



UNIVERSIDADE ESTADUAL PAULISTA
“JÚLIO DE MESQUITA FILHO”
Campus de São José dos Campos
Instituto de Ciência e Tecnologia

ANA JÚLIA FARIAS DE LACERDA

**AVALIAÇÃO DA RESISTÊNCIA DE UNIÃO DA RESINA
COMPOSTA AO ESMALTE DESMINERALIZADO
SUBMETIDO À REMINERALIZAÇÃO OU INFILTRAÇÃO
RESINOSA DE LESÃO DE CÁRIE**

2015

ANA JÚLIA FARIAS DE LACERDA

**AVALIAÇÃO DA RESISTÊNCIA DE UNIÃO DA RESINA COMPOSTA
AO ESMALTE DESMINERALIZADO SUBMETIDO À
REMINERALIZAÇÃO OU INFILTRAÇÃO RESINOSA DE LESÃO DE
CÁRIE**

Dissertação apresentada ao curso de Odontologia do Instituto de Ciência e Tecnologia, UNESP - Univ Estadual Paulista, Campus de São José dos Campos, como parte dos requisitos para a obtenção do título de MESTRE, pelo Programa de Pós-Graduação em ODONTOLOGIA RESTAURADORA, Especialidade em Dentística.

Orientador: Prof. Dr. César Rogério Pucci

São José dos Campos

2015

BANCA EXAMINADORA

Prof. Dr. César Rogério Pucci (Orientador)

Instituto de Ciência e Tecnologia
UNESP – Univ Estadual Paulista
Campus de São José dos Campos

Prof. Tit. Camillo Anauate Netto

Faculdade de Odontologia
Universidade Anhanguera
Campus de São Paulo

Prof. Adj. Carlos Rocha Gomes Torres

Instituto de Ciência e Tecnologia
UNESP – Univ Estadual Paulista
Campus de São José dos Campos

São José dos Campos, 30 de janeiro de 2015.

DEDICATÓRIA

Ao meus pai, **Marcos**, minha referência e inspiração de pessoa, chefe de família, Homem, profissional, cirurgião-dentista e professor. Sua dedicação e amor incondicional por mim e pelas minhas irmãs nos dá força para conquistar tudo o que desejamos. Não há palavras suficientes para agradecer-lhe por tudo que fez, faz e ainda fará por mim e pela nossa família.

À minha mãe, **Valéria**, que, apesar de todas as dificuldades, sempre vibrou com as minhas vitórias desde o momento da aprovação no vestibular até agora. Tenho certeza de seu orgulho pela minha escolha em seguir a mesma profissão dela e do meu pai.

Ao meu noivo, **Gabriel** por ser tão importante na minha vida. Sempre ao meu lado, me incentivando e me fazendo acreditar que posso mais do que imagino. Devido a seu companheirismo, amizade, paciência, compreensão, apoio, alegria e amor, este trabalho pôde ser concretizado. Obrigada por ter feito do meu sonho o nosso sonho.

Às minhas irmãs, **Ana Luíza e Ana Elisa**, pelo companheirismo, carinho e alegria mesmo nos momentos mais difíceis e estressantes. É de vocês a maior parte do meu coração.

Às minhas amigas, **Mirella e Ana Carolina** pelo carinho e apoio incondicional, sem o qual não seria possível superar mais esta etapa da minha vida. Com vocês aprendi o que é ter amigas de verdade. Amo vocês!

Aos meus amigos, **Eduardo, Fernanda, Lucas e Giulia**, meu agradecimento especial, pois sempre se orgulharam de mim e confiaram em meu trabalho. Obrigada pela amizade!

Aos meus futuros sogros, **Sonia e Orlando**, pelos conselhos, carinho e todo o apoio que vocês me proporcionaram.

As minhas amigas da pós-graduação, pelos momentos divididos juntas, especialmente à **Daniele, Rayssa, Lucélia e Laura**, verdadeiras amigas que dividiram o peso do trabalho e a alegria das conquistas. Aos poucos nos tornamos mais que amigas, quase irmãs. Obrigada por sempre me ouvirem, me aceitarem com minha bipolaridade matinal e me amarem mesmo com meu excesso de sinceridade. Foi bom poder contar com vocês!

AGRADECIMENTOS

À **Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho”**, na pessoa do diretor do Instituto de Ciência e Tecnologia de São José dos Campos, **Prof. Dr. Carlos Augusto Pavanelli**, e do vice-diretor **Prof. Dr. Estevão Tomomitsu Kimpara**.

Ao Programa de Pós-graduação em Odontologia Restauradora, na pessoa do coordenador da área de dentística **Prof. Adj. Sérgio Eduardo de Paiva Gonçalves**.

Ao **Prof César Rogério Pucci**, é claro, que acreditou em meu potencial, desde a graduação, de uma forma a que eu não acreditava ser capaz de corresponder. Fez-me enxergar que existe mais que apenas pesquisadores e resultados por trás de uma dissertação, existem vidas humanas. Você não foi somente um orientador, mas, em muitos momentos, um amigo. Obrigada por esses anos de troca de conhecimento, dedicação, paciência e muito crescimento.

Ao **Prof. Carlos Rocha Gomes Torres** e à **Profa. Alessandra Buhler Borges**, sempre disponíveis e dispostas a ajudar, querendo que eu aproveitasse cada segundo dentro do mestrado para absorver algum tipo de conhecimento. Vocês foram e são referências profissionais e pessoais para meu crescimento. Obrigada por estarem a meu lado e acreditarem tanto em mim!

Às queridas técnicas do departamento de odontologia restauradora, **Josiane e Fernanda**, pela disponibilidade, simpatia e gentileza. Obrigada por toda ajuda e agradável companhia!

Agradeço, também, à **FAPESP** por acreditar no meu trabalho e pelo apoio financeiro.

Finalmente, gostaria de agradecer ao **Instituto de Ciência e Tecnologia de São José dos Campos**, da qual tenho tanto orgulho em ser aluna, por abrir as portas não só para eu me graduar, mas também para que eu pudesse realizar este sonho da pós-graduação. Proporcionaram-me mais que a busca de conhecimento técnico e científico, mais que meu amadurecimento profissional, uma lição de vida.

Ninguém vence sozinho. Obrigada a todos que, de algum jeito, fizeram parte desse trabalho.

*"E assim, depois de muito esperar, num dia como outro qualquer, decidi triunfar...
Decidi não esperar as oportunidades e sim, eu mesmo buscá-las.
Decidi ver cada problema como uma oportunidade de encontrar uma solução.
Decidi ver cada deserto como uma possibilidade de encontrar um oásis.
Decidi ver cada noite como um mistério a resolver.
Decidi ver cada dia como uma nova oportunidade de ser feliz.
Naquele dia descobri que meu único rival não era mais que minhas próprias limitações e que
enfrentá-las era a única e melhor forma de as superar.
Naquele dia, descobri que eu não era o melhor e que talvez eu nunca tivesse sido.
Deixei de me importar com quem ganha ou perde.
Agora me importa simplesmente saber melhor o que fazer.
Aprendi que o difícil não é chegar lá em cima, e sim deixar de subir.
Aprendi que o melhor triunfo é poder chamar alguém de "amigo".
Descobri que o amor é mais que um simples estado de enamoramento, "o amor é uma
filosofia de vida".
Naquele dia, deixei de ser um reflexo dos meus escassos triunfos passados e passei a ser
uma tênue luz no presente.
Aprendi que de nada serve ser luz se não iluminar o caminho dos demais.
Naquele dia, decidi trocar tantas coisas...
Naquele dia, aprendi que os sonhos existem para tornar-se realidade.
E desde aquele dia já não durmo para descansar... simplesmente durmo para sonhar."*

Walt Disney

SUMÁRIO

LISTA DE FIGURAS	1
LISTA DE QUADROS E TABELAS	15
LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS	17
RESUMO	19
ABSTRACT	21
1 INTRODUÇÃO	23
2 REVISÃO DA LITERATURA	25
2.1 ESMALTE	25
2.1.1 Processo de Desmineralização e Formação da Lesão de Cárie.....	25
2.1.2 Processo de Remineralização.....	28
2.1.3 Flúor.....	31
2.1.4 Infiltração de Cárie.....	41
2.2 ADESÃO EM ESMALTE	46
2.3 RESISTÊNCIA ADESIVA PELO TESTE DE MICROTRAÇÃO	52
3 PROPOSIÇÃO	57
4 MATERIAL E MÉTODOS	58
4.1 Delineamento experimental.....	58
4.2 Adequação e preparo dos dentes.....	58
4.3 Adequação dos grupos.....	61
4.4 Aplicação dos sistemas adesivos.....	64
4.5 Inserção e polimerização da resina composta.....	65
4.6 Ciclagem térmica.....	66
4.7 Teste de resistência á microtração.....	67
4.8 Análises ilustrativas por microscopia eletrônica de varredura (MEV).....	70
4.9 Planejamento Estatístico.....	71

4.9.1 Planejamento experimental	71
4.9.2 Análise dos dados	72
5 RESULTADO.....	73
5.1 Estatística descritiva.....	73
5.2 Estatística inferencial.....	75
5.3 Análise do tipo de fratura.....	80
5.4 Análise complementar da interface adesiva.....	83
6 DISCUSSÃO.....	89
6.1 Da Metodologia.....	89
6.2 Dos Resultados.....	94
7 CONCLUSÃO	100
8 REFERÊNCIAS.....	101

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - A) Dente bovino; B) Secção das raízes; C) Raízes descartadas; D) Desgaste da superfície do esmalte em politriz; E) Superfície do esmalte aplainada..... 58

Figura 2 - A) Posicionamento da coroa em matriz de silicone com a face vestibular apoiada na base; B) Inclusão em resina acrílica; C) Dentes incluídos em resina acrílica sem polimento; D) Padronização da smear layer com lixas d'água de granulações 600 em politriz circular sob refrigeração abundante de água; E) Vista aproximada dos dentes em politriz circular; F) Dentes incluídos e polidos..... 59

Figura 3 - Delineamento dos grupos da pesquisa..... 61

Figura 4 - A) Condicionamento com ácido fosfórico para os grupos que utilizaram o sistema adesivo Single Bond Universal; B) Lavagem com jato de água; C) Sistema Adesivo Single Bond Universal; D) Aplicação do Single Bond Universal de acordo com as especificações do fabricante; E) Fotopolimerização por 20 s; F) Sistema Adesivo Clearfil S3 Bond; G) Aplicação do Clearfil S3 Bond de acordo com as especificações do fabricante; H) Fotopolimerização por 20 s..... 65

Figura 5 - A) Matriz de silicone posicionada sobre o esmalte; B) Resina Composta Filtek Z350; C) Inserção da resina composta em incrementos oblíquos seguida de fotopolimerização de acordo com

as indicações do fabricante; D) Vista dos dentes restaurados.....	66
Figura 6 - Máquina de ciclagem térmica ER 26000 (Erios, Brasil).....	67
Figura 7 - A) Espécime restaurado; B) Posicionamento dos corpos de prova na máquina de cortes seriados Labcut 1010; C) Secções paralelas realizadas ao longo eixo do dente nos sentidos mésio-distal e vestibulo-lingual D) Visão frontal das secções; E) Palito obtido após as secções; F) Medição da interface adesiva dos palitos empregando-se um paquímetro eletrônico digital; G) Ensaio mecânico de microtração.....	69
Figura 8 - Tipos de Fratura.....	70
Figura 9 - A) Detalhe do cubo de resina composta; B) Secção do dente perpendicularmente a interface adesiva; C) Uma porção do espécime já seccionado, exibindo a resina composta, a área de adesão e o esmalte.....	71
Figura 10 - Gráfico das médias dos diferentes grupos evidenciando as diferenças obtidas entre os adesivos utilizados e entre a ausência ou presença de ciclagem térmica.....	75
Figura 11 – Análise de MEV. A) Interface adesiva entre esmalte e resina composta que recebeu o Single Bond Universal, com esmalte íntegro (aumento de 2000x); B) Interface adesiva entre esmalte e resina composta que recebeu o Clearfil S3 Bond, com esmalte íntegro com uma fratura adesiva (setas) (aumento de 2000x).....	83

Figura 12 – Análise de MEV. A) Desmineralização do esmalte promovida pela solução de cárie (aumento de 1000x); B) Desmineralização do esmalte promovida pela solução de cárie (aumento de 1000x); C) Região destacada na foto 12A (azul) em maior aumento (verde) (aumento de 2000x); D) Região destacada na foto 12B (azul) em maior aumento (verde) (aumento de 2000x)..... 84

Figura 13 – Análise de MEV. A) Interface adesiva entre esmalte desmineralizado e resina composta formada por Single Bond Universal (aumento de 2000x); B) Interface adesiva entre esmalte desmineralizado e resina composta formada por Single Bond Universal (aumento de 3000x); C) Interface adesiva entre esmalte desmineralizado e resina composta formada por Clearfil S3 Bond (aumento de 2000x); D) Interface adesiva entre esmalte desmineralizado e resina composta formada por Clearfil S3 Bond (aumento de 3000x). Observa-se fratura coesiva em esmalte desmineralizado (setas)..... 85

Figura 14 – Análise de MEV. A) Interface adesiva entre esmalte desmineralizado e remineralizado com saliva artificial e resina composta formada por Single Bond Universal (aumento de 1000x); B) Interface adesiva entre esmalte desmineralizado e remineralizado com saliva artificial e resina composta formada por Single Bond Universal (aumento de 2000x); C) Interface adesiva entre esmalte desmineralizado e remineralizado com saliva artificial e resina composta formada por Clearfil S3 Bond (aumento de 1000x); D) Interface adesiva entre esmalte desmineralizado e remineralizado com saliva artificial e resina composta formada por

Clearfil S3 Bond (aumento de 2000x). Observa-se fratura coesiva em esmalte desmineralizado (setas)..... 86

Figura 15 – Análise de MEV. A) Interface adesiva entre esmalte desmineralizado e remineralizado com flúor e resina composta formada por Single Bond Universal (aumento de 1000x); B) Interface adesiva entre esmalte desmineralizado e remineralizado com flúor e resina composta formada por Single Bond Universal (aumento de 2000x); C) Interface adesiva entre esmalte desmineralizado e remineralizado com flúor e resina composta formada por Clearfil S3 Bond (aumento de 1000x); D) Interface adesiva entre esmalte desmineralizado e remineralizado com flúor e resina composta formada por Clearfil S3 Bond (aumento de 2000x)..... 87

Figura 16 – Análise de MEV. A) Interface adesiva entre esmalte desmineralizado e infiltrado com resina (ICON) e resina composta formada por Single Bond Universal (aumento de 1000x); B) Interface adesiva entre esmalte desmineralizado e infiltrado com resina (ICON) e resina composta formada por Single Bond Universal (aumento de 2000x); C) Interface adesiva entre esmalte desmineralizado e infiltrado com resina (ICON) e resina composta formada por Clearfil S3 Bond (aumento de 1000x); D) Interface adesiva entre esmalte desmineralizado e infiltrado com resina (ICON) e resina composta formada por Clearfil S3 Bond (aumento de 2000x)..... 88

