseado nos estudos de CHOW & BROWN<sup>10</sup> que estudaram o diagrama de fase do sistema ternário  $H_3PO_4 \pm Ca(OH)_2 \pm H_2O$ . Esses autores demonstraram que a aplicação de uma solução de ácido fosfórico maior que 27% resultava na formação de monofosfato de cálcio monohidratado, enquanto o difosfato de cálcio era formado com a aplicação do ácido fosfórico em concentrações menores que 27%. De acordo com CHOW & BROWN<sup>10</sup>, o monofosfato de cálcio monohidratado é mais solúvel, mas nos dois casos, os produtos da reação do ácido fosfórico devem ser completamente removidos com água, após o procedimento de condicionamento ácido, para não interferir na união do compósito com a superfície do esmalte condicionado.

Assim, durante algum tempo houve uma tendência em pressupor-se que não haveria aumento na resistência de união entre a superfície do esmalte e a restauração em resina com a redução da concentração do agente ácido. De acordo com os nossos resultados, verificamos que não só o tempo de condicionamento pode ser reduzido, mas também a concentração do ácido fosfórico. Inclusive, o condicionamento produzido pelo ácido fosfórico a 10%, com 15 segundos de aplicação, propiciou um valor médio (12,27 MPa) estatisticamente superior ao nível de 5% de probabilidade em relação ao ácido fosfórico a 35% (tabelas 7, 8 e figuras 22 e 23). Já, as figuras 11 e 12 mostram o aspecto morfológico da superfície do esmalte condicionado com ácido fosfórico a 10%, durante 15 e 60 segundos, respectivamente. Pelas fotomicrografias verificou-se padrões típicos e semelhantes de condicionamento nos dois tempos indicados. Segundo SILVERTONE et al.<sup>34</sup> esse é o modelo tipo 1, onde ocorre a dissolução central dos prismas de esmalte e a região periférica permanece relativamente intacta. Apesar da semelhança na alteração morfológica superficial, também descrita por KUGEL et al.,<sup>19</sup> os valores médios de resistência ao cisalhamento não foram equivalentes e apresentaram diferenças estatisticamente significantes ( $P < 0,05$ ), concordando assim com GOTTLIEB et al.<sup>16</sup> e BARKMEIER et al.<sup>2</sup> que sugeriram o uso clínico do ácido fosfórico em menores concentrações e tempo de aplicação reduzido para 15 segundos.

Considerado um agente condicionador alternativo ao ácido fosfórico, o ácido maleico a 10% foi indicado para ser aplicado na superfície do esmalte e da dentina, ao mesmo tempo, durante 15 segundos, para simplificar o procedimento técnico do condicionamento ácido.<sup>37</sup> No entanto, observamos na figura 13 que a superfície do esmalte

condicionado com ácido maleico a 10%, durante 15 segundos, apresentou alterações morfológicas indefinidas e não classificadas em nenhum dos três tipos descritos por SILVERSTONE et al.<sup>34</sup> Entretanto, 60 segundos após a aplicação do ácido maleico, observamos uma qualidade de condicionamento similar àquele proporcionado pelo ácido fosfórico, com padrão definido como do tipo 1, de acordo com SILVERSTONE et al.<sup>34</sup> (figura 14). Quantitativamente, as medidas de resistência à união da resina restauradora com a superfície do esmalte, após 60 segundos de condicionamento pelo ácido maleico, foram estatisticamente superiores (14,22 MPa) ao nível de 5% de probabilidade, em relação ao tempo de 15 segundos indicado pelo fabricante (tabela 8 e figura 23).

Embora KUGER et al.<sup>19</sup> tenham observado similaridade na qualidade do condicionamento ácido do esmalte, quando compararam o padrão produzido pelo ácido fosfórico e ácido maleico, após 15 segundos de aplicação, baseamo-nos em SILVERSTONE<sup>33</sup> que afirmou que a qualidade do condicionamento ácido depende da concentração do ácido, da duração do condicionamento e da composição química do esmalte. BERTOLOTTI<sup>4</sup> também acrescentou que a escolha do ácido condicionador deve basear-se na sua constante de dissociação (pKa). Assim, segundo esse autor, o ácido maleico é considerado mais forte (pKa = 1,8) do que o ácido fosfórico (pKa = 2,1). No entanto, segundo ZANIQUELLI\*, os valores que medem as constantes de dissociação são termodinâmicos e o fator tempo não é considerado. Além disso, o ácido maleico é orgânico e tem maior peso molecular do que o ácido fosfórico, conseqüentemente, maior dificuldade de se ligar na superfície do esmalte através dos grupos carboxilatos. Dessa forma, a cinética de reação parece ser mais lenta e, por isso, é necessário aumentar para 60 segundos o tempo de aplicação do ácido maleico sobre a superfície do esmalte, conforme mostra a tabela 7 e a figura 22, onde verificamos pelo Teste de Tukey, que o valor médio de resistência ao cisalhamento alcançado na superfície do esmalte tratado com ácido fosfórico a 10%, por 15 segundos, apresentou diferença estatística significativa ( $P < 0,05$ ) em relação ao valor obtido com o ácido fosfórico a 35% e ácido maleico a 10%. Entretanto, os valores médios obtido para o ácido maleico a 10% e ácido fosfórico a 35% não apresentaram diferença estatística entre si. Porém, quando comparamos a efetividade dos ácidos após 60 segundos de tratamento, o valor do ácido maleico foi estatisticamente superior (14,22 MPa) em relação aos valores registrados para o ácido fosfórico a 10% e a 35%.

---

\* ZANIQUELLI, M. E. D. Informação pessoal

Verificamos ainda, que o valor de resistência à união obtido pelo tratamento com ácido fosfórico a 10% apresentou diferença estatisticamente significativa em relação ao valor obtido nos corpos de prova tratados com ácido fosfórico a 35%. Estes resultados confirmaram o estudo de TRIOLO et al.<sup>39</sup> que também observaram diferença estatisticamente inferior no valor de resistência à união produzido após o tratamento com ácido maleico em relação ao ácido fosfórico a 35%, após 15 segundos. No entanto, contrariam os resultados descritos por CLOE & SWIFT Jr.<sup>11</sup>, que registraram valores de resistência à união da resina restauradora à superfície do esmalte, estatisticamente significativos para o tratamento efetuado com ácido fosfórico a 35%, ao compararem com o tratamento do ácido maleico a 10% e ácido fosfórico a 10%, após 15 segundos de condicionamento.

As fotomicrografias ilustradas nas figuras 7a, 7b e 8, mostram as diferenças morfológicas naturais entre o esmalte e a dentina, antes de receberem o tratamento ácido determinado neste estudo. Assim, enquanto o esmalte é composto, em volume, por hidroxiapatita (86%), água (12%) e matriz orgânica (2%), com componentes que facilitam o condicionamento ácido (figuras 9, 10, 11, 12 e 14). A dentina é um tecido vivo, cuja estrutura química envolve 70% de material inorgânico, 18% de material orgânico e 12% de água, em volume, além de características altamente complexas na estrutura física que variam de acordo com a profundidade do tecido e dificultam o condicionamento ácido.<sup>23, 25</sup> Quando efetuamos o condicionamento com os ácidos fosfórico a 35%, fosfórico a 10% e maleico a 10%, durante 15 e 60 segundos, verificamos que a camada de "smear layer" que protegia a superfície dentinária (fig. 8), foi completamente removida e proporcionou a abertura da extremidade dos túbulos dentinários (figs. 15, 16, 17, 18 e 20). Com a aplicação do ácido maleico, durante 15 segundos, a camada de "smear layer" também foi removida, mas a extremidade dos túbulos dentinários ficou parcialmente ocluída (fig. 19). Isto, provavelmente aconteceu em função da característica orgânica do ácido maleico, cuja cinética de reação necessita de maior tempo de aplicação para completar a remoção da camada "smear layer" e expôr a abertura dos túbulos dentinários, conforme mostra a fig. 20. Estes resultados colhidos pela análise de fotomicrografias obtidas pela Microscopia Eletrônica de Varredura são semelhantes aos descritos por RETIEF et al.<sup>30</sup>, BYOUNG<sup>9</sup> e KUGEL et al.,<sup>19</sup> a respeito dos ácidos fosfórico a 37%, fosfórico a 10% e maleico a 10%, respectivamente.