LISTA DE QUADROS E TABELAS

Quadro 1 - Especificações dos materiais utilizados nos procedimentos adesivos.....	62
Tabela 1 - Análise descritiva para os diferentes grupos em ordem decrescente quanto à resistência adesiva (MPa).....	74
Tabela 2 - Teste de análise de variância (ANOVA) a três fatores.....	76
Tabela 3 - Resultado do Teste de Tukey (5%) para o fator Tratamento do Esmalte.....	77
Tabela 4 - Resultado do Teste de Tukey (5%) para o fator Sistema Adesivo.....	77
Tabela 5 - Resultado do Teste de Tukey (5%) para o fator Ciclagem Térmica.....	78
Tabela 6 - Resultados do Teste de Tukey (5%) para a interação entre os fatores Tratamento do Esmalte x Sistema Adesivo.....	79
Tabela 7 - Resultados do Teste de Tukey (5%) para a interação entre os fatores Tratamento do Esmalte x Sistema Adesivo x Ciclagem Térmica.....	80

Tabela 8 - Resultados para o tipo de fratura com Ausência de Ciclagem Térmica..... 81

Tabela 9 - Resultados para o tipo de fratura com Presença de Ciclagem Térmica..... 82

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

%	=Por Cento
ANOVA	=Análise de variância
AC	=Clearfil S3 Bond
AS	=Single Bond Universal
BIS-GMA	=bisfenol glicidil metacrilato
Bis-HEMA	=bisfenol A dimetacrilato etoxilado
°C	=Grau Celsius
Ca	=Cálcio
CaCl ₂	=Cloreto de Cálcio
CaF ₂	=Fluoreto de Cálcio
Ca ₁₀ (PO ₄) ₆ OH ₂	=Hidroxiapatita
CH ₃ COOH	=Ácido Etanoico
cm	=Centímetros
EUA	=Estados Unidos da América
F	=Flúor
F	=Força
FA	=Fluorapatita
FFA	=Flúor Fosfato Acidulado
h	=altura
H ₂ O	=Água
HA	=Hidroxiapatita
KH ₂ PO ₄	=Fosfato Monopotássico
Kgf	=Quilograma força
ISO/TR	= <i>International Organization for Standardization/ Technical Report</i>
µm	=Micrometro

MDP	=10-Metacrilato dihidrogênio fosfato
MET	=Microscopia eletrônica de transmissão
4-META	=4-metacriloxietil trimelitato anidrido
MEV	=Microscopia Eletrônica de Varredura
mm	=Milímetros
mm ²	=Milímetro quadrado
mM	=Milimolar
ml/mm ²	=Mililitro/milímetro quadrado
MPa	=Mega Pascal
N	=Newton
Nm	=Nanômetro
P	=Fosfato
pH	=potencial Hidrogeniônico
ppm	=Porção por milhão
Rm	=Resistência à microtração
RPM	=Rotações por minuto
s	=Segundos
UDMA	=Uretano Dimetacrilato

Lacerda AJF. Avaliação da resistência de união da resina composta ao esmalte desmineralizado submetido à remineralização e infiltração resinosa de lesão de cárie [dissertação]. São José dos Campos (SP): Instituto de Ciência e Tecnologia, UNESP - Univ Estadual Paulista; 2015.

RESUMO

O objetivo desse estudo foi avaliar, por meio de teste de microtração, a resistência de união de restaurações de resina composta confeccionadas em esmalte hígido, desmineralizado, remineralizado com saliva, remineralizado com flúor e infiltrado com material resinoso, associado a dois tipos de sistemas adesivos: condicionamento total (Single Bond Universal – AS) e autocondicionante (Clearfil S3 Bond – AC) e a ausência ou presença do envelhecimento por ciclagem térmica. Foram utilizados 240 dentes bovinos com superfícies de esmalte planificadas, que foram divididos em 10 grupos (n = 12) de acordo com o tipo de substrato e sistema adesivo utilizado: G1 - (Sem Tratamento) Esmalte Íntegro + AS; G2 - (Sem tratamento) Esmalte Íntegro + AC; G3 - Desmineralizado + AS; G4 - Desmineralizado + AC; G5 - Desmineralizado + Remineralizado com Saliva + AS; G6 - Desmineralizado + Remineralizado com Saliva + AC; G7 - Desmineralizado + Remineralizado com Flúor + AS; G8 - Desmineralizado + Remineralizado com Flúor + AC; G9 - Desmineralizado + Infiltrado com resina (ICON) + AS; G10 - Desmineralizado + Infiltrado com resina (ICON) + AC. Foram confeccionadas restaurações de resina composta Z-350 e metade dos espécimes foram submetidos a ciclagem térmica e o grupo não ciclado foi apenas armazenado durante 24 h em água destilada à 37 °C. Para o teste de microtração foram realizadas as secções nos dentes para obtenção de amostras com área adesiva de aproximadamente 1 mm². Foi realizada MEV para análise complementar da interface adesiva. Utilizou-se o teste estatístico ANOVA três fatores (Tratamento do Esmalte x Sistema Adesivo x Ciclagem Térmica), seguido do Teste de Tukey ($\alpha = 5\%$). Foram observadas diferenças significantes para os três fatores: Tratamento do Esmalte, Sistema Adesivo e Ciclagem Térmica. Os valores de média em MPa (\pm Desvio-padrão) para o fator Tratamento do Esmalte: Controle = 27,34 ($\pm 7,45$)a; Desmineralizado = 11,76 ($\pm 6,69$)b; Saliva = 13,78 ($\pm 7,63$)b; = Flúor 15,10 ($\pm 6,86$)b e ICON = 24,03 ($\pm 7,63$)a. Para o fator Sistema Adesivo: AS = 21,75 ($\pm 13,95$)a e AC = 15,05 ($\pm 11,04$)b. Para o Fator Ciclagem Térmica: Ausência = 21,10 ($\pm 14,52$)a e Presença = 15,70 ($\pm 9,05$)b. Concluiu-se que a infiltração de resina no esmalte desmineralizado não afetou a resistência de união entre os dois sistemas adesivos em relação ao grupo sem tratamento, que os grupos que utilizaram-se o Single Bond Universal como sistema adesivo

apresentaram valores significativamente maiores do que os grupos do Clearfil S3 Bond e que os grupos com presença de ciclagem térmica apresentaram menor média de resistência de união em relação aos com ausência de ciclagem térmica. Nas análises de MEV foram observadas áreas da interface adesiva com degradação potencializada nas amostras dos grupos desmineralizados e tratados com saliva e flúor e com uso do adesivo Clearfil S3 Bond.

Palavras-chave: Esmalte dentário. Cárie Dentária. Remineralização dental.

Lacerda AJF. Evaluation of bond strength of composite resin to enamel demineralized submitted to remineralization and resinous infiltration of caries [dissertation]. São José dos Campos (SP): Institute of Science and Technology, UNESP - Univ Estadual Paulista; 2015.

ABSTRACT

The aim of this study was to evaluate, through microtensile test, the bond strength of composite resin restorations made of sound enamel, demineralized, remineralized with saliva, fluoride and infiltrated with resin material, associated with two types of adhesive systems: Total conditioning (Single Bond Universal - AS) and self-etching (Clearfil S3 Bond - AC) and the absence or presence of aging by thermal cycling. We used 240 bovine teeth with enamel surfaces planned, which were divided into 10 groups (n = 12) according to the type of substrate and adhesive system used: G1: (No Treatment) Enamel Healthy + AS; G2: (No treatment) Enamel Healthy + AC; G3: demineralized + AS; G4: demineralized + AC; G5: demineralized + remineralized with Saliva + AS; G6: demineralized + remineralized with Saliva + AC; G7: demineralized + remineralized Fluoride + AS; G8: demineralized + remineralized Fluoride + AC; G9: demineralized + infiltrate with resin (ICON) + AS; G10: demineralized + infiltrate with resin (ICON) + AC. Composite restorations Z-350 and half of the specimens were prepared were subjected to thermal cycling and non-cycling group was only stored for 24 h in distilled water at 37 °C. For the microtensile test were carried out sections in the teeth to obtain samples adhesive area of about 1 mm². SEM was performed for further analysis of the adhesive interface. We used the ANOVA three factors (Treatment of Adhesive System Enamel X X Thermal Cycling), followed by the Tukey test ($\alpha = 5\%$). Significant differences were observed for the three factors: treatment of enamel, Adhesive System and Thermal Cycling. The average values in MPa (\pm standard deviation) for the treatment of enamel factor: Control = 27.34 (\pm 7.45) a; Demineralized = 11.76 (\pm 6.69) b; Saliva = 13.78 (\pm 7.63) b; Fluoride = 15.10 (\pm 6.86) be ICON = 24.03 (\pm 7.63) a. For System factor Adhesive: AS = 21.75 (\pm 13.95) to and AC = 15.05 (\pm 11.04) b. For Cycling Thermal factor: Absence = 21.10 (\pm 14.52) to e Presence = 15.70 (\pm 9.05) b. It was concluded that the resin infiltration into the demineralized enamel did not affect the bond strength between the two adhesive systems in relation to the untreated group, the groups that used up the Single Bond Universal as adhesive system had significantly higher values than Clearfil S3 Bond groups and groups with presence of thermal cycling had lower average bond strength compared to those with no thermal cycling. SEM analyzes

areas of the adhesive interface with enhanced degradation were observed in samples of demineralized groups and treated with saliva and fluoride and comvuso Clearfil S3 Bond adhesive.

Keywords: Tooth enamel. Dental Caries. Dental remineralization.

1 INTRODUÇÃO

As lesões de cárie em esmalte iniciais apresentam alterações submicroscópicas que incluem a perda de minerais do corpo da lesão, enquanto que a sua superfície se mantém altamente mineralizada (Featherstone, 2004), alargamento dos espaços intercrystalinos e redução na dureza (Torres et al., 2011). Os poros no interior do corpo das cáries de esmalte causam uma aparência esbranquiçada característica e proporcionam percursos de difusão para os ácidos e sais minerais dissolvidos (Paris et al., 2007a). Essas manchas brancas de cárie ativas são restritas ao esmalte e passíveis de paralisação e remineralização sob condições adequadas (Fejerskov, Kidd, 2003; Featherstone, 2004).

Em todo o mundo, pesquisas têm sido conduzidas com o objetivo de testar novas tecnologias, materiais e técnicas menos invasivas para o tratamento da desmineralização do esmalte, com a filosofia de “máxima preservação e mínima intervenção”, contribuindo para a sedimentação de uma Odontologia mais científica, baseada no conhecimento biológico e trazendo benefícios aplicáveis à prática clínica. Essa filosofia de tratamento tem sido denominada de “Tratamento Minimamente Invasivo” ou “Odontologia Conservadora”(Torres et al., 2012).

O tratamento com o flúor é um método não invasivo e alternativo, utilizado para remineralizar as lesões iniciais de cárie e, por ele melhorar a resistência do esmalte aos ácidos, e interferir com nos processos metabólicos e enzimáticos das bactérias. Além disso, os estudos clínicos demonstraram que as lesões de cárie não escavadas podem ser remineralizadas através da saliva, se houver um controle da

dieta e da placa bacteriana, associados a utilização de fluoretos. Assim, são adotados tratamentos menos invasivos para controlar a progressão das lesões de cárie iniciais em esmalte.(Anusavice, 1997, 1998).

Afim de tratar essas lesões de cárie iniciais sem utilizar uma intervenção restauradora convencional utilizando desgaste de estruturas dentais e restaurações, surgiu-se a ideia de infiltrar essas lesões com resina (Paris et al., 2007a).

Utilizando-se uma resina de baixa viscosidade fotoativada, as microporosidades da lesão são preenchidas criando uma barreira de difusão em seu interior impedindo os ácidos de penetrar-la, sem utilizar qualquer material sobre a superfície do esmalte (Paris et al., 2006). Além disso, de acordo com Paris et al. 2007b, a matriz de resina poderia fortalecer a estrutura do esmalte, evitando assim a cavitação ou quebra da superfície desse substrato (Paris et al., 2007b). Além do que, o uso da infiltração resinosa aumenta a dureza das lesões de cárie em esmalte (Torres et al., 2012). Foram realizados estudos *in vitro* (Paris et al., 2006) e *in vivo* (Paris et al., 2007c; Paris et al., 2010; Martigon et al., 2012), para demonstrar a eficácia da presente técnica de infiltração e a sua capacidade de selar o esmalte desmineralizado, comprovando a eficiência da aplicação do infiltrante.

No entanto, muitas vezes é necessária a realização de procedimentos adesivos nesse esmalte com mancha branca ativa ou remineralizada. A resposta do uso diferentes sistemas adesivos frente a esse cenário de um esmalte alterado por esse processo de des/remineralização provaram ser controversa. Assim, o objetivo deste estudo foi avaliar a resistência da união entre resina composta e esmalte desmineralizado, desmineralizado e remineralizado por diferentes tratamentos, desmineralizado e infiltrado com infiltrante resinoso em comparação com a adesão de resina composta ao esmalte hígido.

2 REVISÃO DE LITERATURA

A revisão de literatura apresentada a seguir, sem a pretensão de esgotar o assunto, teve por finalidade apresentar os artigos científicos de maior relevância, utilizados como referência para a escrita desse trabalho. Essa, por sua vez, foi dividida por assuntos com a finalidade de torná-la mais didática.

2.1 Esmalte

2.1.1 Processo de desmineralização e formação da lesão de cárie

De acordo com Featherstone (1999), o esmalte é a estrutura mais mineralizada do corpo humano, sendo constituído 95% por minerais e 5% por matéria orgânica. O mineral predominante é a hidroxiapatita, integrante da família de sais de fosfato de cálcio, representada pela fórmula $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6\text{OH}_2$. Na estrutura da hidroxiapatita, os cristais estão arranjados em uma configuração hexagonal, com átomos de cálcio e fósforo na parte externa do cristal, e, no centro, grupamentos hidroxila estão circundados por 3 átomos de cálcio. Os cristais do esmalte possuem, aproximadamente, 40 nm de diâmetro. A relação de cada grupamento hidroxila no cristal desempenha um papel importante em sua estabilidade. Os cristais estão agrupados em prismas com cerca de 4-5 μm de diâmetro, constituindo o esmalte. Entre cada prisma, há uma matriz orgânica, constituída por proteína, lipídeos e água. Dessa forma, ainda

que o esmalte pareça extremamente duro e bem mineralizado, sua superfície é porosa, permitindo a passagem de íons pequenos, como sódio, potássio, magnésio e flúor. Sendo a solubilidade da hidroxiapatita dependente da temperatura, do pH e das ligações iônicas do solvente adjacente ao cristal, alterações nesses parâmetros podem levar a uma solubilização dos cristais. Na cavidade bucal, a saliva é supersaturada de cálcio e fosfato, favorecendo o estado cristalino do esmalte. Como resultado, o dente não dissolve. Devido à natureza da reação de equilíbrio da cavidade bucal, o esmalte se encontra em um estado constante de mineralização e desmineralização em condições fisiológicas (cálcio e fosfato supersaturados, pH 6,8). Porém, quando o chamado pH “crítico” (5,5) é atingido, a solubilidade é aumentada e a dissolução ocorre. A hidroxiapatita é desestabilizada pelo efeito ácido nos grupamentos hidroxila do centro do cristal, resultando em formação de água. A forma dissociada do fosfato de cálcio é favorecida e o cristal é dissolvido.

Segundo Chow (1990), a desmineralização do tecido dentário consiste de 2 processos: (1) dissolução do mineral no *front* da lesão e (2) processo de difusão nos quais íons ácidos são transportados da placa para o interior da lesão e íons do mineral dentário solubilizados são transportados para fora. Na maioria das vezes, a difusão é a mais lenta dos 2 mecanismos. Uma vez que a dissolução é o processo mais rápido, o fluido na lesão é quase saturado com relação ao mineral dentário. A composição do fluido da lesão, portanto, é um dos fatores principais no governo das forças de difusão para vários íons, e, em última instância, da velocidade de desmineralização. As alterações no conteúdo de íons minerais têm como consequência mudanças na dureza do esmalte.

Feagin et al. (1969), em estudo *in vitro*, estabeleceram uma relação linear entre a microdureza superficial do esmalte e o conteúdo de Ca e P. Espécimes que sofreram desmineralização sob diferentes condições experimentais apresentaram redução na

microdureza superficial, sempre acompanhada por reduções no conteúdo de Ca e P, tanto para espécimes de esmalte humano quanto de esmalte bovino.

Cury (2001) afirma que a estrutura mineral dentária depende do ambiente oral. Quando exposta ao meio bucal, alterações de temperatura, capacidade tampão e pH da placa podem levar à solubilização dos cristais de hidroxiapatita. Em normalidade, cálcio e fosfato estão presentes na saliva em condição de supersaturação em relação ao esmalte, favorecendo a manutenção do estado cristalino desse tecido quando em pH 6,8. Alterações na dieta com a conversão de carboidratos em ácido pelas bactérias da placa levam a variações no pH. A saliva possui um efeito protetor limite para o esmalte até o pH 5,5 (pH crítico). Valores de pH inferiores a este criam condições para que haja aumento da solubilidade e dissolução dos cristais do esmalte. Quando episódios de redução do pH são intercalados por períodos maiores de retorno ao pH fisiológico, há um retorno ao equilíbrio entre os íons provenientes da saliva e do esmalte dentário. No entanto, quando períodos de pH crítico tornam-se mais frequentes, pode ocorrer o predomínio da saída de íons do dente, formando uma lesão de cárie. As perdas minerais que ocorrem, primeiramente em nível ultra-estrutural, podem chegar até a destruição total do dente.

Segundo a descrição de Thylstrup e Fejerskov (1995), clinicamente, a cárie de esmalte é observada como uma lesão de mancha branca opaca, assumindo esta aparência devido à mudança do índice de refração da área de perda mineral, quando comparada com o índice de refração do esmalte translúcido adjacente. Através da secagem do dente, os poros das diferentes zonas da lesão, inicialmente preenchidos por água (índice de refração = 1,33), são embebidos em ar (índice de refração = 1,0), o qual possui um índice de refração diferente do esmalte dentário (índice de refração = 1,62). Essa diferença nos índices de refração, associada à rugosidade superficial, faz com que a lesão de

mancha ativa presente-se opaca. Além disso, o aumento na porosidade da camada superficial do esmalte também é responsável pela mudança na textura superficial das áreas com lesão de cárie, que se tornam rugosas à sondagem, diferentemente da lisura encontrada no esmalte hígido adjacente.

2.1.2 Processo de Remineralização

Shellis e Duckworth (1994) afirmaram que, como toda reação ácido-base, a dissolução da hidroxiapatita constitui-se em um processo de equilíbrio. A perda de minerais da hidroxiapatita é resultante da subsaturação de íons cálcio (Ca) e fosfato (P) em relação à interface dente/placa. Porém, se a concentração de Ca local aumenta e/ou há aumento do pH, a placa volta a ficar supersaturada de íons Ca e P, ocorrendo o crescimento dos cristais parcialmente dissolvidos pela precipitação de íons minerais da fase aquosa que circunda o tecido (fluido da placa, da lesão e saliva), de forma que o processo de perda mineral é revertido. Assim, controlando-se os fatores etiológicos da doença, propicia-se o retorno à condição de equilíbrio dos processos de des-remineralização e o controle da progressão da lesão é alcançado.

Na lesão inativa, a camada superficial torna-se menos porosa, com cristais de tamanho aumentado. Silverstone e Poole (1969), em estudo realizado com secções de esmalte, observaram que, quando examinadas em quinolina, a extensão do corpo da lesão diminui, com conseqüente aumento da zona escura na direção da camada superficial. Esse fenômeno também foi registrado por experimentos com esmalte de lesões de cárie sem cavidade por Silverstone em 1980. Uma vez que esses experimentos foram realizados com soluções calcificantes sem material orgânico e demonstraram maior efetividade do que a saliva em

produzir essas mudanças, a diminuição na porosidade da lesão deve ter sido obtida pela deposição de minerais. O autor discute que pode haver duas maneiras através das quais a deposição de mineral contribui para as mudanças ópticas produzidas na zona escura. A primeira delas seria um aumento na birrefringência negativa causado pela deposição de cristais de hidroxiapatita ou cristais de outros minerais. A segunda seria que a deposição de mineral em forma amorfa, ainda que não contribua para a birrefringência por si, pode resultar em uma redução significativa na birrefringência positiva por ocluir os poros existentes. Esse processo é resultado tanto da entrada de íons provenientes do meio externo quanto da precipitação de minerais das camadas mais internas do esmalte.

Wei (1970) realizou estudo *in vitro* no qual analisou, com microsonda eletrônica, a concentração de cálcio e fósforo em esmalte humano hígido, desmineralizado e remineralizado. Coroas de dentes extraídos foram divididas em 3 grupos: 2 coroas foram mantidas hígdas para controle; 2 sofreram processo de desmineralização com tampão acetato por 5 horas; e 2 foram desmineralizadas de acordo com as anteriores e após colocadas em solução calcificante contendo Ca. As análises foram realizadas a 3, 6, 9, 12, 15 e 60 μm da superfície externa do esmalte. A desmineralização do esmalte produziu uma queda na concentração de Ca e P, com uma redução na proporção de Ca/P. Essa redução, porém, só foi observada nos primeiros 10 μm , provavelmente porque, nas condições experimentais adotadas, as mudanças ocorridas foram muito superficiais. A remineralização foi demonstrada com o retorno às concentrações de Ca e P aos valores normais, assim como a proporção de Ca/P, demonstrando que o mineral removido pelo tratamento ácido foi repostado com sucesso.

Dando continuidade a essa linha de pesquisa, Wei e Koulourides (1972) estudaram (*in vitro*) amostras de esmalte desmineralizado e subseqüentemente remineralizado com relação à microdureza superficial e conteúdo de Ca e P. Os resultados

demonstraram que o esmalte desmineralizado pode ser quase completamente remineralizado até sua concentração inicial de Ca e P na correta proporção de Ca/P. A microdureza foi restaurada parcialmente, sugerindo que a hidroxiapatita não foi o único produto formado, podendo ter ocorrido a reprecipitação de um composto com uma proporção de Ca/P similar à da hidroxiapatita. Devido ao modelo experimental utilizado, as mudanças ocorreram somente nos primeiros 10 µm do esmalte.

Em um estudo sobre os mecanismo de deposição mineral na remineralização de lesões de cárie artificiais em esmalte, Ten Cate e Arends (1980) concluíram que, inicialmente, uma grande quantidade de mineral é depositada na camada superficial em uma forma mais solúvel. Após um período mais prolongado, esses minerais são gradualmente transferidos, em uma forma menos solúvel, para a parte mais profunda da lesão, começando na área de menor densidade mineral no corpo da lesão, a partir de 25 µm em relação à superfície.

A remineralização de lesões também foi demonstrada *in situ*, através do trabalho desenvolvido por Gelhard, Ten Cate et al. (1979), no qual a exposição de blocos de esmalte desmineralizados ao ambiente bucal, escovados sem dentífrico, levou a um aumento da microdureza superficial. Concluiu-se que a redeposição de minerais também ocorre *in vivo*, ainda que em menor velocidade se comparada à remineralização *in vitro*.

Em uma revisão de literatura realizada por Nyvad e Fejerskov (1997) com o objetivo de discutir a respeito da avaliação clínica da atividade de cárie, foi demonstrado que a detecção clínica de lesões de cárie é possível em qualquer fase de seu desenvolvimento desde que seja obtida uma condição satisfatória de ausência de placa bacteriana. Os diagnósticos das lesões de cárie em esmalte como "ativas" e "inativas" são possíveis através da observação do examinador em alguns detalhes como cor, lisura e brilho. A inativação da doença tem como consequência clínica a modificação do aspecto da lesão, que passa a ser brilhosa e lisa

podendo permanecer esbranquiçada, pigmentar ou desaparecer.

Uma revisão de literatura realizada por Cury e Tenuta (2009) teve como objetivo rever alguns conceitos sobre a cárie, o fenômeno natural de remineralização do esmalte e os efeitos do flúor (F) sobre ele. Nesse trabalho, o autor apresentou como conclusão que lesões de cárie incipientes podem regredir ou desaparecer clinicamente devido à remoção mecânica do esmalte afetado e reprecipitação de minerais (remineralização), sendo que ambos são dependentes da higiene oral e da ação da saliva. O Flúor retarda progressão da cárie, por interferir com a dinâmica do processo, reduzindo a desmineralização do esmalte e reforçando a sua remineralização.

Cochrane et al. (2010), em um estudo recente, definiu remineralização como o processo pelo qual os íons de cálcio e fosfato são fornecidos a partir de uma fonte externa para o dente para promover a deposição de íons em cavidades de cristal no esmalte desmineralizado, para produzir ganho de mineral líquido. Por isso, um grande objetivo da odontologia moderna é o de tratar lesões de cárie não cavitadas de maneira não-invasiva, através de remineralização, em uma tentativa de impedir a progressão da doença e melhorar a estética, força e função. Abordagens biomiméticas para estabilização de cálcio, fosfato e íons de flúor e a localização destes íons nas lesões de cárie não cavitadas, para um maior controle da remineralização, mostram a promessa para o tratamento não invasivo da cárie dentária.

2.1.3 Flúor

Como já mostrado anteriormente, o fluido no interior da lesão é um dos principais fatores no direcionamento das forças de difusão de íons no processo de desmineralização. Quando o flúor está presente

neste fluido, três efeitos principais podem ser produzidos de acordo com Chow (1990): a) Redução da solubilidade do mineral dentário pela formação de fluorapatita (FA) – a hidroxiapatita (HA) possui uma constante de solubilidade 4 vezes maior do que a FA. Devido à ausência de grupamentos OH no cristal, a solubilidade da FA é menor em um determinado pH, assim, o pH crítico para dissolução do esmalte passa de 5,5 para 4,5 na presença de flúor; b) Redução da difusão de íon mineral da lesão – quando há quantidades significativas de ácidos e de flúor na placa, as concentrações de Ca e P no fluido da lesão são menores devido à combinação destes íons com conseqüente incorporação de flúor. As forças de difusão desses íons são diminuídas e isso deve levar a uma redução dos fluxos de difusão e à redução da velocidade de desmineralização; c) Interações entre flúor ligado e flúor ambiente - o flúor incorporado pode ser liberado para auxiliar na inibição da desmineralização e na potencialização da remineralização, servindo como uma fonte de flúor ambiente.

Øgaard et al. (1994) mostraram, em estudo *in vivo*, que uma fração muito maior de flúor é incorporado ao esmalte com lesão de cárie do que no esmalte hígido adjacente. A placa que cobre a lesão pode aumentar a retenção de flúor e além disso, o aumento da porosidade no esmalte permite maior penetração e aumenta a área para reações nas lesões de cárie. Com isso, concluíram que o tecido dentário carioso é, ao contrário do esmalte hígido, muito reativo ao flúor. Na aplicação tópica de flúor diretamente na lesão cariosa, o fluoreto de cálcio é utilizado como fonte de fluoreto para a formação de fluorapatite. A segunda fase de ação do flúor acontece quando o pH da cavidade bucal cai, ficando ácido, e a ação do flúor presente na saliva se inicia.

Segundo Featherstone (1999), a cárie dentária é uma doença dependente de bactérias que avança devido ao ácido produzido pela ação das bactérias sobre os hidratos de carbono fermentáveis dietéticos, que difunde-se para o dente e dissolve o mineral. Isto é, ocorre

a desmineralização. Fatores patológicos, incluindo bactérias acidogênicas (estreptococos do grupo mutans e lactobacilos), disfunção salivar e carboidratos na dieta estão relacionados com a progressão da cárie. Os fatores de proteção que incluem cálcio salivar, fosfato, proteínas, fluxo salivar e flúor na saliva pode equilibrar, prevenir ou reverter a cárie dentária. O Fluoreto funciona, principalmente, através de mecanismos que incluem (1) a inibição da desmineralização nas superfícies cristalinas no interior do dente, (2) aumento da remineralização nas superfícies cristalinas (a camada remineralizada resultante é muito resistente ao ataque ácido), e (3) inibição de enzimas bacterianas. O flúor na água potável e nos produtos que contêm flúor reduz a cárie dentária através destes mecanismos.

Estudos *in vitro* evidenciam o efeito protetor do flúor incorporado aos cristais. No estudo de Takagi et al. (2000), a ação cariostática do flúor firmemente ligado foi discutida. Neste trabalho *in vitro*, aplicações tópicas de flúor fosfato acidulado (FFA) foram realizadas para incorporar flúor no esmalte e determinar seus efeitos na formação de cárie em condições nas quais o flúor fracamente ligado estava ausente. Espécimes de esmalte humano foram imersos em soluções contendo F em baixas concentrações por 2 dias, seguido de 5 ciclos de aplicações de FFA (1,23% F) por 4 minutos cada. Após isso, foi realizada a remoção do flúor fracamente ligado, seguido de 5 ciclos de imersão dos espécimes em solução desmineralizante por 6 horas e em solução remineralizante por 8 horas. O conteúdo de flúor firmemente ligado foi determinado para os 100 µm mais externos das lesões. As análises foram feitas através de microrradiografias e microscopia de luz polarizada. Os resultados sugerem uma relação entre o flúor (F) incorporado e a resistência a desmineralização. Ao mostrarem diferenças significativas quanto ao conteúdo de flúor incorporado nos espécimes que sofreram aplicação de FFA em relação ao controle, além de uma menor profundidade de lesão formada (redução de 34%). O tratamento com F tópico também reduziu a

extensão da desmineralização em cerca de 55%. Os efeitos significativos do F incorporado ao esmalte na desmineralização se deram, provavelmente, por duas razões. A Primeira, refere-se as 5 aplicações de FFA que foram capazes de aumentar o conteúdo de F nos minerais dentários, ao contrário de outros estudos, nos quais uma aplicação de FFA não produzia efeitos significativos ou, se produzia, o efeito cariostático era atribuído ao fluoreto de cálcio formado. A segunda diz respeito ao flúor fracamente ligado que estava essencialmente ausente, certificando a ação cariostática dos minerais fluoretados. Embora alguns estudos sugiram que não há aumento no conteúdo de F fortemente ligado após uma aplicação tópica de flúor (FFA) in vivo, os resultados deste estudo sugerem que um acúmulo gradual de F incorporado ao esmalte pode ocorrer com repetidas aplicações de FFAs. O F fortemente ligado pode ser um suplemento ao F fracamente ligado a fim de produzir uma maior proteção.