Nas figuras 15 e 16, a superfície da dentina foi condicionada com ácido fosfórico a 35%, na forma de gel convencional e, embora, o ácido tenha removido a camada

de "smear layer" e exposto a abertura dos túbulos dentinários, deixou sobre a superfície da dentina uma camada de resíduos que, provavelmente, seria sílica fundida usada para dar consistência ao gel e, segundo BERTOLOTTI<sup>4</sup>, é de difícil remoção pela água. BYOUNG<sup>9</sup> também evidenciou esses resíduos de sílica na superfície da dentina tratada com ácido fosfórico na forma de gel comercial e sugeriu a utilização de um agente ácido na forma de semi-gel, onde o agente espessante seja um ácido polimérico estável. Segundo esse autor, a utilização desse tipo de ácido não deixou resíduo na superfície, melhorou a ação de umedecimento e foi facilmente removido pela lavagem com água. Essas características também foram notadas neste trabalho durante a utilização do ácido fosfórico a 10% (Bisco Dental Products) e, estão registradas nas figuras 17 e 18. Talvez por isso, a resistência à união na superfície dentinária tratada com ácido fosfórico a 10% tenha apresentado valor médio superior e estatisticamente diferente ( $P < 0,05$ ) em relação à dentina tratada com ácido fosfórico a 35%, durante 15 segundos (tabela 9 e figura 24).

Nos ensaios quantitativos de resistência à união da superfície da dentina com a resina restauradora, verificamos, de uma maneira geral, que os valores médios tiveram uma redução de aproximadamente 55% em relação aos valores da superfície do esmalte, independente do tempo de condicionamento (tabela 6 e figura 21). A explicação para estes resultados está justamente na diferente natureza existente entre os dois tecidos dentários, conforme afirma PASHLEY.<sup>22</sup> Mas apesar dos valores serem inferiores, ficou evidente o gradativo aumento nos valores médios de resistência à união alcançados pelos adesivos dentinários quando comparados por ensaio de cisalhamento. Usando os resultados obtidos por BARKMEIER et al.<sup>2</sup>, SOLOMON & BEECH<sup>35</sup> e BARKMEIER & COOLEY<sup>1</sup> para avaliar percentualmente o aumento da resistência à união dos adesivos dentinários em relação aos valores estimados para o esmalte, foi possível verificar que o produto Scotchbond apresentava-se com apenas 15% e o Scotchbond 2, 29%. Comparando-se com os resultados obtidos neste estudo, a proporcionalidade percentual aumentou para 45%, utilizando o Scotchbond Multi Uso e o compósito Z - 100. Na realidade, acreditamos que este aumento na resistência à união na interface dentina-restauração se deva a uma mudança conceitual à respeito da contra-indicação do ácido fosfórico para ser aplicado sobre a superfície dentinária. Segundo RETIEF et al.<sup>27</sup>, STANLEY et al.<sup>36</sup> e PASHLEY et al.<sup>24</sup>, a aplicação do ácido fosfórico não é aconselhada por causar remoção da "smear layer", aumento da permeabilidade dentinária e ação agressiva ao tecido da polpa. KANCA<sup>17</sup>, entretanto, revisou a literatura e concluiu que o tratamento da dentina com ácido fosfórico, por si só, não causa agressão ao tecido pulpar. Porém, uma falha no selamento da interface

dente-restauração após o tratamento ácido pode causar problemas pulpare. Além disso, BRANNSTRON<sup>5</sup> demonstrou que a microinfiltração de componentes bacterianos através da fenda entre a restauração e a parede cavitária é a maior causa da inflamação pulpar. COX et al.<sup>12</sup> demonstraram uma relação direta entre a presença da bactéria, inflamação pulpar e necrose. WENDT & LEINFELDER<sup>41</sup>, em um estudo "in vivo", aplicaram o ácido fosfórico sobre a dentina como parte de uma sequência de tratamento e não observaram nenhum problema adverso à polpa após um ano de observação clínica. No entanto, foi FUSAYAMA et al.<sup>14</sup> os primeiros autores a relatarem o uso do ácido fosfórico para remover a camada de "smear layer", condicionar a dentina e restaurar o dente usando adesivos resinosos e compósito.

Baseando-se nessas informações, foram introduzidos no comércio sistemas adesivos contendo um agente de natureza ácida com a finalidade de promover o condicionamento ácido do esmalte e da dentina simultaneamente, com a intenção simplificar o procedimento técnico.<sup>18, 37</sup> De acordo com os resultados de nosso estudo, essa simplificação técnica é possível usando o ácido fosfórico a 10%, que ao ser aplicado sobre a superfície do esmalte, durante 15 segundos, propiciou um padrão morfológico de condicionamento semelhante ao padrão proporcionado pelo ácido fosfórico a 35% (figuras 9 e 11), mas com diferença estatisticamente significativa ( $P < 0,05$ ) para os valores de resistência ao cisalhamento (tabela 7 e figura 22). Na dentina, a aplicação do ácido fosfórico a 10%, removeu a "smear layer", expôs a abertura dos túbulos dentinários e, provavelmente, promoveu a desmineralização da camada intertubular e peritubular como mostra a figura 17, condições que assemelham-se aos resultados do estudo de BYOUNG<sup>9</sup>, usando esse mesmo tipo de condicionador e igual tempo de aplicação. Além disso, os valores de resistência ao cisalhamento não diferem estatisticamente ( $P > 0,05$ ) em relação àqueles apresentados pelo ácido fosfórico a 35% e ácido maleico a 10% (tabela 9 e figura 24).

A efetividade do condicionamento ácido facilitou a ação do "Primer", um agente usado para preparar a superfície dentinária para a união, cuja composição contém monômeros hidrofílicos com as funções de deslocar a água da superfície da dentina e facilitar o umedecimento e a penetração do monômero hidrofóbico (adesivo), que após ser polimerizado no interior das microporosidades dentinárias (interior do túbulo dentinário e região inter e peritubular), forma os microprolongamentos e promovem resistência de união entre a dentina e o material restaurador, conforme as afirmações de PHILLIPS<sup>25</sup>, BYOUNG<sup>9</sup> e ERICKSON<sup>13</sup>. Nos resultados apresentados na tabela 10 e figura 25, a atuação do ácido fosfórico a 35% ou a 10% sobre a superfície da dentina, durante 15 ou 60

segundos, seguido da aplicação do sistema adesivo Scotchbond Multi Uso e do compósito Z-100, resultou em valores de resistência ao cisalhamento que não apresentaram diferenças estatisticamente significantes. No entanto, o grupo que foi condicionado com ácido maleico a 10%, pelo período de 15 segundos, apresentou valor médio superior (6,00 MPa) e estatisticamente diferente ( $P < 0,05$ ) quando comparado com o resultado de 4,75 MPa obtido após 60 segundos de condicionamento. Este último resultado talvez esteja relacionado com a morfologia da superfície da dentina após o condicionamento com ácido maleico, durante 15 segundos, conforme mostra a figura 19. O fato de ter havido apenas a remoção da camada de "smear layer" e os túbulos dentinários ficarem parcialmente obstruídos, significa que a permeabilidade dentinária não foi alterada, segundo PASHLEY.<sup>22</sup>