De acordo com Shellis e Duckworth (1994), além da formação de cristais de fluorapatita no interior dos prismas, ligações específicas com trocas de íons podem ocorrer também na superfície destes. A adsorção de F, com troca pelos grupamentos OH, converte parte ou toda superfície em fluorapatita que irá reduzir a solubilidade do esmalte e a velocidade de dissolução. O efeito da fluoretação superficial na dissolução depende da proporção de superfície convertida, uma vez que superfícies fluoretadas e não fluoretadas dissolvem de maneira independente, de acordo com suas propriedades de solubilidade. Esta fluoretação da superfície é importante, mas só será mantida se a solução que banha os cristais tiver F suficiente, caso contrário, todas as partes da superfície irão dissolver.

Se, em baixas concentrações, o flúor pode ser adsorvido aos cristais e estabilizar a estrutura mineral dentária, em altas concentrações (>100 ppm F), pode ser formado fluoreto de cálcio (CaF_2). Dependendo das condições orais, como pH da saliva ou do fluido da

placa, esta camada de CaF_2 , que apresenta uma solubilidade aumentada em relação à hidroxiapatita e à fluorapatita, irá dissolver, liberando flúor para reagir com íons de Ca e P. Os produtos finais dessas reações podem ser cristais de fluorapatita ou CaF_2 novamente formado na superfície dentária (Øgaard, 2001).

Duschner et al. (1997), em estudo sobre a ação do flúor na estrutura mineral dos dentes, observaram, através de microscopia eletrônica de varredura, que o fluoreto de cálcio pode ser visualizado como pequenos glóbulos ($<1\mu\text{m}$) na superfície dentária ou em lesões, formando microcristais. A forma globular só é encontrada quando íons fosfato são adsorvidos à superfície, visto que o fluoreto de cálcio puro assume forma cúbica. Utilizando-se microscopia confocal de escaneamento a laser, pode-se identificar que o CaF_2 é formado não só na superfície mas também no interior do esmalte até uma profundidade de mais ou menos $30\mu\text{m}$.

A formação de camada de CaF_2 varia de acordo com a condição do esmalte, uma vez que maiores quantidades de fluoreto de cálcio são encontradas em lesões de cárie quando comparadas com o esmalte hígido. No esmalte hígido, o fluoreto de cálcio é mais facilmente perdido, enquanto na lesão, por ser precipitado no ambiente microporoso da estrutura parcialmente desmineralizada, sua retentividade e área para interação iônica são maiores (Bruun, Givskov, 1991).

Silverstone (1982), em estudo *in vitro*, mostrou que lesões artificiais de cárie em esmalte humano podem ser remineralizadas e que este processo é acelerado pela presença de flúor. Neste trabalho, secções de esmalte com cárie artificial foram expostas a diferentes fluidos remineralizadores: fluido bucal (saliva total) com ou sem F e fluido calcificante sintético com Ca ou $\text{Ca}+\text{F}$. Os espécimes foram analisados qualitativamente e quantitativamente por microscopia de luz polarizada. Após exposição ao fluido bucal, observou-se, qualitativamente, que quase a totalidade do corpo da lesão original foi revertido em zona escura,

mostrando birrefringência positiva em quinolina. Esta mudança envolveu uma redução de 30-40% do volume de poros para cerca de 2-4%. Quantitativamente, a remineralização foi observada apenas na porção mais superficial das lesões (80 μm), provavelmente devido à deposição de conteúdo orgânico, “bloqueando” o espécime para uma remineralização das camadas mais profundas. Quando íons de flúor foram adicionados ao meio, uma maior remineralização pode ser detectada, embora ainda limitada à porção inicial do corpo da lesão. Ao serem expostas ao fluido sintético, um percentual maior de remineralização pode ser alcançado, potencializado quando o flúor foi adicionado ao meio. Mostrou-se que a inclusão de flúor ao fluido levou a uma redução dobrada na porosidade tecidual. A remineralização ocorreu em toda a profundidade da lesão, com a redução na área do corpo da lesão passando de 28% na ausência de flúor para 69% na presença deste.

Gelhard et al. (1979), em estudo *in vivo*, demonstraram o potencial remineralizador do flúor. Em um primeiro experimento, blocos de esmalte bovino com lesões artificiais de cárie foram colocados em próteses parciais removíveis inferiores e escovados com água. Medições de microdureza superficial foram realizadas nos dias 2, 9, 30 e 65. Depois, as próteses foram imersas por 15 minutos em uma solução neutra com 1000 ppm NaF e reutilizadas pelos voluntários por mais 2 semanas. No segundo experimento, blocos com lesões artificiais preparadas da mesma maneira que as anteriores foram colocados nas próteses dos mesmos pacientes. Estas foram pré-tratadas por 15 minutos com uma solução neutra de 1000 ppm NaF antes de serem colocadas em boca. Medições de microdureza foram realizadas nos dias 2, 5 e 28. Após 28 dias, as próteses foram novamente colocadas na solução e utilizadas por mais uma semana (medições de microdureza nos dias 30, 33 e 35). Os resultados, comparados com estudos anteriores, mostram que a remineralização ocorre mais lentamente *in vivo* do que *in vitro*. Conclui-se

também que, no 2º experimento, uma redução de 46% no tamanho das endentações é atingido em 35 dias, enquanto no 1º experimento, esse patamar só alcançado aos 65 dias. Assim, o efeito de duas aplicações tópicas de flúor aumentam a velocidade de remineralização.

Gelhard e Arends (1984) também mostraram que a remineralização ocorre *in vivo*, com uma recuperação maior de volume mineral caso o flúor seja utilizado em concentrações de 1500 ppm F em conjunto com a escovação. Neste trabalho, 30 pacientes utilizaram blocos de esmalte humano com lesões artificiais de cárie em próteses inferiores durante três meses. Os voluntários foram divididos em três grupos: A – controle – escovação diária com água; B – solução – escovação diária com água e bochecho com solução neutra de 50 ppm F; C – escovação – escovação diária com pasta de dente fluoretada (1500 ppm F neutro). As análises foram realizadas através de ensaios de microdureza Knoop e microradiografias. Após 3 meses, a redução no tamanho da endentação foi de 16, 13 e 20% para os grupos A, B e C, respectivamente, sendo todas as diferenças estatisticamente significativas. A porcentagem de volume mineral no corpo da lesão, que inicialmente era cerca de 47%, passou para 50,7% no grupo A, 48,7% no grupo B e 53,1% no grupo C, sem diferenças significativas entre os grupos A e B. A média de redução na profundidade das lesões foi de 18, 13 e 25 µm para os grupos A, B e C. A porcentagem de recuperação do volume mineral para os grupos controle, solução e escovação foi de 20, 5 e 31%. A velocidade de remineralização foi relativamente rápida nas primeiras duas semanas, tornando-se muito lenta no restante do período de duração do estudo.

Dijkman et al. (1990), em estudo *in situ*, comprovaram a remineralização de lesões *in vitro* previamente formadas com uso de dentífrico fluoretado após três meses. Três diferentes grupos de tratamento foram estabelecidos: escovação com dentífrico fluoretado (A), escovação com dentífrico sem flúor (B) e ausência de escovação (C). No grupo C, houve aumento da profundidade das amostras em cerca de

40%, enquanto a escovação sem flúor não alterou a profundidade e a escovação com flúor causou redução de 35%. A perda mineral aumentou em 50% no grupo C, em contraste ao grupo A, no qual observou-se redução de 40% na perda de mineral. Os resultados apontam que, em comparação com a ausência de escovação, o efeito da escovação com dentífrico sem flúor apresenta metade do benefício da escovação com flúor na remineralização de lesões de cárie em esmalte.

A eficácia do flúor de alta concentração na remineralização de lesões de cárie em esmalte foi demonstrada por Buchalla (2002), em trabalho *in situ*, no qual 18 voluntários utilizaram dispositivos intra-orais removíveis contendo amostras de esmalte desmineralizado. Neste estudo cruzado, os espécimes de esmalte receberam, antes de serem inseridos no dispositivo, uma única aplicação de flúor com concentração de 10000 ppm F ou aplicação de placebo. Após 4 semanas de uso do dispositivo intrabucal, o conteúdo de flúor, o ganho mineral e a redução na profundidade da lesão foram analisados. As lesões tratadas com o flúor de alta concentração apresentaram maior conteúdo de flúor e maior ganho mineral do que o placebo.

Leme (2003), em estudo *in vitro*, compararam o efeito de dentífrico fluoretado e de FFA, e a combinação destes, em lesões artificiais de cárie em esmalte bovino. Quatro grupos de tratamento foram submetidos à ciclagem de pH: (1) dentífrico não-fluoretado (DP) – tratamento placebo; (2) dentífrico fluoretado (DF); (3) FFA + DP, e (4) FFA + DF. O gel de FFA foi aplicado aos blocos dos grupos 3 e 4 por 4 minutos previamente ao experimento. Após a ciclagem, os espécimes foram avaliados quanto ao conteúdo de flúor e microdureza. A recuperação de dureza superficial dos blocos submetidos ao tratamento com DF foi significativamente maior do que aquela obtida pelos demais tratamentos, inclusive pela associação FFA + DF. Quanto aos valores de microdureza, apesar de não haver diferenças significativas entre os tratamentos DF, FFA+DF e FFA+DP, o último não diferiu do tratamento

placebo. A análise do conteúdo de flúor mostrou que grandes quantidades de flúor foram incorporadas após o tratamento com FFA, porém um decréscimo significativo desta quantidade foi observado quando os espécimes foram submetidos ao tratamento com DP. Esta redução não foi significativa quando os blocos foram tratados com DF. A concentração de flúor nos espécimes foi maior nos grupos DF, FFA+DP, FFA+DF do que no grupo DP, mas não foram observadas diferenças entre os próprios grupos. Os resultados mostram que, ainda que o tratamento com FFA propicie maiores depósitos de flúor no esmalte, o reparo da lesão, em termos de recuperação da dureza superficial, é melhor alcançado com aplicações frequentes de flúor em baixa concentração do que com uma única aplicação de flúor em alta concentração.

Dando continuidade a esta linha de estudos, Maia et al. (2003), avaliaram o efeito da combinação de dentifrício e verniz fluoretados em lesões de esmalte bovino, também em estudo *in vitro* utilizando ciclagem de pH. Os mesmos grupos experimentais descritos no trabalho anterior foram estabelecidos, trocando o FFA por verniz fluoretado (VF). Os resultados foram semelhantes, mostrando que os grupos não diferiram quanto aos valores de microdureza, mas apontaram uma melhor recuperação de dureza superficial para o grupo de DF do que VF. O conteúdo de flúor formado foi maior para o grupo do VF. Os resultados sugerem, concordando com o estudo de Leme (2003), que apesar de uma aplicação de verniz fluoretado aumentar a concentração de flúor no esmalte, isto não melhora a capacidade do DF utilizado regularmente de recuperar a dureza do tecido.

Resultados diferentes foram encontrados em estudo no qual a frequência de aplicação do flúor de alta concentração foi aumentada. Lagerweij e Ten Cate (2002), realizaram estudo *in situ* para avaliar a remineralização de lesões artificiais de cárie em esmalte bovino através do uso de dentifrício fluoretado e gel fluoretado. Blocos de esmalte desmineralizado foram colocados em próteses parciais de 26

voluntários, que foram divididos em dois grupos: (1) escovação dos espécimes com dentífrico fluoretado (DF) 2 vezes ao dia por 2 minutos e (2) escovação idêntica ao grupo anterior + aplicação diária de gel fluoretado (12500 ppm F) por 4 minutos (DF+G). Após quatro semanas, os espécimes foram avaliados com relação ao conteúdo de flúor e conteúdo mineral (microradiografia). As lesões tratadas com DF+G sofreram maior grau de remineralização (ganho de 27% em volume mineral) do que as tratadas somente com DF (ganho de 11%). A deposição de mineral ocorreu também nas regiões mais profundas das lesões em ambos os grupos, mas diferenças estatisticamente significantes foram observadas somente na camada superficial. O conteúdo de flúor formado no grupo DF+G foi significativamente maior do que no grupo DF.

Yamazaki et al. (2007), em estudo in vitro, teve o objetivo de determinar o efeito do flúor sobre (1) a desmineralização do esmalte dental humano hígido e (2) a progressão da lesão de cárie artificial. Para isso, secções finas de esmalte humano normal foram expostas a soluções subsaturadas em relação ao esmalte do dente com um grau semelhante ao encontrado no fluido da placa dental, após a exposição a sacarose, in vivo, contendo uma concentração de flúor (0-0,38 ppm). Alterações minerais foram monitoradas durante 98 dias, usando microradiografia quantitativa. O efeito do flúor (1,0-25,0 ppm) na progressão da lesão de cárie artificial foi igualmente estudado. Concluiu-se que as maiores concentrações de fluoreto são necessários para impedir a progressão de lesões de cárie sob condições in vivo, já que a difusão de íons de minerais, que promovem a remineralização, tem o limitador da velocidade.

2.1.4 Infiltração de Cárie

Robinson et al. (1976) foram os primeiros a descrever que os materiais resinosos são capazes de penetrar em lesões cariosas e que essa penetração sela os poros, reduzindo-os. Porém, na época, o material estudado era inadequado para a aplicação clínica devido a sua toxicidade.

A partir de então, novos estudos foram realizados com materiais disponíveis comercialmente e observou-se que os sistemas adesivos e os selantes resinosos de fossas e fissuras podem penetrar nas lesões de cárie, pelo menos parcialmente (Rodda, 1983; Goepferd, Olberding, 1989; Donly, Ruiz, 1992; Robinson et al., 2001; Gray, Shellis, 2002; Schmidlin et al., 2004).

Em 2006, um grupo de pesquisadores alemães começou a testar os sistemas adesivos e os selantes resinosos, já utilizados na odontologia, para selar a superfície dos poros das manchas brancas, buscando informações quanto à capacidade de penetração desses materiais nas lesões iniciais de cárie em esmalte. Os resultados mostraram que eles foram capazes de penetrar no interior desses orifícios, preenchendo-os, e após serem fotopolimerizados formaram uma barreira que impediu a progressão da lesão. Além disso, observou-se que esses materiais também atuaram como reforço mecânico à essa estrutura que se encontrava fragilizada, devido à perda de minerais (Paris et al., 2006).

Continuando essa linha de pesquisa, Meyer-Lueckel et al. (2006) avaliaram *in vitro* a influência do tempo de aplicação dos sistemas adesivos e selantes resinosos de fossas e fissuras, quando aplicados por 15 e 30 segundos, verificando o comportamento de penetração no interior da lesão artificial em esmalte. Os resultados mostraram que o maior tempo de aplicação promoveu maior penetração dos materiais resinosos

na lesão, pois os mesmos são impulsionados principalmente por forças capilares, devido ao diâmetro dos poros serem variáveis nas diferentes profundidades da lesão. Considerando as limitações de um estudo *in vitro*, concluiu-se que o tempo de aplicação de 30 segundos deveria ser utilizado para aprimorar o selamento da lesão resultando em profundidades de infiltração maiores e com camadas resinosas mais compactas.

Considerando que a infiltração dos materiais resinosos ao interior das lesões em esmalte é impulsionada principalmente por forças capilares, a pequena quantidade de poros presente na camada superficial da lesão poderia interferir e dificultar a penetração dos mesmos (Meyer-Lueckel et al., 2006). Portanto, o mesmo grupo de pesquisadores avaliou o efeito da remoção dessa camada mineralizada, por meio do condicionamento ácido, para favorecimento de uma melhor e mais profunda infiltração da resina no interior da lesão. Assim, novos experimentos foram realizados testando o ácido fosfórico a 37% e duas concentrações de ácido clorídrico (5% e 15%) para o condicionamento dessa superfície, e concluíram que o ácido clorídrico a 15% é o mais adequado para um bom condicionamento (Meyer-Lueckel et al., 2007), principalmente em lesões naturais de cárie em esmalte, tanto em dentes permanentes (Paris et al., 2007c) como em dentes decíduos (Paris et al., 2010a). Além disso, verificou-se que o ácido clorídrico deve permanecer sobre a superfície dentária por 120 segundos para conseguir romper toda a camada mineralizada (Paris et al., 2007c).