Dessa forma, a umidade na dentina não aumentou, o que favoreceu a ação do monômero hidrofílico (HEMA) nas microporosidades da dentina, além de aumentar o contato do ácido polialcenoico com a superfície dentinária possibilitando uma interação química semelhante àquela que ocorre com o ionômero de vidro, resultando em maior resistência de união. Quando o condicionamento foi feito durante 60 segundos (figura 20), a camada de "smear layer" foi completamente removida, aumentando automaticamente a permeabilidade da dentina e, conseqüentemente, a umidade da superfície dentinária pela saída do fluido tubular, o que resultou em menor resistência de união (tabela 10). De acordo com PRATI et al.<sup>26</sup>, a utilização do Scotchbond 2, que continha no "Primer" o ácido maleico a 2,5% e HEMA, sobre a dentina com a permeabilidade alterada também produziu uma redução na resistência de união. Assim, conforme mostram a figura 25 e a tabela 10, com excessão do ácido maleico a 10% utilizado por 15 segundos, os demais tratamentos promoveram condicionamento semelhantes na superfície da dentina, com completa remoção da "smear layer" e abertura da extremidade dos túbulos dentinários e, talvez por isso, a utilização do sistema Scotchbond Multi Uso também proporcionou valores de resistência ao cisalhamento semelhantes e sem diferença estatística significativa ( $P > 0,05$ ).

De maneira geral, conforme os resultados deste estudo, ficou evidente a possibilidade de usar o ácido fosfórico simultaneamente sobre o esmalte e dentina numa concentração menor (10%), em relação àquela tradicionalmente usada (35%) e com o tempo reduzido para 15 segundos de aplicação, sem perder a qualidade no grau de condicionamento e sem reduzir a resistência de união com a resina restauradora. No entanto, com relação ao ácido maleico, recomenda-se a sua utilização sobre o esmalte somente por 60 segundos e na dentina apenas por 15 segundos, para evitar a redução na resistência à união com o substrato dentário.

## 7 - CONCLUSÃO

Com base nos resultados obtidos, podemos concluir que:

- 1 - O condicionamento promovido pelos ácidos fosfóricos a 35% e 10% produziu padrão morfológico semelhante sobre a superfície do esmalte após 15 ou 60 segundos de tratamento;
- 2 - o condicionamento com ácido maleico a 10%, durante 15 segundos, produziu sobre a superfície do esmalte uma alteração morfológica sem padrão definido. No entanto, após 60 segundos de tratamento, o padrão morfológico tornou-se semelhante àquele produzido pelos ácidos fosfóricos a 35% e 10%;
- 3 - na superfície da dentina, o condicionamento ácido durante 15 ou 60 segundos com os ácidos fosfóricos a 35% e 10%, removeu completamente a camada e "smear layer" e proporcionou a abertura das extremidades dos túbulos dentinários;
- 4 - o condicionamento com ácido maleico, durante 15 segundos, removeu a camada de "smear layer", mas deixou a extremidade dos túbulos dentinários parcialmente fechadas, enquanto que, após 60 segundos de condicionamento, a camada de "smear layer" foi completamente removida e os túbulos dentinários abertos;
- 5 - o valor médio de resistência ao cisalhamento na superfície do esmalte condicionado com ácido fosfórico a 10%, durante 15 segundos, foi estatisticamente superior ( $P < 0,05$ ) em relação ao tratamento feito com ácido fosfórico a 35% e ácido maleico a 10%;
- 6 - para o esmalte condicionado durante 60 segundos, o tratamento com ácido maleico a 10% apresentou valor médio de resistência ao cisalhamento estatisticamente superior ( $P < 0,05$ ) em relação aos valores médios obtidos após condicionamento com os ácidos fosfóricos a 10% e 35%, que foram estatisticamente diferentes entre si;
- 7 - o condicionamento com ácido maleico a 10%, durante 60 segundos, sobre a superfície do esmalte, propiciou valor de resistência ao cisalhamento estatisticamente superior ( $P < 0,05$ ) em relação ao tempo de 15 segundos;

- 8 - a média de resistência ao cisalhamento obtida sobre a superfície da dentina condicionada com ácido maleico a 10%, durante 15 segundos, foi estatisticamente superior ( $P < 0,05$ ) em relação ao tratamento efetuado com ácido fosfórico a 35%. Para o tempo de 60 segundos de condicionamento não houve diferença estatística entre os diferentes agentes ácidos;
- 9 - a média de resistência ao cisalhamento sobre a superfície da dentina obtida após o condicionamento com ácido maleico a 10% durante 15 segundos, foi estatisticamente superior ( $P < 0,05$ ) em relação ao período de 60 segundos. Entretanto, os valores obtidos após o condicionamento com os ácidos fosfóricos a 35% e a 10% não apresentaram diferença estatisticamente significante entre os tempos de tratamento.

### 8. RESUMO

O objetivo deste estudo foi avaliar a qualidade do condicionamento promovido pelos ácidos fosfórico a 35%, fosfórico a 10% e maleico a 10% sobre a superfície do esmalte e dentina, após 15 e 60 segundos de tratamento, usando microscópio eletrônico de varredura e ensaios de resistência ao cisalhamento.

Foram utilizados 78 dentes humanos constituídos por grupos caninos, 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 5mm de diâmetro na superfície do esmalte ou dentina. Após a preparação das superfícies dentárias, uma fita adesiva circular com um orifício central de 4mm de diâmetro foi aderida sobre a superfície do esmalte ou dentina, com a finalidade de delimitar a área onde se efetuará a união adesivo-material restaurador. A área delimitada para a união (esmalte ou dentina) foi tratada com um dos seguintes agentes: ácido fosfórico a 35% (3M); ácido fosfórico a 10% (Bisco); e, ácido maleico a 10% (3M), por 15 e 60 segundos, respectivamente. Em seguida, as amostras foram lavadas, secas e aplicados o Scotchbond Primer e Adesivo, conforme a indicação do fabricante, e o compósito restaurador Z 100 (3M) foi inserido através de uma matriz de aço inoxidável (4mm de diâmetro por 5mm 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 6mm/min.. As superfícies do esmalte ou dentina condicionadas dos dentes restantes foram revestidas com ouro-paládio sob alto vácuo para observação em microscopia eletrônica de varredura.

As fotomicrografias da superfície do esmalte mostraram que os ácidos fosfóricos a 35% e a 10% produziram padrões morfológicos semelhantes após 15 ou 60 segundos de condicionamento, enquanto que o tratamento com ácido maleico a 10%, por 15 segundos, produziu um aspecto topográfico superficial significativamente diferente. No entanto, após 60 segundos de condicionamento, o padrão morfológico tornou-se semelhante àquele produzido pelos ácidos fosfóricos a 35% e a 10%. O condicionamento da dentina, por 15 ou 60 segundos, com ácido fosfórico a 35% e ácido fosfórico a 10%, removeu completamente a camada de "smear layer" e proporcionou a abertura dos tubulos dentinários. No entanto a ação do ácido maleico a 10%, durante 15 segundos, removeu a camada de "smear layer",

mas deixou a abertura dos túbulos dentinários parcialmente fechada, enquanto que, após 60 segundos de condicionamento a camada de "smear layer" foi completamente removida e os túbulos dentinários abertos.