Apesar de o condicionamento ácido ser essencial para remover a camada mineralizada e com isso favorecer a infiltração de materiais resinosos no interior da lesão de cárie, os sistemas adesivos pouco penetrava (em média, apenas 58 μm) nas lesões naturais de cárie em esmalte (média da lesão é de 357 μm) (Paris et al., 2007c). Na tentativa de melhorar a capacidade de penetração desses materiais resinosos foram modificadas as propriedades dos sistemas adesivos e

selantes resinosos já estudados e testados diversas misturas monoméricas e elaborados novos compostos experimentais. Em seguida, foi analisada a influencia do coeficiente de penetração desses compostos. O coeficiente de penetração faz parte da equação de Washburn e descreve a penetração dos líquidos (materiais resinosos) em sólidos porosos (esmalte desmineralizado) conduzido por forças capilares. Após a alteração do coeficiente de penetração dos compostos experimentais, observou-se que quanto maior esse coeficiente em um material resinoso, mais rápido ele foi capaz de penetrar no interior da lesão inicial de cárie além de permitir uma completa vedação dos poros. (Paris et al., 2007a). Quando testadas em lesões artificiais, a utilização de misturas monoméricas com coeficientes de penetração maior que 200 cm/seg (infiltrante) apresentaram melhores resultados para a infiltração de cárie (Meyer-Lueckel, Paris, 2008a).

Entretanto, a profundidade de penetração por si só não é o único fator responsável pela inibição da progressão das lesões infiltradas em um ambiente cariogênico. Outras características tais como a estabilidade à hidrólise ou homogeneidade da infiltração da resina poderia influenciar a impermeabilidade da camada de resina e, portanto, a resistência das lesões seladas a ataques cariogênicos (Meyer-Lueckel, Paris, 2008b). Maior atenção foi dada a essas modificações e, após a realização de vários estudos analisando a composição das resinas experimentais de baixa viscosidade, em 2009, foi lançado no mercado, um material resinoso altamente fluido, com alto coeficiente de penetração - o infiltrante Icon® (DMG; Hamburgo, Alemanha), cujo principal objetivo é penetrar nas lesões de mancha branca por cárie em esmalte, tanto em superfícies lisa como interproximal. Em contraste com os sistemas adesivos e selantes resinosos, cujo objetivo é selar os poros com uma camada superficial de material, o infiltrante tem como proposta penetrar na lesão e vedá-la completamente, visando estabelecer uma barreira de difusão no interior dessa lesão. No entanto, diversos estudos começaram

a ser desenvolvidos, buscando aperfeiçoar esse material para a praticidade na aplicação clínica. (Paris et al., 2007b).

Considerando que o tempo de aplicação do material resinoso interfere na profundidade de penetração em lesões cáries, em 2011, foram avaliados os tempos de 0,5, 1, 3 e 5 minutos de contato do Icon® com a superfície da lesão antes da polimerização do material. Chegou-se a conclusão de que a aplicação por 3 minutos era suficiente para uma boa infiltração na lesão cáries (Meyer-Lueckel et al., 2011; Paris et al., 2012). Porém, estudos mais recentes mostraram que com apenas 1 minuto de aplicação do infiltrante a profundidade e homogeneidade de penetração do material foram semelhantes aos valores obtidos com 5 minutos (Sovieiro et al., 2013).

Pesquisas *in vitro* (Paris, Meyer-Lueckel., 2010b) e *in situ* (Paris, Meyer-Lueckel, 2010c) comprovaram a eficiência da aplicabilidade do infiltrante, no entanto, estes estudos apresentam baixo grau de evidência clínica. Posteriormente, estudos clínicos com 18 meses (Paris et al., 2010d) e três anos de acompanhamento (Martignon et al., 2012) concluíram que a infiltração da cárie, na fase inicial de mancha branca, utilizando o infiltrante (Icon®, DMG), foi eficaz para inibir a progressão da desmineralização em superfícies interproximais sob condições altamente cariogênicas.

Em 2013, Paris et al. analisaram a interferência da composição do infiltrante comercial e alguns experimentais e a quantidade de aplicações na lesão de cárie em esmalte artificial quanto a dureza e a progressão da lesão. Quando o infiltrante comercial foi aplicado duas vezes, houve uma melhora na dureza da lesão com resultados benéficos quanto à resistência a desmineralização, pois houve uma compensação da contração de polimerização, promovendo maior preenchimento dos poros no interior da lesão. Concluíram que, dentro das limitações de um estudo *in vitro*, a aplicação do infiltrante aumenta significativamente a dureza e reduz a perda de minerais diante de

desafios cariogênicos quando comparado com lesões não tratadas. Além disso, observaram que a adição de solventes ao material resinoso não melhorou a resistência físico-química das lesões infiltradas e afirmaram que nenhum infiltrante experimental pôde superar o infiltrante comercial (ICON).

Pucci et al. (2013), com o objetivo de avaliar a resistência de união entre a resina composta e o esmalte desmineralizado com a solução de cárie de Queiroz submetido a diferentes tratamentos remineralizadores (saliva e flúor) e infiltrados com ICON, realizaram um trabalho de microtração utilizando Adper Single Bond (3M-ESPE) como adesivo. A conclusão desse trabalho foi que todos os grupos tiveram valor de resistência de união superior ao grupo onde as restaurações foram feitas diretamente sobre o esmalte desmineralizado. A infiltração de cárie com ICON não interferiu nos valores de resistência de união em comparação ao grupo controle.

Subramaniam et al. (2014), com o objetivo de determinar a profundidade da penetração de resina de baixa viscosidade (ICON), em lesões do esmalte criados artificialmente, desmineralizou 20 superfícies de esmalte de pré-molares hígidos, indicado para extração ortodôntica. A área desmineralizada foi infiltrada com ICON de acordo com as instruções do fabricante. Todos os dentes restaurados foram então imersos em solução de azul de metileno, durante 24 horas a 37 °C. Os dentes foram em seguida seccionadas longitudinalmente através da lesão em duas metades. As secções foram observadas ao estereomicroscópio e, usando software Motic, observou-se que a profundidade máxima de penetração do material de resina era de $6,06 \pm 3,31 \mu\text{m}$, mostrando-se eficaz em selar lesões de esmalte e impedir sua progressão.

2.2 Adesão ao Esmalte

Buonocore (1955) observou que a superfície de esmalte podia ser alterada com o emprego de ácido fosfórico a 85%, conseguindo aumento da adesão de materiais acrílicos utilizados para restauração dental.

Gwinnett e Matsui (1967) estudaram, em microscopia óptica e eletrônica, a interface entre diversos materiais adesivos e a superfície de esmalte condicionada com líquido do cimento de fosfato de zinco. Os autores observaram a formação de dedos (tags) de resina na interface onde os monômeros resinosos entraram em contato com a superfície de esmalte condicionada.

Myers et al. (1974) observaram, através de microscopia eletrônica de varredura, adesão em forma de dedos (tags) em esmalte condicionado com solução de ácido fosfórico 50%. Os autores não detectaram este mesmo padrão de adesão em esmalte não submetido a condicionamento com ácido.

Nakamichi et al. (1983) testaram a adesão de três cimentos de poliacrilato de zinco (Carlon, Unident, HY-Bond Carbo-cement), um cimento de ionômero de vidro (Fuji Ionomer Type II-F), um cimento de fosfato de zinco (Crown, Bridge & Inlay Cem.) e duas resinas compostas (Adaptic, Clearfil Bond System F) em esmalte e dentina de dentes bovinos, comparando estes resultados com adesão obtida em esmalte e dentina de dentes humanos. Os resultados mostraram não haver diferença estatisticamente significativa na força de adesão ao esmalte e sobre a camada superficial de dentina, quando se compara dentes bovinos e humanos, apesar dos valores obtidos em dentes bovinos serem sempre um pouco menores.

Rueggeberg e Margeson (1990) examinaram, in vitro, o efeito da inibição provocada pelo oxigênio no potencial de polimerização

de resina sem carga (Command Bonding Resin) aplicada em esmalte bovino previamente condicionado com ácido fosfórico 37% sob diferentes condições atmosféricas: ar ambiente, atmosfera de argônio e combinação das duas anteriores. Os autores observaram conversão de monômeros e valores estatisticamente maiores de resistência ao cisalhamento no grupo onde o material resinoso foi aplicado sob atmosfera de argônio.

Rueggeberg et al. (1994) investigando o impacto da variação da intensidade da fonte de luz e a duração da exposição sobre a polimerização de resina composta em diferentes profundidades in vitro, concluíram: 1) os incrementos de resina não devem ser maiores que 2 mm a fim de se obter uma polimerização uniforme e máxima deste material; 2) se a intensidade de luz atingir valores menores que 233 mW/cm^2 , é recomendável a troca da lâmpada do aparelho e 3) uma intensidade mínima de 400 mW/cm^2 é recomendável para a polimerização rotineira de resinas compostas ativadas por luz.

Pashley e Tay (2001) investigaram, através de microscopia eletrônica de varredura (MEV) e microscopia eletrônica de transmissão (MET), a eficácia do condicionamento e extensão da penetração de resina fluida de três sistemas adesivos autocondicionantes (Clearfil Mega Bond, Non-Rinse Conditioner, Prompt L-Pop) em esmalte aprismático. Compararam os resultados com os de grupo controle (All-Bond2), onde as amostras foram condicionadas com ácido fosfórico 32%, por 15 segundos. Os resultados mostraram que os padrões de condicionamento do esmalte aprismático, revelados em MEV e a morfologia de camada híbrida subsuperficial, revelada em MET, variaram de acordo com a agressividade do sistema adesivo autocondicionante. O sistema Clearfil Mega Bond exibiu os padrões de condicionamento mais suaves, enquanto o sistema Prompt L-Pop produziu efeito de condicionamento semelhante ao do grupo controle, condicionado com ácido fosfórico.

Ibarra et al. (2002) avaliaram, in vitro, a resistência

adesiva de dois sistemas adesivos autocondicionantes (Clearfil SE Bond e Prompt L-Pop), comparados com sistema adesivo de estratégia condicione&lave (Scotchbond Multi-Purpose), aplicados em superfície de esmalte prismática e aprismática de dentes bovinos. Concluíram que os valores de adesão dos sistemas autocondicionantes foram similares ao do sistema empregado na estratégia condicione&lave e que o preparo superficial do esmalte não influenciou na força de adesão de nenhum dos materiais testados.

Shimada et al. (2002) compararam, *in vitro*, a resistência adesiva ao microcislamento de sistema adesivo monocomponente (Single Bond) e sistema adesivo autocondicionante (Clearfil SE Bond) em esmalte decíduo e permanente. Os autores não encontraram diferenças estatisticamente significantes nos valores de adesão entre o esmalte decíduo ou permanente ou entre os sistemas adesivos utilizados.

Van Meerbeek et al. (2003) escrevem artigo sobre adesão em esmalte e dentina. Classificam a adesão em tecidos dentais em três estratégias: condicionamento total, autocondicionamento e enfoque de ionômero de vidro. O mecanismo básico de adesão ao esmalte e dentina destes três tipos de estratégia é demonstrado através de estudos ultramorfológicos e caracterização química da interface dente-biomateriais.

Inoue et al. (2003) compararam, *in vitro*, a resistência adesiva de três sistemas de adesão autocondicionantes de um passo (One-up Bond F, Prompt L-Pop e PQ/Universal SE), 03 sistemas de adesão autocondicionantes de dois passos (Clearfil SE Bond, NRC/Prime&Bond NT, UniFil Bond), quatro sistemas de adesão monocomponentes (Excite, Optibond Solo Plus, PQ/Universal TE e Scotchbond 1) e um sistema de adesão de dois componentes (Optibond FL- controle) ao esmalte, através de teste de microtração. As restaurações foram confeccionadas com resina composta Z-100. Os únicos sistemas adesivos que apresentaram valores de resistência

estatisticamente menores aos obtidos pelo grupo controle foram One-up Bond F e PQ/Universal SE.

Kiremitçi et al. (2004) investigaram, *in vitro*, a efetividade de dois sistemas adesivos autocondicionantes (Clearfil SE Bond e Prompt L-Pop) e um sistema adesivo monocomponente (Prime & Bond NT), na adesão de resina composta (TPH Spectrum) no esmalte e na dentina, através de teste de cisalhamento. O sistema adesivo Prompt L-Pop apresentou resultados de adesão em esmalte e dentina estatisticamente maiores quando comparado com os sistemas Clearfil SE Bond e Prime & Bond NT. Não houve diferença estatisticamente significativa entre os resultados de adesão ao esmalte e dentina quando se comparou os 02 últimos sistemas adesivos.

Lopes et al. (2004) compararam, *in vitro*, a resistência ao cisalhamento de cinco sistemas adesivos autocondicionantes (Adper Prompt Self-Etch, OptiBond Solo Plus Self-Etch, AdheSE, Tyrian e Clearfil SE Bond) e de um sistema adesivo monocomponente (Single Bond) aplicados sobre superfície aplainada de esmalte bovino. Os resultados mostraram que apenas o sistema adesivo autocondicionante Clearfil SE Bond conseguiu resistência adesiva comparável ao sistema adesivo Single Bond, Adper Prompt Self-Etch e AdheSE apresentaram valores intermediários de adesão, enquanto Tyrian e OptiBond Solo Plus Self-Etch exibiram os resultados mais baixos.

Miguez et al. (2004) realizaram um estudo com o propósito de avaliar a durabilidade dos adesivos autocondicionantes Clearfil SE Bond (Kuraray) e ABF (Kuraray) e adesivo convencional One-Step (Bisco). Através dos resultados dos teste de microtração, os autores observaram que os valores de resistência adesiva mantiveram estáveis após um ano de armazenagem em água para o sistema adesivo convencional One-Step, enquanto que para os sistemas adesivos autocondicionantes a resistência adesiva aumentou com o tempo de armazenagem.

Osorio et al. (2009) realizaram um estudo para avaliar a degradação da interface resina-esmalte. Nas superfícies aplainadas de esmalte, aplicou-se diferentes sistemas adesivos: dois adesivos convencionais (Single Bond/3M ESPE e Prime & Bond NT/Dentsply), três adesivos autocondicionantes de dois passos (Clearfil SE Bond/Kuraray, Resulcin Aqua Prime/Merz e condicionamento com NRC-Non-Rinse Conditioner + Prime & Bond NT/Denstply) e dois adesivos autocondicionantes de passo único (Etch & Prime/Degussa e Prompt L-Pop/3M ESPE). Em seguida, os dentes receberam restaurações de resina composta Tetric Ceram (Ivoclar-Vivadent) e foram armazenados por 6 meses e 1 ano, seccionados e submetidos ao teste de microtração. Como resultados, os autores observaram que todos os sistemas adesivos apresentaram resistência adesiva similar no tempo de 24h. Todos os adesivos autocondicionantes de passo único e o adesivo autocondicionante de dois passos Resulcin Aqua Prime apresentaram redução da resistência adesiva nos tempos de 6 meses e 1 ano de armazenagem. Os sistemas adesivos convencionais e o sistema adesivo autocondicionante de dois-passos Clearfil SE Bond foram os únicos adesivos capazes de manter os valores de resistência adesiva após 1 ano de armazenagem indireta à água.

Reis et al. (2009) realizaram um estudo para avaliar morfologicamente, inicial e a longo prazo, a resistência adesiva de sistemas adesivos autocondicionantes de dois-passos (Clearfil SE Bond) e passo único . (Clearfil S3 Bond /Kuraray, Adper Prompt L-Pop /3M ESPE, iBond /Heraeus-Kulzer). Após os procedimentos restauradores, os dentes foram armazenados por 24 horas em água, seccionados e submetidos ao teste de microtração em três períodos de tempo: imediato, 6 meses e 12 meses. Como resultados, os autores observaram que os dentes que foram submetidos ao desgaste com carboneto de Silício e brocas apresentaram valores de resistência adesiva similares entre si e maiores que o grupo com esmalte íntegro. Não foram observadas

diferenças significantes entre os períodos de armazenagem, exceto para o grupo que utilizou o adesivo autocondicionante de passo único Clearfil S3 Bond, que demonstrou aumento de valores de resistência adesiva após 12 meses de armazenagem.

Hanabusa et al. (2012) teve o objetivo de testar se um novo adesivo de uma etapa pode ser aplicado de uma forma multi-uso, ou seja, utilizar-se de um condicionamento ácido total, seletivo em esmalte ou auto-condicionante. Para isso, utilizaram-se do teste de microtração e da análise ultra-estrutural da interação interfacial em microscopia eletrônica de transmissão de esmalte e dentina. Concluiu-se que enquanto o uso do ácido fosfórico seletivo em esmalte definitivamente melhorou os valores de resistência de união, deve-se ter mais cuidado com o condicionamento com ácido fosfórico adicional da dentina. Embora a resistência de união não ter sido reduzida, a interface adesiva resultante apareceu ultra-estruturalmente mais vulnerável à biodegradação.

Ozer e Blatz (2013) realizaram uma revisão de literatura sobre sistemas adesivos autocondicionantes e de condicionamento total utilizados na clínica odontológica. Sistemas adesivos de condicionamento total necessitam do ácido fosfórico para pré-tratamento dos tecidos dentais duros antes da aplicação de um adesivo. Adesivos autocondicionantes contêm monômeros ácidos, que condicionam e hibridizam o dente simultaneamente. Ambos os sistemas devem formar uma camada híbrida como resultado da aplicação do sistema adesivo no esmalte ou dentina. Apesar da tendência atual ser ir em direção a menos passos e simplificação da aplicação clínica, sistemas adesivos dentinários de uma etapa apresentam força de ligação mais baixa forças e menos previsível do que os sistemas de condicionamento total e autocondicionantes de mais passos. As evidências disponíveis hoje sugerem que a escolha entre os sistemas autocondicionantes e de condicionamento total são muitas vezes uma questão de preferência pessoal. Em geral, o ácido fosfórico cria um padrão de condicionamento

mais pronunciada e de retenção em esmalte de melhor qualidade. Portanto, sistemas adesivos de condicionamento total são muitas vezes preferido para restaurações indiretas e quando grandes áreas de esmalte ainda estão presentes. Por outro lado, os adesivos autocondicionantes fornecem uma força de ligação superior e mais previsível para dentina e são, por isso, recomendado para restaurações de resina composta direta, especialmente quando predominantemente apoiada pela dentina.

2.3 Resistência adesiva pelo teste de microtração

No final da década de 80, autores começaram a relatar problemas decorrentes dos ensaios de tração e cisalhamento para avaliação da resistência adesiva.

Van Noort et al. (1989) realizaram um estudo com o objetivo de avaliar as mudanças de resistência adesiva nos testes pela análise de elementos finitos. Observaram que os testes de tração e cisalhamento são altamente dependentes da geometria do arranjo desses e dos materiais envolvidos. Adicionalmente, o teste de tração apresentava potencial limitado para padronização e reprodução dos valores reais de adesão. Concluíram que há necessidade de uma padronização para medir a resistência adesiva e fornecer uma comparação universal válida entre diferentes agentes de união.

O teste de microtração para análise da resistência adesiva foi introduzido por Sano et al. (1994). Os autores reduziram as dimensões dos espécimes utilizados nos testes de tração afim de conseguir avaliar a resistência adesiva em pequenas áreas. A interface adesiva era reduzida de espessura com o auxílio de brocas diamantadas em alta velocidade promovendo formato de ampulheta. Os autores variaram a espessura e a largura da interface adesiva e em seguida, foi

realizado os testes de resistência à microtração em máquina de ensaios universais. Os resultados mostraram que a resistência de união foi inversamente proporcional à área da superfície adesiva. Com isso, os autores observaram que a resistência adesiva é inversamente proporcional à área da superfície aderida e que o teste de microtração promove naturalmente falhas adesivas. Os autores concluíram que esse novo método de resistência à microtração permite medir altos valores de resistência adesiva sem falhas coesivas em dentina e que permite múltiplas medidas de apenas 1 dente.

Em 1998, Armstrong et al. realizaram um estudo com o propósito de determinar a resistência adesiva de dois sistemas adesivos utilizando a nova proposta de Sano et al. (1994), avaliação da resistência adesiva pelo teste de microtração, e verificar o tipo de falha para cada espécime com MEV. Os autores utilizaram superfície de dentina de molares humanos, que receberam os adesivos All-Bond (Bisco) e Optibond FL (Kerr) de acordo com as indicações dos fabricantes. Após os procedimentos restauradores, os dentes foram seccionados, produzindo cerca de 6 - 7 palitos cada, que foram submetidos ao teste de microtração e as fraturas analisadas por MEV. Os autores observaram que os adesivos não apresentaram diferenças de resistência adesiva significativas entre eles; 60% das fraturas do adesivo All-Bond e 35% das fraturas do adesivo Optibond FL ocorreram na interface; 55% das fraturas foram consideradas coesivas. Os autores concluíram que esse novo método de avaliar a resistência de união permite múltiplas medições de um único dente e de áreas restauradas pequenas, mas a interpretação do tipo de falha deve ser cuidadosa para prevenir inadequadas conclusões sobre a utilidade do teste.

Loguercio et al. (2005) realizaram um estudo com o propósito de avaliar variabilidade intra-dentes e entre-dentes do teste de resistência de união à microtração utilizando dois diferentes sistemas adesivos (Single Bond/3M ESPE e One Step/Bisco) na dentina. Após os

procedimentos restauradores com a resina composta Filtek Z-250 (3M-ESPE), os dentes foram seccionados em palitos de microtração, com interface adesiva de 0,8 mm². Os palitos obtidos foram submetidos ao teste de resistência à microtração e a fratura foi observada microscopicamente (400x de aumento). Para a análise estatística, os autores observaram a variância de efeito randomizado (entre-dente) e a variância dos erros (intra-dentes). Os autores identificaram como resultados, que a variabilidade intra-dentes foi superior à variabilidade entre-dentes, concluindo, portanto, que palitos do mesmo dente não podem ser considerados como unidade experimental, uma vez que não preenchem todos os requisitos para utilização do modelo estatístico ANOVA. Portanto, a unidade experimental considerada deverá ser o dente.

Roulet e Van Meerbeck (2007) escreveram uma carta ao leitor na revista internacional *Journal of Adhesive Dentistry*, com o objetivo de elucidar alguns pontos controversos da análise estatística para os testes de resistência de união à microtração. Primeiro, os palitos de um mesmo dente não podem ser considerados de forma independente, e sim dependentes. Como solução para esse problema, os autores sugerem realizar o cálculo do valor médio dos palitos em cada dente, garantindo a independência das amostras e reduzindo a variabilidade dos dados. Segundo, com relação às falhas pré-teste: 1 – o fato de atribuir o valor zero a cada falha penaliza em muito o corpo de prova, como se ele não apresentasse nenhuma resistência adesiva; 2 - a atitude de desconsiderá-las e de excluí-las da análise estatística não expressa a realidade, subestima a real resistência adesiva. Como solução para o problema das falhas pré-teste, os autores sugerem que, se a falha for adesiva, considerar o menor valor do grupo obtido, para obter uma normalidade entre os resultados; se a falha for coesiva (esmalte, dentina ou resina), desconsiderar o palito, pois ocorreu uma falha na adesão desse palito. O

importante é que o autor reporte sempre quais falhas foram incluídas na análise estatística e como procederam em relação à análise estatística.

Em 2007, Camargo et al. realizaram uma revisão de literatura com o propósito de abordar as análises controversas do teste de microtração. Nessa revisão eles salientam as vantagens desse teste: a obtenção de uma grande amostra de palitos ou espécimes a partir de um único dente ou poucos dentes para cada grupo experimental; redução do coeficiente de variação do método; redução o número de falhas coesivas; possibilidade de estudar diferentes regiões em um mesmo elemento dental; facilidade de avaliar o tipo de fratura por análise em MEV. Entretanto, quando considera-se o palito a unidade experimental, e não o dente (valor da média dos palitos por cada dente), ocorre uma falha estatística, pois os dados são tratados de forma independente quando na verdade são dependentes, pois os palitos provenientes do mesmo dente foram submetidos ao mesmo tratamento. Portanto, leva-se em consideração a média calculada dos espécimes testados para cada dente, sendo a unidade experimental o dente e não o palito.

Beloica et al. (2010) realizaram um estudo com o objetivo de avaliar a resistência adesiva ao esmalte dental utilizando os sistemas adesivos autocondicionantes de passo único (Bond Force /Tokuyama, AdheSE One /3M ESPE, Xeno V /Dentsply). e convencionais de condicionamento total (Prime & Bond NT /Dentsply), comparando a confiabilidade dos testes de micro-cisalhamento e microtração. Após os procedimentos restauradores, os dentes foram seccionados em palitos de microtração (4 dentes por grupo). Também foram confeccionados 12 dentes por grupo para o teste de micro-cisalhamento. Os palitos de microtração que falharam (falhas pré-teste) foram incluídos na estatística, atribuindo o menor valor de microtração obtido dentro da condição ou grupo experimental. Os autores concluíram que a resistência adesiva ao esmalte dental dos adesivos autocondicionantes de passo único foi inferior comparado ao sistema adesivo convencional; e que o teste de

micro-cisalhamento pode ser mais preciso que o teste de microtração para avaliar a resistência de união entre os adesivos autocondicionantes de passo único o substrato esmalte.

3 PROPOSIÇÃO

O objetivo desse estudo foi avaliar, por meio de teste de microtração, a resistência de união de restaurações de resina composta confeccionadas em esmalte hígido, desmineralizado, desmineralizado e remineralizado com saliva, desmineralizado e remineralizado com flúor e desmineralizado e infiltrado com material resinoso utilizando dois sistemas adesivos (condicionamento total e autocondicionante).

Também foi avaliado a influência do envelhecimento dessas restaurações nos valores de resistência de união por meio do uso de ciclagem térmica.

As hipóteses de nulidade testadas foram:

- H01) Os diferentes tratamentos (desmineralização, remineralização com saliva artificial e flúor e infiltração resinosa da lesão de cárie) não influenciam a resistência de união entre o esmalte e a resina;
- H02) Os diferentes sistemas adesivos (condicionamento total e autocondicionante) não influenciam a resistência de união ao esmalte;
- H03) A ciclagem térmica não influencia a resistência de união ao esmalte.

4 MATERIAL E MÉTODOS

4.1 Delineamento experimental

Unidades experimentais: dentes bovinos.

Fatores de estudo:

- Esmalte em 5 níveis (Esmalte hígido, esmalte desmineralizado, esmalte desmineralizado+saliva, esmalte desmineralizado+flúor e esmalte desmineralizado+infiltrante ICON);
- Sistemas adesivos em 2 níveis (Convencional e Autocondicionante);
- Ciclagem térmica em 2 níveis (Presença e Ausência).

Variável de resposta:

- Resistência de união (Mpa)

4.2 Adequação e preparo dos dentes

Foram utilizados 240 incisivos bovinos recém-extraídos, limpos e armazenados em água destilada e em freezer à -20 °C por até 2 meses até a sua utilização (Tittley, 1998) (Figura 1A). Inicialmente, as

raízes foram seccionadas com disco de diamante número 545 (Dremel – Street Racine, Wisconsin, EUA) em peça de mão a uma distância de 2 mm da junção esmalte/cimento (Figura 1B). Somente as coroas dentárias foram utilizadas (Figura 1C). A superfície do esmalte dos espécimes foi aplainada, pelo mesmo operador, utilizando discos de lixas d'água de granulações 400 e 600, montados em politriz (DP-10, Panambra, São Paulo-SP, Brasil), sempre em presença de água, mantendo-se uma pressão uniforme e constante (Figura 1D) para a obtenção de uma superfície lisa e plana de esmalte de aproximadamente 5 x 5 mm (Figura 1E).

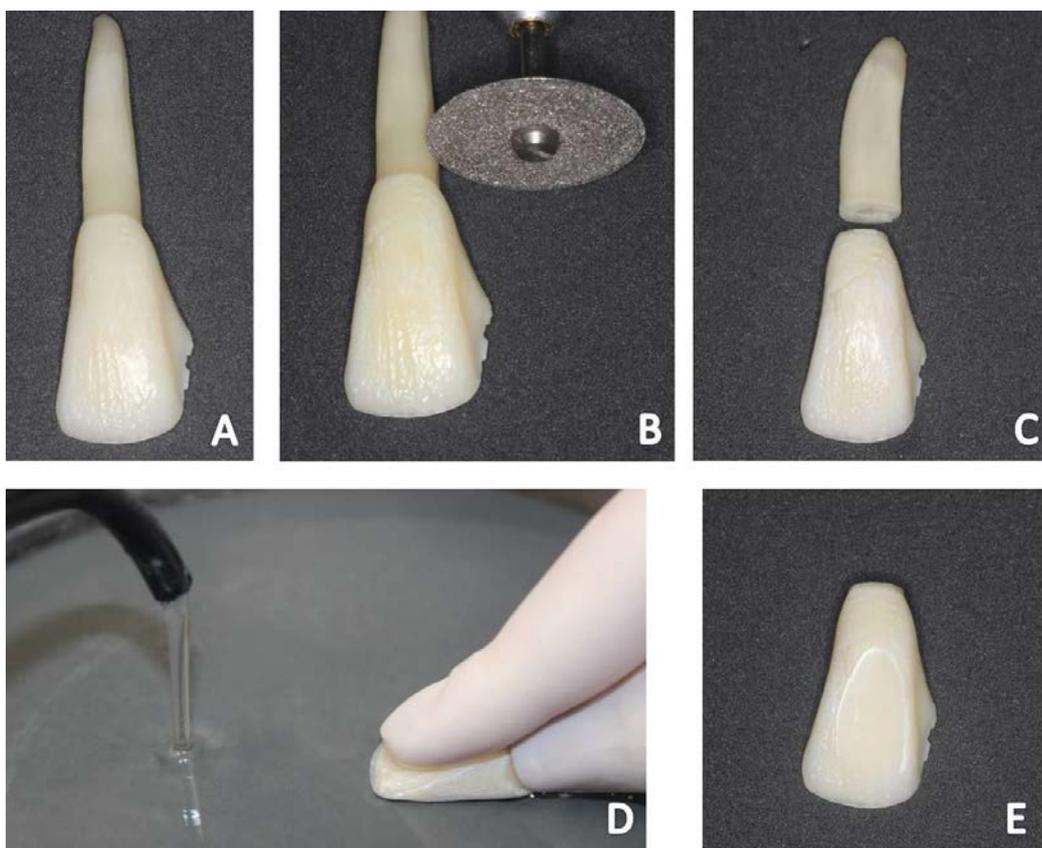


Figura 1 - Figura representa o preparo dos espécimes. A) Dente bovino; B) Secção das raízes; C) Raíz descartada e coroa; D) Desgaste da superfície do esmalte em politriz; E) Superfície do esmalte aplainada.