Os valores médios de resistência ao cisalhamento (MPa) na superfície do esmalte após 15 e 60 segundos de condicionamento foram 10,64 e 7,58 para o ácido fosfórico a 35%; 12,27 e 10,91 para o ácido fosfórico a 10%; e, 10,16 e 14,22 para o ácido maleico a 10%, respectivamente. Na superfície da dentina os valores médios foram 4,24 e 4,18 para o ácido fosfórico a 35%; 4,84 e 4,79 para o ácido fosfórico a 10%; e, 6,00 e 4,75 para o ácido maleico a 10%, respectivamente. A análise de variância e o teste de Tukey mostraram que a média de resistência ao cisalhamento na superfície do esmalte condicionado com ácido fosfórico a 10%, durante 15 segundos, foi significativamente superior ( $P < 0,05$ ) do que o ácido fosfórico a 35% e ácido maleico a 10%.

Para o esmalte condicionado com ácido maleico, durante 60 segundos, os valores médios foram estatisticamente superiores ( $P < 0,05$ ), em relação aos valores produzidos na superfície condicionada com os ácidos fosfóricos a 10% e a 35% que são estatisticamente diferentes entre si ( $P < 0,05$ ), em relação aos valores obtidos após 60 segundos de tratamento. Entretanto, o condicionamento efetuado com ácido maleico a 10%, durante 60 segundos, produziu valores estatisticamente superiores ( $P < 0,05$ ), em relação ao tempo de 15 segundos de tratamento.

A análise de variância e o teste de Tukey mostraram que os valores médios obtidos na superfície da dentina condicionada com ácido maleico a 10%, durante 15 segundos, foram significativamente superiores ( $P < 0,05$ ) em relação ao ácido fosfórico a 35%. Após o tratamento por 60 segundos não houve diferença estatisticamente significativa entre os diferentes tratamentos. Entretanto, a média de resistência ao cisalhamento sobre a superfície da dentina produzida pelo condicionamento com ácido maleico a 10% durante 15 segundos, foi estatisticamente superior ( $P < 0,05$ ) em relação ao tempo de 60 segundos. Os valores obtidos na superfície da dentina condicionada pelos ácidos fosfóricos a 10% e 35% não apresentaram diferença estatisticamente significativa ( $P < 0,05$ ) entre os tempos de 15 e 60 segundos.

## 9. SUMMARY

The purpose of this study was to evaluate the effects on enamel and dentin surfaces etched with 35% and 10% phosphoric acid gel, 10% maleic acid gel for 15 and 60 seconds using scanning electron microscopy and shear bond strength tests.

Seventy-eight extracted human permanent molar, premolar and canine teeth were mounted in phenolic rings with cold-cure acrylic resin and the facial surfaces were ground wet in a polishing block on a polishing machine on 180 - followed by 400 - grit silicon carbide paper. Adhesive tape with a circular hole, 4mm in diameter, was placed on the ground enamel and dentin surfaces to delineate the bonding areas which were treated with 35% phosphoric acid gel (3M), 10% phosphoric acid gel (Bisco) and 10% maleic acid gel (3M) for 15 and 60 seconds, respectively. After rinsing, Scotchbond Primer and Adhesive were applied as directed by the manufacturer, and composite (restorative Z 100, 3M) was applied in a split metal mold in three increments. Each increment was compressed firmly and exposed to visible light for 40 seconds. The specimens were stored in distilled water at 37°C for 24 hours and the shear bond strengths were determined by using an Otto Wolpert Werke universal testing machine operated at a cross-head speed of 6 mm/min. Representative specimens from each group were examined by scanning electron microscopy.

Electronmicrographs of enamel surfaces showed similar etching patterns with 35% and 10% phosphoric acid applied for either 15 or 60 seconds, but the surface topography was significantly different when etched with 10% maleic acid for 15 seconds. The surface morphology of enamel etched with phosphoric acid for 60 seconds was similar to enamel surfaces etched with 10% maleic acid. The dentin surface treated for 15 or 60 seconds with 35% and 10% phosphoric acid removed the smear layer and opened the dentinal tubules in a similar manner. However, dentin etched with 10% maleic acid for 15 seconds revealed an absence of the smear layer but the dentinal tubules were partly occluded. Dentin treated with 10% maleic acid for 60 seconds removed the smear layer and exposed the dentinal tubules.

Mean enamel bond strengths (MPa) after treatment for 15 and 60 seconds were 10.64 and 7.58 for 35% phosphoric acid, 12.27 and 10.91 for 10% phosphoric acid ; 10.16 and 14.22 for 10% maleic acid, respectively. The mean bond strengths to dentin were 4.24 and 4.8 for 35% phosphoric acid; 4.84 and 4.79 for 10% phosphoric acid ; 6.00 and 4.75 for 10% maleic acid, respectively. ANOVA and Tukey's test showed that the mean enamel bond strength to surfaces etched with 10% phosphoric acid for 15 seconds were significantly higher ( $P<0.05$ ) than to surfaces etched with 35% phosphoric acid and 10% maleic acid for 15

seconds. The bond strength to enamel with phosphoric acid etched for 60 seconds was significantly lower than to surfaces etched with 10% maleic acid ( $P < 0.05$ ). The bond strengths to enamel etched with 10% and 35% phosphoric acid for 60 seconds were statistically different ( $P < 0.05$ ) while treatment with 10% and 35% phosphoric acid for 15 seconds resulted in significantly higher bond strength when etched for 60 seconds ( $P < 0.05$ ). The bond strength to surfaces etched with 10% maleic acid for 60 seconds was significantly higher ( $P < 0.05$ ) than when etched for 15 seconds. The mean dentin bond strengths at 10% maleic acid after etched for 15 seconds was significantly higher ( $P < 0.05$ ) than the 35% phosphoric acid for 60 seconds. After treatment for 60 seconds no difference ( $P > 0.05$ ) was found for shear bond strength. However, the average value of shear bond strength for dentin in the etched group with 10% maleic acid, for 15 seconds, was significantly higher ( $P < 0.05$ ) than the etched group for 60 seconds. No statistical difference was found for 10% and 35% phosphoric acid between 15 and 60 seconds of etching.

## 10. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS \*

01. BARKMEIER, W.W., COOLEY, R.L. Laboratory evaluation of adhesive systems. **Operative Dent.**, Seattle, suppl. 5, p. 50 - 61, July, 1992.
02. \_\_\_\_\_, SHAFFER, S.E., GWINNETT, A.J. Effects of 15 vs 60 second enamel acid conditioning on adhesion and morphology. **Operative Dent.**, Seattle, v. 11, p. 111-116, Summer, 1986.
03. BECK, M.D., SWIFT Jr, E.J., DENEHY, G.E. Use of phosphoric acid etchants with scotchbond multi-purpose. **J. dent. Res.** Washington, v.72, p. 133, Mar. 1993. [abstract 240].
04. BERTOLOTTI, R.L. Conditioning of the dentin substrate. **Operative Dent.**, Seattle, suppl. 5, p. 131- 136, July, 1992.
05. BRANNSTRON, M. The cause of postrestorative sensitivity and its prevention. **J. Endodont.**, Baltimore, v.12, n.10, p.475-481, Oct. 1986.
06. \_\_\_\_\_, NYBORG, H. Pulpal reactions to composite resin restoration. **J. prosth. Dent.**, St. Louis, v.27, n.2, p.181-189, Feb. 1972.
07. BRAUER, G.M., TERMINI, D.J. Bonding of bovine enamel to restorative resin: effect of pretreatment of enamel. **J. dent. Res.**, Washington, v.51, n.1, p.151-160, Jan./Feb. 1972.
08. BUONONOCORE, M.G. A simple method for increasing the adhesion of acrylic filling materials to enamel surfaces. **J. dent. Res.**, Washington, v.34, n.6, p.849-853, Dec. 1955.