Após a padronização das superfícies do esmalte, os dentes preparados foram posicionados em uma matriz de silicone –

Rodhorsil (Clássico, São Paulo, SP, Brasil) com medidas internas de 2 cm de diâmetro e 1,5 cm de altura com a face vestibular desgastada apoiada na sua base (Figura 2A). A seguir, resina acrílica incolor autopolimerizável (Jet-Artigos Odontológicos, Clássico, São Paulo, SP, Brasil) foi vertida na fase plástica até o completo preenchimento da matriz (Figura 2B) e o conjunto foi imerso em água gelada até a completa polimerização. Em seguida, os dentes embutidos em resina acrílica foram removidos do molde (Figura 3C) e a smear layer foi padronizada com lixas d'água (granulação P600, FePa-P, Struers, Ballerup, Dinamarca) em politriz circular sob refrigeração abundante de água, mantendo-se o contato do espécime com a superfície da lixa por 30s (Figuras 2D, 2E e 2F).

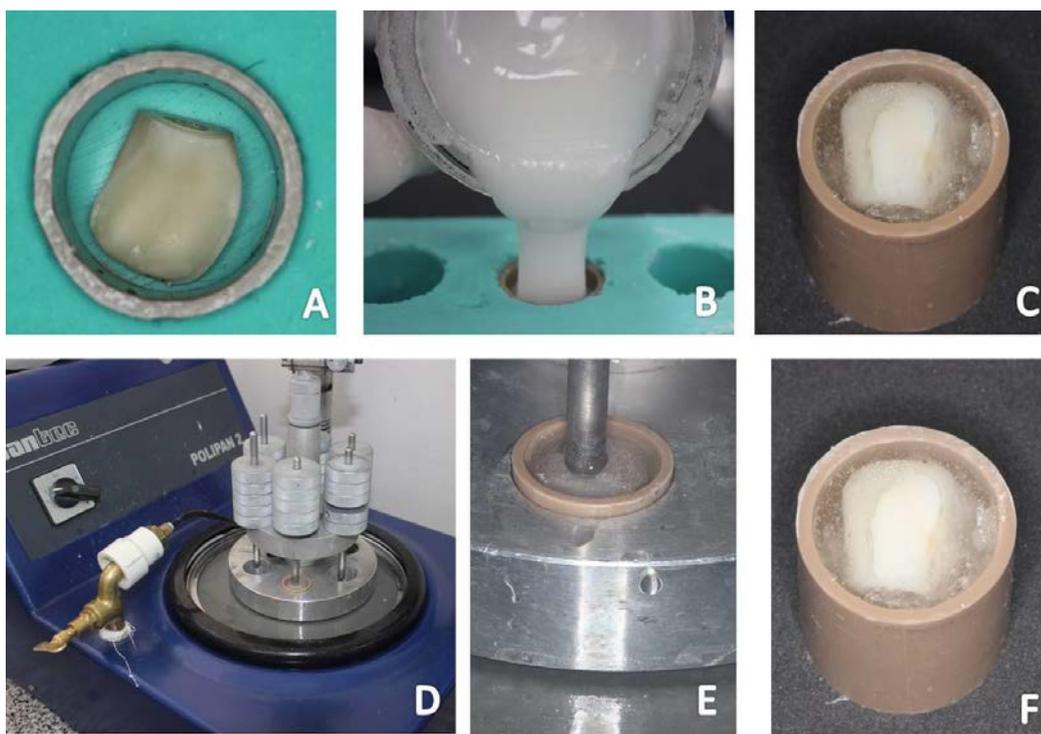


Figura 2 - Figuras representativas do preparo dos espécimes. A) Posicionamento da coroa em matriz de silicone com a face vestibular apoiada na base; B) Inclusão em resina acrílica; C) Dentes incluídos em resina acrílica sem polimento; D) Padronização da smear layer com lixas d'água de granulações 600 em politriz circular sob refrigeração abundante de água; E) Vista aproximada dos dentes em politriz circular; F) Dentes incluídos e polidos.

4.3 Adequação dos grupos

Após a padronização os espécimes (n = 240), eles foram divididos igualmente em dois grupos: Grupo A - Esmalte sem tratamento (íntegros) (n = 48) e Grupo B - Esmalte Desmineralizado (n = 192). O grupo B foi subdividido de acordo com o tratamento recebido pelo esmalte: B1 - Apenas desmineralizado (n = 48), B2 - Remineralizado com saliva artificial (n = 48), B3 - Remineralizado com flúor (n = 48) e B4 - Infiltrado com ICON[®] (DMG) (n = 48). Em cada grupo, a adesão foi testada com dois sistemas adesivos: um adesivo de condicionamento ácido total (n = 24) e um adesivo autocondicionante (n = 24). Os 24 espécimes de cada grupo foram divididos em dois grupos (n = 12), de acordo com a ausência ou presença de ciclagem térmica (Figura 3).

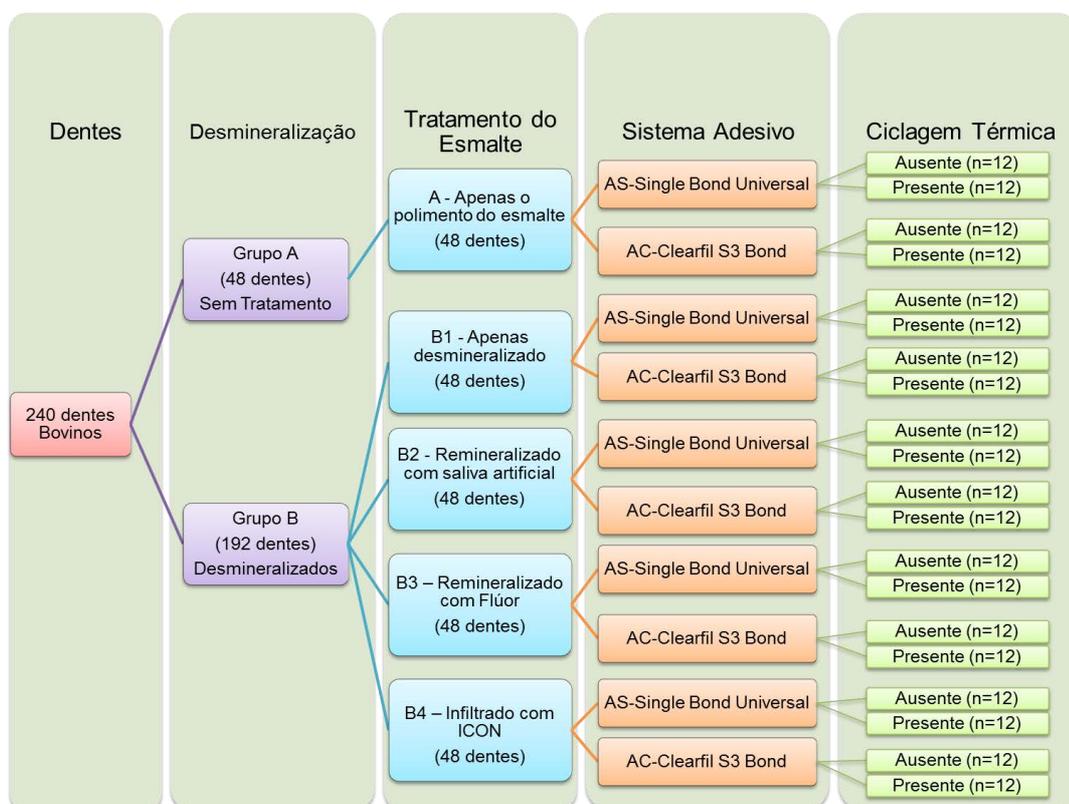


Figura 3 - Delineamento dos grupos da pesquisa.

O Quadro 1 apresenta o nome comercial, fabricante, composição e lote dos materiais utilizados nesse estudo.

Quadro 1- Especificações dos materiais utilizados nos procedimentos adesivos

Material	Marca Comercial	Fabricante	Composição	Lote
Infiltrante	ICON	DMG/Hamburgo, Alemanha	Icon etch: ácido clorídrico 15%, água, sílica pirogênica, pigmentos Icon dry: etanol Icon infiltrant: TEGDMA.	#014614
Ácido fosfórico	Magic Acid	Vigodent/ Rio de Janeiro, RJ	Ácido Fosfórico 37%	003/10
Sistema Adesivo	Single Bond Universal	3M ESPE, St. Paul, MN, EUA	MDP, Bis-GMA, HEMA, diuretano dimetacrilato, copolímero do ácido poliacenóico, canforoquinona, água, etanol, glicerol, dimetacrilato, nanopartículas de sílica.	504834
Sistema Adesivo	Clearfil S3 Bond	Kuraray Medical Inc., Okayama, <i>Japão</i>	MDP, Bis-GMA, HEMA, dimetacrilato hidrofóbico, canforoquinona, etanol, água, sílica coloidal silanizada.	1621
Resina composta	Filtek-Z 350XT	3M ESPE, St. Paul, MN, EUA	Bis-GMA, UDMA, TEGDMA, Bis-EMA, zircônia/nanopartículas de sílica.	8YR

-Grupo A:

A) Esmalte sem tratamento (hígido) (n = 24): grupo controle e não recebendo nenhum tratamento, apenas polimento do esmalte.

-Grupo B: Esse grupo foi submetido ao tratamento para desmineralização e formação de lesão de cárie superficial, onde os corpos de prova permaneceram imersos em solução desmineralizadora. (Buskes et al., 1985) A solução desmineralizante continha 3 mM $\text{CaCl}_2 \bullet 2 \text{H}_2\text{O}$, 3 mM KH_2PO_4 e 50 mM CH_3COOH (pH 5,0). As amostras foram imersas separadamente na solução a 37 °C durante 7 dias. A solução foi renovada diariamente, para manter o pH constante. O volume total de solução utilizada foi calculada utilizando-se 2 ml / mm^2 de área do esmalte e imerso dentro da solução de ácido, sobre um agitador multifuncional Kline a uma velocidade média de 120 rpm, evitando a saturação de ácido em contato com a amostra, o que poderia reduzir sua atividade. Após a desmineralização, os espécimes foram divididos em quatro subgrupos, de acordo com o tratamento que essa superfície desmineralizada recebeu:

B1) Esmalte Desmineralizado (n = 24): Após a desmineralização, não foram submetidos a nenhum tratamento remineralizador;

B2) Esmalte Desmineralizado e remineralizado com saliva (n = 24): Os corpos de prova ficaram imersos durante 8 semanas em saliva artificial. (Gohring et al., 2004) A solução de saliva foi trocada todos os dias;

B3) Esmalte Desmineralizado e remineralizado com flúor (n = 24): Os corpos de prova foram imersos em solução de fluoreto 0,05% durante

1 minuto diariamente por 8 semanas, após a imersão em flúor os corpos de prova foram lavados com água deionizada e imersos em saliva artificial;

- B4) Esmalte Desmineralizado e infiltrado com ICON® (DMG) (n = 24): Os corpos de prova foram infiltrados com o material resinoso. Para infiltração, foi aplicado o Ácido Fosfórico a 37% (Magic Ácid, Vigodent/Rio de Janeiro-RJ, Brasil) por 30 segundos e os corpos de prova foram lavados com água e secos por 30 segundos com jato de ar, depois aplicado o ICON-Dry (DMG) por 30 segundos e secos com jato de ar. Por fim, foi aplicado o ICON-Infiltrant (DMG) por 3 minutos e os corpos de prova fotopolimerizados por 40 segundos de acordo com a indicação do fabricante.

Posteriormente, esses subgrupos foram divididos em dois de acordo com o Sistema Adesivo recebido para a realização das restaurações.

4.4 Aplicação dos sistemas adesivos

Passou-se, então, para a aplicação dos sistemas adesivos: de condicionamento total - Single Bond Universal (3M ESPE) (AS) e autocondicionante - Clearfil S3 Bond (Kuraray Medical Inc.) (AC). Os espécimes que receberam o sistema adesivo Single Bond Universal foram condicionados com ácido fosfórico a 37% por 30 segundos em

esmalte (Figura 4A), seguido de lavagem com jato de água por 20 segundos (Figura 4B) e remoção do excesso de água com jato de ar. Com pincel do tipo microbrush, foram aplicadas duas camadas consecutivas do adesivo Single Bond Universal (Figura 4C) sobre o esmalte condicionado, de forma ativa, agitando o pincel na superfície por 15 segundos (Figura 4D), seguido de secagem para evaporar o solvente por 5 segundos a uma distância padronizada de 10 cm, remoção dos excessos e fotopolimerização por 20 segundos (Figura 4E). Já os espécimes que receberam o sistema adesivo autocondicionante Clearfil S3 Bond (Figura 4F), inicialmente aplicou-se o adesivo de frasco único de forma ativa por 20 segundos (Figura 4G), depois houve a remoção dos excessos, aplicação de leve jato de ar por 5 segundos a uma distância padronizada de 10 cm, e fotopolimerização por 20 segundos (Figura 4H).

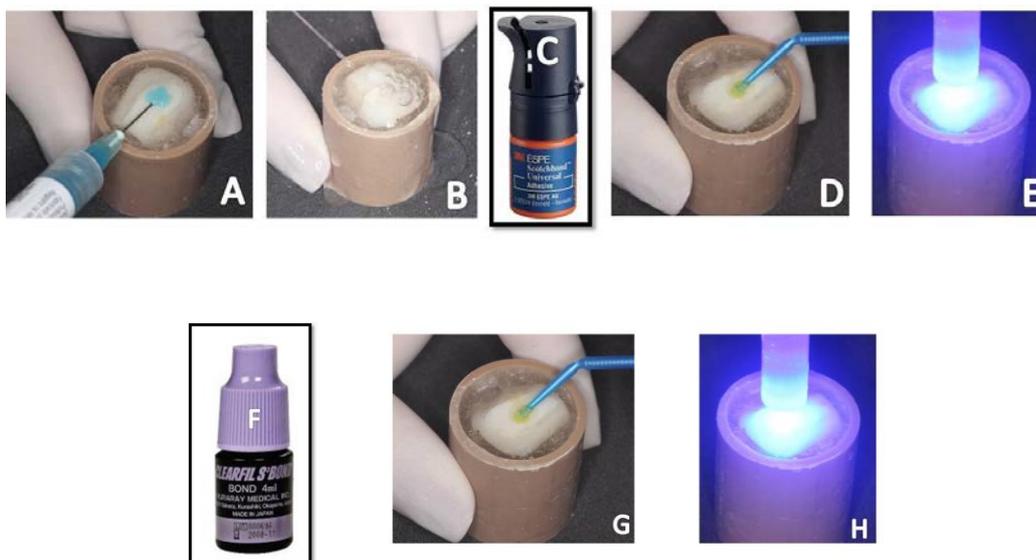


Figura 4 - Passos clínicos para a aplicação dos sistemas adesivos. A) Condicionamento com ácido fosfórico para os grupos que utilizaram o sistema adesivo Single Bond Universal; B) Lavagem com jato de água; C) Sistema Adesivo Single Bond Universal; D) Aplicação do Single Bond Universal de acordo com as especificações do fabricante; E) Fotopolimerização por 20 s; F) Sistema Adesivo Clearfil S3 Bond; G) Aplicação do Clearfil S3 Bond de acordo com as especificações do fabricante; H) Fotopolimerização por 20 s.