---

\* De acordo com a NBR 6023 de Agosto/1989, da Associação Brasileira de Normas Técnicas. Abreviaturas de Periódicos "World Medicas Periodicals".

09. BYONG, I.S. All-bond - fourth generation dentin bonding system. *J. Esthet. Dent., Ontario*, v.3, n.4, p.139-147, July/Aug. 1991.
10. CHOW, L.C., BROWN, W.E. Phosphoric and conditioning of teeth of pit and fissure sealants. *J. dent. Res.*, Washington, v.52, n.5, p.1158, Sept./Oct. 1973.
11. CLOE, B.C., SWIFT Jr, E.J. Shear bond strengths of new enamel etchants. *J. dent. Res.*, Washington, v.72, p.388, Mar. 1993. [abstract 2277].
12. COX, C.F., KEALL, C.L. KEAL H.J. et al. Biocompatibility of surface-sealed dental materials against exposed pulps. *J. prosth. Dent.*, St. Louis, v.57, n.1, p.1-8, Jan. 1987.
13. ERICKSON, R.L. Surface interactions of dentin adhesive materials. *Operative Dent.*, Seattle, suppl.5, p.81-94, July, 1992.
14. FUSAYAMA, T., et al. Non- pressure adhesion of a new adhesive restorative resin. *J. dent. Res.*, Washington, v.58, n.4, p.1364-1370, Apr. 1979.
15. GLASSPOOLE, E.A., ERICKSON, R. Effect of acid etching and rinsing times on composite to enamel bond strength. *J. dent. Res.*, Washington, v.65, p.285, Mar. 1986. [abstract 1046].
16. GOTTLIEB, E.W., RETIEF, D.H., JAMISON, H.C. An optimal concentration of phosphoric acid as an etching agent. Part I. Tensile bond strength studies. *J. prosth. Dent.*, St. Louis, v.48, n.1, p.48-51, July, 1982.
17. KANCA, J. An alternative hypothesis to the cause of pulpal inflammation in teeth treated with phosphoric acid on the dentin. *Quintess int.*, Berlin, v.21, n.2, p.83-86, Feb. 1990.
18. \_\_\_\_\_, J. Dental adhesion and the All-bond system *J. Esthet. Dent.*, Ontario, v.3, n.4, p.129-132, July/Aug. 1991.

19. KUGEL, G., HABIB, C., ZAMMITTI, S. Enamel and dentin surfaces after treatment with adhesion conditioners using the environmental scanning electron microscope. **J. dent. Res.**, Washington, v.72, p.386, Mar. 1993. [abstract 2260].
20. MJOR, I.A., FEJERSKOV, O. **Embriologia e histologia oral humana**. São Paulo: Panamericana, 1990. p.50-129.
21. OHSAWA, T. Studies on solubility and adhesion of the enamel in pre-treatment for caries preventive sealing. **Bull. Tokyo dent. Coll.**, Tokyo, v.13, n.1, p.65-82, Feb. 1972.
22. PASHLEY, D.H. Dentin - predentin complex and its permeability: physiologic overview. **J. dent. Res.**, Washington, v.64, p.613-620, Apr. 1985.
23. \_\_\_\_\_, HORNER, J.A., BREWER, P.D. Interactions of conditioners on the dentin surface. **Operative Dent.**, Seattle, suppl.5, p.137-150, July, 1992.
24. \_\_\_\_\_, MICHELICH, V., KIEHL, T. Dentin permeability: effects of smear layer removal. **J. prosth. Dent.**, St. Louis, v.46, n.5, p.53-537, Nov. 1981.
25. PHILLIPS, R.W. **Skinner's science of dental materials**. 9 ed. Philadelphia: W.B. Saunders, 1991. p.215-248.
26. PRATI, C., PASHLEY, D.H., MONTANARI, G. Hydrostatic intrapulpal pressure and bond strength of bonding systems. **Dent. Mater.**, v.7, p.54-58, Jan. 1991.
27. RETIEF, D.H., AUSTIN, J.C., FATTI, L.P. Pulpal response to phosphoric acid. **J. oral Path.**, Copenhagen, v.3, n.3, p.114-122, Mar. 1974.
28. \_\_\_\_\_, GROSS, J.D., BRADLEY, E.L., et al. Tensile bond strengths of dentin bonding agents to dentin. **Dent. Mater.**, v.2, p.72-77, 1986.

29. RETIEF, D.H., HARRIS, B.E., BRADLEY, E.L., et al. Pyruvic acid as an etching agent in clinical dentistry. **J. Biomed. Mater. Res.**, v.19, p.335-348, 1985.
30. \_\_\_\_\_, MANDRAS, R.S., RUSSELL, C.M., et al. Phosphoric acid as a dentin etchant. **Am. J. Dent.**, San Antonio, v.5, n.1, p.24-28, Feb. 1992.
31. \_\_\_\_\_, WOODS, E., JAMISON, H.C. Effect of cavosurface treatment on marginal leakage in class V composite resin restorations. **J. prosth. Dent.**, St. Louis, v.47, n.5, p.496-505, May, 1982.
32. RIDER, M., TANNER, A.M., KENNEY, B. Investigation of adhesive properties of dental composite materials using an improved tensile test procedure and scanning electron microscopy. **J. dent. Res.**, Washington, v.56, n.4, p.368-378, Apr. 1977.
33. SILVERSTONE, L.M. Fissure sealants. Laboratory studies. **Caries Res.**, Basel, v.8, n.1, p.2-26, 1974.
34. \_\_\_\_\_, SAXTON, C.A., DOGON, I.L., et al. Variation in the pattern of acid etching of human dental enamel examined by scanning electron microscopy. **Caries Res.**, Basel, v.9, n.5, p.373-387, 1975.
35. SOLOMON, A., BEECH, D.R. Bond strengths of composites to dentine using primers. **J. dent. Res.**, Washington, v.62, p. 677, Apr. 1983. [abstract 253].
36. STANLEY, H.R., GOING, R.E., CHAUNCEY, H.H. Human pulp response to acid pretreatment of dentin and to composite restoration. **J. Am. dent. Ass.**, Chicago, v.91, n.14, p.817-825, Oct. 1975.
37. TECHNICAL product profile: scotchbond multi-purpose dental adhesive system. s.n.t. 22 p.
38. TORNEY, D.L. The retentive ability of acid - etched dentin. **J. prosth. Dent.**, St. Louis, v.39, n.2, p.169-172, Feb. 1978.

39. TRIOLO, P., MUDGIL, A., LEVINE, A. A comparison of bond strengths of Scotchbond Multi-Purpose with alternative etchants. *J. dent. Res.*, Washington, v.72, p.134, Mar. 1993. [abstract 242].
  
40. TYAS, M.J., BEECH, D.R. Clinical performance of three restorative materials for non-undercut cervical abrasion lesions. *Aust. dent. J.*, St. Leonards, v.30, n.4, p.260-264, Aug. 1985.
  
41. WENDT, S., LEINFELDER, K. Clinical evaluation of a composite resin/bonding system. *J. dent. Res.*, Washington, v.68, p.233, Mar. 1989. [abstract 417].

## 11 - APÊNDICE

**Tabela 3 - Valores individuais e médias da resistência ao cisalhamento após 15 e 60 segundos de condicionamento ácido sobre a superfície do esmalte dental (MPa).**

Ácido	Tempo de condicionamento (seg)			
	15	Média	60	Média
<b>Fosfórico 35%</b>	11,76		6,66	
	11,52		7,52	
	8,85	10,64	9,48	7,58
	9,17		7,99	
	11,91		6,27	
<b>Fosfórico 10%</b>	13,17		10,19	
	11,36		12,30	
	13,72	12,27	9,64	10,91
	11,76		11,36	
	11,36		11,05	
<b>maleico 10%</b>	9,56		15,44	
	11,52		13,79	
	11,44	10,16	12,30	14,22
	8,93		14,58	
	9,32		14,97	

**Tabela 4 - Valores individuais e médias da resistência ao cisalhamento após 15 e 60 segundos de condicionamento ácido sobre a superfície da dentina (MPa).**

Ácido	Tempo de condicionamento (seg)			
	15	Média	60	Média
Fosfórico 35%	4,15		4,07	
	4,70		4,46	
	3,99	2,24	3,92	4,18
	4,46		4,70	
	3,92		3,76	
Fosfórico 10%	4,70		4,78	
	4,46		3,92	
	5,56	4,84	5,25	4,79
	4,86		4,54	
	4,62		5,48	
maleico 10%	5,88		4,70	
	6,66		4,78	
	6,66	6,00	4,54	4,75
	5,56		5,25	
	5,25		4,46	

**Tabela 5 - Análise de variância para os valores de resistência ao cisalhamento obtidos na união das superfícies do esmalte e dentina com o sistema restaurador, após o condicionamento ácido em diferentes tempos de aplicação.**

Causas da variação	G.L.	S.Q.	Q.M.	Valor F	Prob.>F
Substrato (Sub)	1	569,5982384	569,5982384	653,1805	0,00001
Ácido (Ác.)	2	47,9082707	23,9541354	24,4691	0,00001
Tempo	1	1,2396935	1,2396935	1,4216	0,23727
Sub. x Ácido	2	11,9530803	5,9765402	6,8535	0,00276
Sub. x Tempo	1	0,4194696	0,4194696	0,4810	0,50176
Ác. x Tempo	2	23,2672679	11,6336339	13,3407	0,00010
Sub.xÁc.xTempo	2	48,2791315	24,1395657	27,6818	0,00001
Resíduo	48	41,8578281	0,8720381		
Total	59	744,5229799			

Média geral = 7,887040

Coefficiente de variação = 11,840%

\*\*\*\*\*  
 \* SANEST - SISTEMA DE ANALISE ESTATISTICA \*  
 \* Autores: Elio Paulo Zonta - Amauri Almeida Machado \*  
 \* Instituto Agronomico de Campinas - I A C \*  
 \* ANALISE DA VARIAVEL - ARQUIVO: DEGOES \*  
 \*\*\*\*\*

TITULO DO PROJETO:

RESPONSAVEL:

DELINEAMENTO EXPERIMENTAL:

OBSERVACOES NAO TRANSFORMADAS

NOME DOS FATORES

FATOR	NOME
A	SUBSTRAT
B	ACIDO
C	TEMPO

QUADRO DA ANALISE DE VARIANCIA

CAUSAS DA VARIACAO	G.L.	S.Q.	Q.M.	VALOR F	PROB.>F
SUBSTRAT	1	569.5982384	569.5982384	653.1805	0.00001
ACIDO	2	47.9082707	23.9541354	27.4691	0.00001
TEMPO	1	1.2396935	1.2396935	1.4216	0.23727
SUB*ACI	2	11.9530803	5.9765402	6.8535	0.00276
SUB*TEM	1	0.4194696	0.4194696	0.4810	0.50176
ACI*TEM	2	23.2672679	11.6336339	13.3407	0.00010
SUB*ACI*TEM	2	48.2791315	24.1395657	27.6818	0.00001
RESIDUO	48	41.8578281	0.8720381		
TOTAL	59	744.5229799			

MEDIA GERAL = 7.887040

COEFICIENTE DE VARIACAO = 11.840 %

TESTE DE TUKEY PARA MEDIAS DE SUBSTRAT

NUM.ORDEM	NUM.TRAT.	NOME	NUM.REPET.	MEDIAS	MEDIAS ORIGINAIS	5%	1%
1	1	ESMALTE	30	10.968160	10.968160	a	A
2	2	DENTINA	30	4.805920	4.805920	b	B

MEDIAS SEGUIDAS POR LETRAS DISTINTAS DIFEREM ENTRE SI AO NIVEL DE SIGNIFICANCIA INDICADO  
 D.M.S. 5% = 0.48556 - D.M.S. 1% = 0.64719

TESTE DE TUKEY PARA MEDIAS DE SUBSTRAT  
 DENTRO DE NIVEL DO FATOR ACIDO

NUM.ORDEM	NUM.TRAT.	NOME	NUM.REPET.	MEDIAS	MEDIAS ORIGINAIS	5%	1%
1	1	ESMALTE	10	12.191200	12.191200	a	A
2	2	DENTINA	10	5.378240	5.378240	b	B

TESTE DE TUKEY PARA MEDIAS DE SUBSTRAT  
DENTRO DE FOSF.10% DO FATOR ACIDO

NUM.ORDEM	NUM.TRAT.	NOME	NUM.REPET.	MEDIAS	MEDIAS ORIGINAIS	5%	1%
1	1	ESMALTE	10	11.595361	11.595361	a	A
2	2	DENTINA	10	4.821600	4.821600	b	B

TESTE DE TUKEY PARA MEDIAS DE SUBSTRAT  
DENTRO DE FOSF.35% DO FATOR ACIDO

NUM.ORDEM	NUM.TRAT.	NOME	NUM.REPET.	MEDIAS	MEDIAS ORIGINAIS	5%	1%
1	1	ESMALTE	10	9.117920	9.117920	a	A
2	2	DENTINA	10	4.217920	4.217920	b	B

MEDIAS SEGUIDAS POR LETRAS DISTINTAS DIFEREM ENTRE SI AO NIVEL DE SIGNIFICANCIA INDICADO  
D.M.S. 5% = 0.84102 - D.M.S. 1% = 1.12097

TESTE DE TUKEY PARA MEDIAS DE SUBSTRAT  
DENTRO DE 15 SEG. DO FATOR TEMPO

NUM.ORDEM	NUM.TRAT.	NOME	NUM.REPET.	MEDIAS	MEDIAS ORIGINAIS	5%	1%
1	1	ESMALTE	15	11.028267	11.028267	a	A
2	2	DENTINA	15	5.033280	5.033280	b	B

TESTE DE TUKEY PARA MEDIAS DE SUBSTRAT  
DENTRO DE 60 SEG. DO FATOR TEMPO

NUM.ORDEM	NUM.TRAT.	NOME	NUM.REPET.	MEDIAS	MEDIAS ORIGINAIS	5%	1%
1	1	ESMALTE	15	10.908054	10.908054	a	A
2	2	DENTINA	15	4.578560	4.578560	b	B

MEDIAS SEGUIDAS POR LETRAS DISTINTAS DIFEREM ENTRE SI AO NIVEL DE SIGNIFICANCIA INDICADO  
D.M.S. 5% = 0.68669 - D.M.S. 1% = 0.91527

TESTE DE TUKEY PARA MEDIAS DE SUBSTRAT  
DENTRO DE MALEICO DO FATOR ACIDO E 15 SEG. DO FATOR TEMPO

NUM.ORDEM	NUM.TRAT.	NOME	NUM.REPET.	MEDIAS	MEDIAS ORIGINAIS	5%	1%
1	1	ESMALTE	5	10.160640	10.160640	a	A
2	2	DENTINA	5	6.005440	6.005440	b	B

TESTE DE TUKEY PARA MEDIAS DE SUBSTRAT  
DENTRO DE MALEICO DO FATOR ACIDO E 60 SEG. DO FATOR TEMPO

NUM.ORDEM	NUM.TRAT.	NOME	NUM.REPET.	MEDIAS	MEDIAS ORIGINAIS	5%	1%
1	1	ESMALTE	5	14.221761	14.221761	a	A
2	2	DENTINA	5	4.751040	4.751040	b	B

TESTE DE TUKEY PARA MEDIAS DE SUBSTRAT  
DENTRO DE FOSF.10% DO FATOR ACIDO E 15 SEG. DO FATOR TEMPO

NUM.ORDEN	NUM.TRAT.	NOME	NUM.REPET.	MEDIAS	MEDIAS ORIGINAIS	5%	1%
1	1	ESMALTE	5	12.277441	12.277441	a	A
2	2	DENTINA	5	4.845120	4.845120	b	B

TESTE DE TUKEY PARA MEDIAS DE SUBSTRAT  
DENTRO DE FOSF.10% DO FATOR ACIDO E 60 SEG. DO FATOR TEMPO

NUM.ORDEN	NUM.TRAT.	NOME	NUM.REPET.	MEDIAS	MEDIAS ORIGINAIS	5%	1%
1	1	ESMALTE	5	10.913280	10.913280	a	A
2	2	DENTINA	5	4.798080	4.798080	b	B

TESTE DE TUKEY PARA MEDIAS DE SUBSTRAT  
DENTRO DE FOSF.35% DO FATOR ACIDO E 15 SEG. DO FATOR TEMPO

NUM.ORDEN	NUM.TRAT.	NOME	NUM.REPET.	MEDIAS	MEDIAS ORIGINAIS	5%	1%
1	1	ESMALTE	5	10.646721	10.646721	a	A
2	2	DENTINA	5	4.249280	4.249280	b	B

TESTE DE TUKEY PARA MEDIAS DE SUBSTRAT  
DENTRO DE FOSF.35% DO FATOR ACIDO E 60 SEG. DO FATOR TEMPO

NUM.ORDEN	NUM.TRAT.	NOME	NUM.REPET.	MEDIAS	MEDIAS ORIGINAIS	5%	1%
1	1	ESMALTE	5	7.589120	7.589120	a	A
2	2	DENTINA	5	4.186560	4.186560	b	B

MEDIAS SEGUIDAS POR LETRAS DISTINTAS DIFEREM ENTRE SI AO NIVEL DE SIGNIFICANCIA INDICADO  
D.M.S. 5% = 1.18939 - D.M.S. 1% = 1.58529

TESTE DE TUKEY PARA MEDIAS DE ACIDO

NUM.ORDEN	NUM.TRAT.	NOME	NUM.REPET.	MEDIAS	MEDIAS ORIGINAIS	5%	1%
1	1	MALEICO	20	8.784720	8.784720	a	A
2	2	FOSF.10%	20	8.208480	8.208480	a	A
3	3	FOSF.35%	20	6.667920	6.667920	b	B

MEDIAS SEGUIDAS POR LETRAS DISTINTAS DIFEREM ENTRE SI AO NIVEL DE SIGNIFICANCIA INDICADO  
D.M.S. 5% = 0.71497 - D.M.S. 1% = 0.90499

TESTE DE TUKEY PARA MEDIAS DE ACIDO  
DENTRO DE ESMALTE DO FATOR SUBSTRAT

NUM.ORDEN	NUM.TRAT.	NOME	NUM.REPET.	MEDIAS	MEDIAS ORIGINAIS	5%	1%
1	1	MALEICO	10	12.191200	12.191200	a	A
2	2	FOSF.10%	10	11.595361	11.595361	a	A
3	3	FOSF.35%	10	9.117920	9.117920	b	B

TESTE DE TUKEY PARA MEDIAS DE ACIDO  
DENTRO DE DENTINA DO FATOR SUBSTRAT

NUM.ORDEN	NUM.TRAT.	NOME	NUM.REPET.	MEDIAS	MEDIAS ORIGINAIS	5%	1%
1	1	MALEICO	10	5.378240	5.378240	a	A
2	2	FOSF.10%	10	4.821600	4.821600	ab	A

3 3 FOSF.35% 10 4.217920 4.217920 b A

MEDIAS SEGUIDAS POR LETRAS DISTINTAS DIFEREM ENTRE SI AO NIVEL DE SIGNIFICANCIA INDICADO  
 D.M.S. 5% = 1.01112 - D.M.S. 1% = 1.27984

TESTE DE TUKEY PARA MEDIAS DE ACIDO  
 DENTRO DE 15 SEG. DO FATOR TEMPO

NUM.ORDEN	NUM.TRAT.	NOME	NUM.REPET.	MEDIAS	MEDIAS ORIGINAIS	5%	1%
1	2	FOSF.10%	10	8.561280	8.561280	a	A
2	1	MALEICO	10	8.083040	8.083040	ab	A
3	3	FOSF.35%	10	7.448000	7.448000	b	A

TESTE DE TUKEY PARA MEDIAS DE ACIDO  
 DENTRO DE 60 SEG. DO FATOR TEMPO

NUM.ORDEN	NUM.TRAT.	NOME	NUM.REPET.	MEDIAS	MEDIAS ORIGINAIS	5%	1%
1	1	MALEICO	10	9.486400	9.486400	a	A
2	2	FOSF.10%	10	7.855680	7.855680	b	B
3	3	FOSF.35%	10	5.887840	5.887840	c	C

MEDIAS SEGUIDAS POR LETRAS DISTINTAS DIFEREM ENTRE SI AO NIVEL DE SIGNIFICANCIA INDICADO  
 D.M.S. 5% = 1.01112 - D.M.S. 1% = 1.27984

TESTE DE TUKEY PARA MEDIAS DE ACIDO  
 DENTRO DE ESMALTE DO FATOR SUBSTRAT E 15 SEG. DO FATOR TEMPO

NUM.ORDEN	NUM.TRAT.	NOME	NUM.REPET.	MEDIAS	MEDIAS ORIGINAIS	5%	1%
1	2	FOSF.10%	5	12.277441	12.277441	a	A
2	3	FOSF.35%	5	10.646721	10.646721	b	AB
3	1	MALEICO	5	10.160640	10.160640	b	B

TESTE DE TUKEY PARA MEDIAS DE ACIDO  
 DENTRO DE ESMALTE DO FATOR SUBSTRAT E 60 SEG. DO FATOR TEMPO

NUM.ORDEN	NUM.TRAT.	NOME	NUM.REPET.	MEDIAS	MEDIAS ORIGINAIS	5%	1%
1	1	MALEICO	5	14.221761	14.221761	a	A
2	2	FOSF.10%	5	10.913280	10.913280	b	B
3	3	FOSF.35%	5	7.589120	7.589120	c	C

TESTE DE TUKEY PARA MEDIAS DE ACIDO  
 DENTRO DE DENTINA DO FATOR SUBSTRAT E 15 SEG. DO FATOR TEMPO

NUM.ORDEN	NUM.TRAT.	NOME	NUM.REPET.	MEDIAS	MEDIAS ORIGINAIS	5%	1%
1	1	MALEICO	5	6.005440	6.005440	a	A
2	2	FOSF.10%	5	4.845120	4.845120	ab	A
3	3	FOSF.35%	5	4.249280	4.249280	b	A

TESTE DE TUKEY PARA MEDIAS DE ACIDO  
 DENTRO DE DENTINA DO FATOR SUBSTRAT E 60 SEG. DO FATOR TEMPO

NUM.ORDEN	NUM.TRAT.	NOME	NUM.REPET.	MEDIAS	MEDIAS ORIGINAIS	5%	1%
1	2	FOSF.10%	5	4.798080	4.798080	a	A

2	1	MALEICO	5	4.751040	4.751040	a	A
3	3	FOSF.35%	5	4.186560	4.186560	a	A

MEDIAS SEGUIDAS POR LETRAS DISTINTAS DIFEREM ENTRE SI AO NIVEL DE SIGNIFICANCIA INDICADO  
D.M.S. 5% = 1.42994 - D.M.S. 1% = 1.80997

TESTE DE TUKEY PARA MEDIAS DE TEMPO

NUM.ORDEN	NUM.TRAT.	NOME	NUM.REPET.	MEDIAS	MEDIAS ORIGINAIS	5%	1%
1	1	15 SEG.	30	8.030774	8.030774	a	A
2	2	60 SEG.	30	7.743307	7.743307	a	A

MEDIAS SEGUIDAS POR LETRAS DISTINTAS DIFEREM ENTRE SI AO NIVEL DE SIGNIFICANCIA INDICADO  
D.M.S. 5% = 0.48556 - D.M.S. 1% = 0.64719

TESTE DE TUKEY PARA MEDIAS DE TEMPO  
DENTRO DE ESMALTE DO FATOR SUBSTRAT

NUM.ORDEN	NUM.TRAT.	NOME	NUM.REPET.	MEDIAS	MEDIAS ORIGINAIS	5%	1%
1	1	15 SEG.	15	11.028267	11.028267	a	A
2	2	60 SEG.	15	10.908054	10.908054	a	A

TESTE DE TUKEY PARA MEDIAS DE TEMPO  
DENTRO DE DENTINA DO FATOR SUBSTRAT

NUM.ORDEN	NUM.TRAT.	NOME	NUM.REPET.	MEDIAS	MEDIAS ORIGINAIS	5%	1%
1	1	15 SEG.	15	5.033280	5.033280	a	A
2	2	60 SEG.	15	4.578560	4.578560	a	A

MEDIAS SEGUIDAS POR LETRAS DISTINTAS DIFEREM ENTRE SI AO NIVEL DE SIGNIFICANCIA INDICADO  
D.M.S. 5% = 0.68669 - D.M.S. 1% = 0.91527

TESTE DE TUKEY PARA MEDIAS DE TEMPO  
DENTRO DE MALEICO DO FATOR ACIDO

NUM.ORDEN	NUM.TRAT.	NOME	NUM.REPET.	MEDIAS	MEDIAS ORIGINAIS	5%	1%
1	2	60 SEG.	10	9.486400	9.486400	a	A
2	1	15 SEG.	10	8.083040	8.083040	b	B

TESTE DE TUKEY PARA MEDIAS DE TEMPO  
DENTRO DE FOSF.10% DO FATOR ACIDO

NUM.ORDEN	NUM.TRAT.	NOME	NUM.REPET.	MEDIAS	MEDIAS ORIGINAIS	5%	1%
1	1	15 SEG.	10	8.561280	8.561280	a	A
2	2	60 SEG.	10	7.855680	7.855680	a	A

TESTE DE TUKEY PARA MEDIAS DE TEMPO  
DENTRO DE FOSF.35% DO FATOR ACIDO

NUM.ORDEN	NUM.TRAT.	NOME	NUM.REPET.	MEDIAS	MEDIAS ORIGINAIS	5%	1%
1	1	15 SEG.	10	7.448000	7.448000	a	A
2	2	60 SEG.	10	5.887840	5.887840	b	B

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

D.M.S. 5% = 0.84102 - D.M.S. 1% = 1.12097

TESTE DE TUKEY PARA MEDIAS DE TEMPO  
DENTRO DE ESMALTE DO FATOR SUBSTRAT E MALEICO DO FATOR ACIDO

NUM.ORDEN	NUM.TRAT.	NOME	NUM.REPET.	MEDIAS	MEDIAS ORIGINAIS	5%	1%
1	2	60 SEG.	5	14.221761	14.221761	a	A
2	1	15 SEG.	5	10.160640	10.160640	b	B

TESTE DE TUKEY PARA MEDIAS DE TEMPO  
DENTRO DE ESMALTE DO FATOR SUBSTRAT E FOSF.10% DO FATOR ACIDO

NUM.ORDEN	NUM.TRAT.	NOME	NUM.REPET.	MEDIAS	MEDIAS ORIGINAIS	5%	1%
1	1	15 SEG.	5	12.277441	12.277441	a	A
2	2	60 SEG.	5	10.913280	10.913280	b	A

TESTE DE TUKEY PARA MEDIAS DE TEMPO  
DENTRO DE ESMALTE DO FATOR SUBSTRAT E FOSF.35% DO FATOR ACIDO

NUM.ORDEN	NUM.TRAT.	NOME	NUM.REPET.	MEDIAS	MEDIAS ORIGINAIS	5%	1%
1	1	15 SEG.	5	10.646721	10.646721	a	A
2	2	60 SEG.	5	7.589120	7.589120	b	B

TESTE DE TUKEY PARA MEDIAS DE TEMPO  
DENTRO DE DENTINA DO FATOR SUBSTRAT E MALEICO DO FATOR ACIDO

NUM.ORDEN	NUM.TRAT.	NOME	NUM.REPET.	MEDIAS	MEDIAS ORIGINAIS	5%	1%
1	1	15 SEG.	5	6.005440	6.005440	a	A
2	2	60 SEG.	5	4.751040	4.751040	b	A

TESTE DE TUKEY PARA MEDIAS DE TEMPO  
DENTRO DE DENTINA DO FATOR SUBSTRAT E FOSF.10% DO FATOR ACIDO

NUM.ORDEN	NUM.TRAT.	NOME	NUM.REPET.	MEDIAS	MEDIAS ORIGINAIS	5%	1%
1	1	15 SEG.	5	4.845120	4.845120	a	A
2	2	60 SEG.	5	4.798080	4.798080	a	A

TESTE DE TUKEY PARA MEDIAS DE TEMPO  
DENTRO DE DENTINA DO FATOR SUBSTRAT E FOSF.35% DO FATOR ACIDO

NUM.ORDEN	NUM.TRAT.	NOME	NUM.REPET.	MEDIAS	MEDIAS ORIGINAIS	5%	1%
1	1	15 SEG.	5	4.249280	4.249280	a	A
2	2	60 SEG.	5	4.186560	4.186560	a	A

MEDIAS SEGUIDAS POR LETRAS DISTINTAS DIFEREM ENTRE SI AO NIVEL DE SIGNIFICANCIA INDICADO  
D.M.S. 5% = 1.18939 - D.M.S. 1% = 1.58529