4.5 Inserção e polimerização da resina composta

Com auxílio de uma matriz de silicone com dimensões de 4 mm x 4 mm x 2 mm (Figura 5A), a resina composta Filtek Z350 (3M ESPE, MN, Eua, cor A2) (Figura 5B) foi inserida em incrementos de 2 mm (Figura 5C), e foi realizada a fotopolimerização de cada incremento com aparelho o fotopolimerizador à luz de LED calibrado a uma irradiância de 500 mW/cm² (Emitter A, Schuster) por 20 segundos, de acordo com as recomendações do fabricante. A matriz de silicone foi removida (Figura 5D) e cada face do bloco de resina foi fotopolimerizado por mais 20 segundos para complementar sua polimerização. Os dentes restaurados foram armazenados em água destilada em estufa bacteriológica a 37 °C por 24 horas.

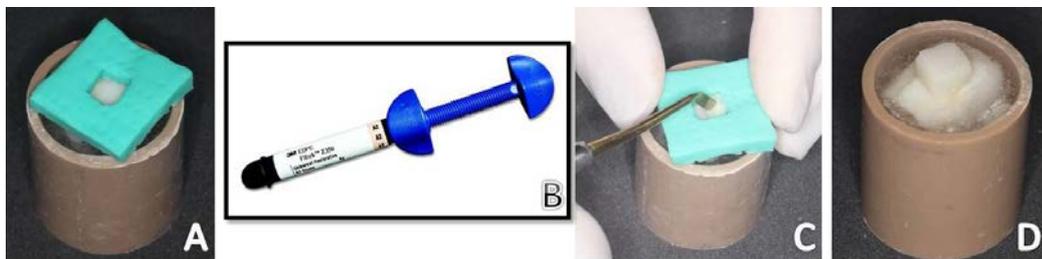


Figura 5 - Inserção e polimerização da resina composta. A) Matriz de silicone posicionada sobre o esmalte; B) Resina Composta Filtek Z350; C) Inserção da resina composta em incrementos oblíquos seguida de fotopolimerização de acordo com as indicações do fabricante; D) Vista dos dentes restaurados.

4.6 Ciclagem térmica

Em razão de uma avaliação para comparar as condições presentes no meio bucal e o envelhecimento das amostras, os espécimes foram divididos em dois grupos: Ciclados e não ciclados. O grupo ciclado

foi submetido a ciclagem térmica por meio da máquina ER 26000 (Erios, Brasil) visando avaliar o comportamento de materiais quando submetidos a grande variação de temperaturas (choque térmico) (Figura 3). Realizou-se a ciclagem térmica em 3 cubas para banho frio (2 °C e 5 °C), quente (50 °C e 55 °C) e intermediário (35 °C e 39 °C). As amostras receberam o processo de ciclagem térmica em água, com as diferentes temperaturas, totalizando 10000 ciclos e com o tempo de permanência dos espécimes em cada banho de 15 segundos (Gale, Darvell, 1999). Por outro lado o grupo não ciclado foi armazenado por um período de 24 horas em estufa a 37 °C sem a ciclagem permitindo a avaliação da influência desse procedimento entre os dois grupos. (Gale, Darvell, 1999)



Figura 6 - Máquina de ciclagem térmica ER 26000 (Erios, Brasil).

4.7 Teste de resistência á microtração

Os corpos de prova (Figura 7A) foram levados para uma máquina de cortes seriados Labcut 1010 (Extec Technologies Inc., Enfield, CT, EUA) utilizando-se um disco de diamante em baixa velocidade (Figura 7B), sob refrigeração abundante. Realizou-se secções paralelas ao longo eixo do dente nos sentidos mésio-distal e vestibulo-lingual (Figura 7C) com espessura aproximada de 1 mm (Figura 7D), obtendo-se palitos de resina composta e estrutura dental (Figura 7E). Os palitos selecionados para o ensaio de microtração foram aqueles em que a área de união permanecia preservada após as secções, e as estruturas adjacentes à interface adesiva deveriam oferecer extensão mínima de 2 mm e ausência de defeito superficial.

A área dos palitos foi medida antes da execução do ensaio mecânico, empregando um paquímetro eletrônico digital (Starrett indústria e Comércio Ltda, São Paulo, SP, Brasil) (Figura 7F). O valor da área e o valor de carga para rompimento da união serviram para calcular a resistência de união à tração em Mega Pascal (MPa) através da seguinte fórmula: $R_m = F/A$, onde: R_m é a resistência à microtração; F é a força aplicada em Kgf; e A é a área de união em mm.

Os espécimes foram fixados com cola de cianoacrilato em gel Loctite 454 (Henkel Loctite Adesivos Ltda, Itapevi, SP, Brasil) no dispositivo de microtração (Odeme, Joaçaba, SC, Brasil) para realização do ensaio de tração na máquina de testes universais (DL-200, EMIC, São José dos Pinhais, PR, Brasil) (Figura 7G). Foi utilizada uma célula de carga de 10 kgf, a uma velocidade de 0,5mm/min segundo as normas descritas no ISO/TR 11405. No momento da fratura, os valores de resistência da união à microtração foram coletados e tabulados para realização da análise estatística.

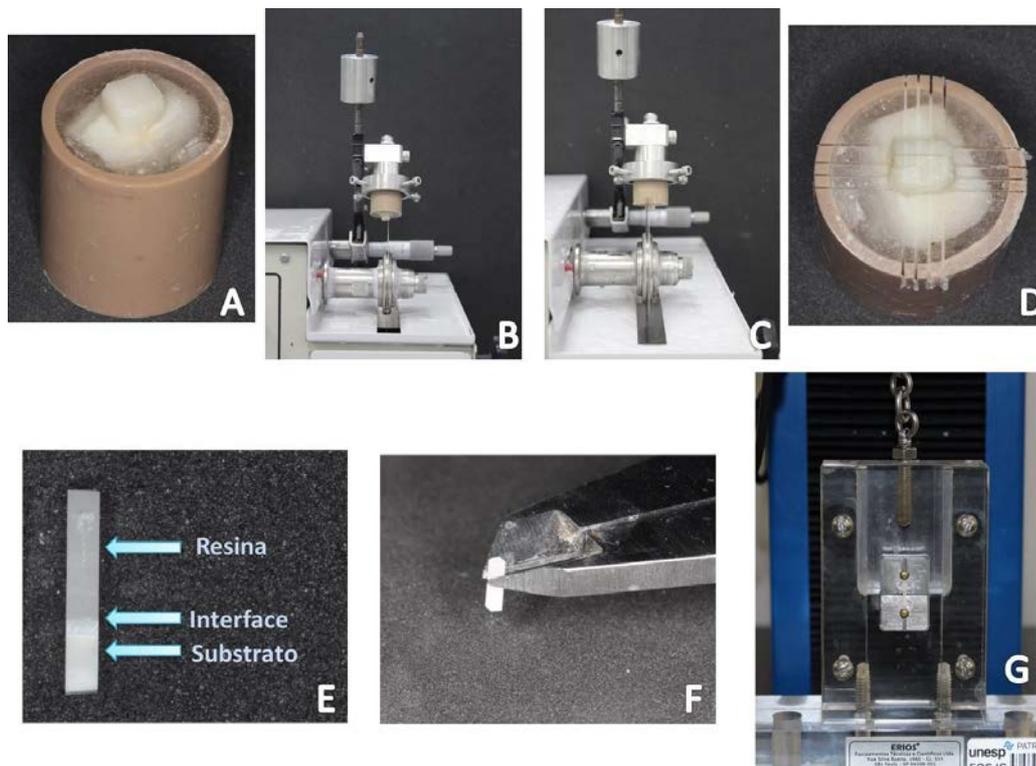


Figura 7 - Figura representa a preparação e o teste de microtração. A) Espécime restaurado; B) Posicionamento dos corpos de prova na máquina de cortes seriados Labcut 1010; C) Secções paralelas realizadas ao longo eixo do dente nos sentidos méso-distal e vestibulo-lingual; D) Visão frontal das secções; E) Palito obtido após as secções; F) Medição da interface adesiva dos palitos empregando-se um paquímetro eletrônico digital; G) Ensaio mecânico de microtração.

Os espécimes fraturados foram corados com hematoxilina a 7% durante 3 minutos e analisados em estereomicroscópio X345 (Discovery V20, Karl Zeiss, Jena, Alemanha) com aumento de 40 vezes para determinação do tipo de fratura:

- Adesiva (Figura 8A) - Fratura na interface adesivo/estrutura dental ou na interface adesivo/resina composta, em mais de 75% da área analisada;
- Mista (Figura 8B) - Fratura sem predominância maior que 75% de qualquer tipo de falha;
- Coesiva no substrato dental (Figura 8C) -

Fratura predominantemente (cerca de 75%) no interior da estrutura dental;

- Coesiva em resina (Figura 8D) - Fratura predominantemente (cerca de 75%) no interior da resina composta.

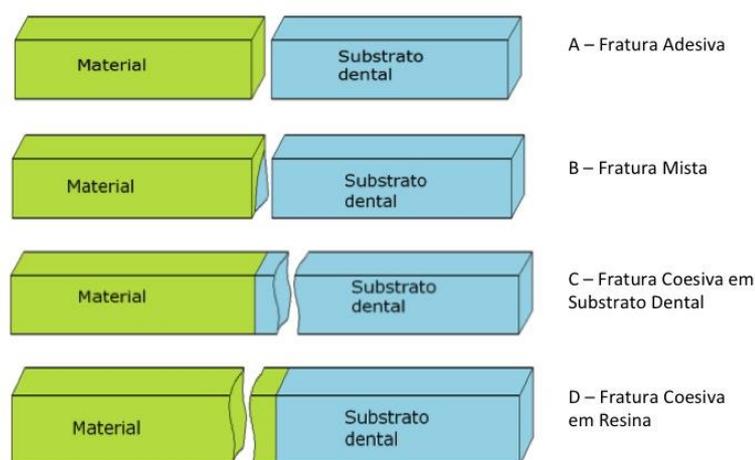


Figura 8 - Tipos de Fratura.

4.8 Análises ilustrativas por microscopia eletrônica de varredura (MEV)

Um novo corpo de prova de cada grupo foi preparado da mesma forma àquela empregada no ensaio mecânico (Figura 9A). Um dente receberá o tratamento semelhante ao realizado no grupo controle. Após as respectivas técnicas de construção dos cubos de resina composta, os espécimes foram seccionados perpendicularmente ao plano de adesão (Figura 9B) separando o cubo em duas metades conjuntamente com as respectivas áreas de adesão e esmalte (Figura 9C). Todos os procedimentos de secção foram com água para evitar o aquecimento dos espécimes.



Figura 9 – A) Detalhe do cubo de resina composta; B) Secção do dente perpendicularmente a interface adesiva; C) Uma porção do espécime já seccionado exibindo a resina composta, a área de adesão e o esmalte.

As metades foram polidas em lixa de granulação decrescente até granulação P4000 (FePa-P, Struers, Ballerup, Dinamarca). Finalmente os espécimes foram condicionados com ácido fosfórico 37% sem sílica (Bisco Inc., Shaumburg, EUA) durante 5 segundos e lavados com água, com a finalidade de remoção da “smear layer” que facilita a visualização da interface adesiva em MEV (Pucci et al., 2013).

Os espécimes foram mantidos em campânula de vidro com sílica por 7 dias para completa desidratação. Em seguida, os espécimes foram montados em stubs, e foi depositada em vácuo uma camada de 4 nm de liga de Au-Pd nas superfícies das amostras (Emitech SC7620 Sputter Coater, Moorestown, NJ, EUA). Posteriormente, as amostras foram examinadas em MEV (Inspect S50, FEI, Hillsboro, Oregon, EUA), com 15 KV de potência. As imagens foram coletadas por meio de um computador acoplado ao MEV.

4.9 Planejamento Estatístico

4.9.1 Planejamento experimental

O experimento seguiu um esquema fatorial do tipo 5 x 2 x 2. Os fatores em estudo foram: Tipo do tratamento do esmalte: A - Sem tratamento; B1 - Esmalte desmineralizado; B2 - Esmalte desmineralizado e remineralizado com saliva artificial; B3 - Esmalte desmineralizado e remineralizado com flúor e B4 - Esmalte desmineralizado e infiltrado com ICON; tipo de adesivo: condicionamento total e autocondicionante; e Ciclagem Térmica: Ausência ou Presença.

A variável resposta foi o valor de MPa obtido no teste de resistência de união. A unidade experimental foi os palitos obtidos através de dentes bovinos (n = 12). As condições experimentais foram designadas aleatoriamente aos dentes preparados. Ou seja, 20 condições experimentais sob 12 repetições, para cada tratamento de esmalte estudado.

4.9.2 Análise dos dados

Para efeito de análise estatística, foi realizada uma média calculada com os espécimes (palitos) testados para cada dente bovino preparado. Foram obtidos 240 dados (Médias de MPa) que foram submetidos à análise estatística por meio dos programas computacionais: MINITAB (Minitab, *version* 14.12, 2004) e STATISTIX (Analytical Software, *version* 8.0, 2007).

Os dados de resistência adesiva (MPa) serão analisados pelo teste da análise de variância (ANOVA) paramétrica e pelo teste de Tukey, sendo adotado o nível de significância de 5% para a tomada de decisões.

5 RESULTADOS

Para avaliar a interação entre o Tratamento do Esmalte, o Sistema Adesivo e a Presença de Ciclagem Térmica, os dados obtidos em nosso experimento foram submetidos ao modelo estatístico da análise de variância (ANOVA) três fatores, após ser avaliada a média e desvio padrão de cada grupo individualmente através da estatística descritiva.

5.1 Estatística descritiva

Na Tabela 1 encontram-se os valores da estatística descritiva e mostra os valores de média e desvio-padrão de resistência de união (MPa) obtidos nos 20 grupos estudados.

Tabela 1 - Análise descritiva para os diferentes grupos em ordem decrescente quanto à resistência adesiva (MPa).

Tratamento da Dentina	Sistema Adesivo	Ciclagem Térmica	Valores em MPa±D-P
Sem tratamento (A)	Single Bond Universal (AS)	Ausente	37,31± 2,46
Sem tratamento (A)	Clearfil S3 Bond (AC)	Ausente	28,65±2,98
ICON (B4)	Clearfil S3 Bond (AC)	Ausente	27,00±2,40
ICON (B4)	Single Bond Universal (AS)	Ausente	26,94±2,38
Sem tratamento (A)	Single Bond Universal (AS)	Presente	26,26±2,06
Saliva (B2)	Single Bond Universal (AS)	Ausente	26,22±3,92
Flúor (B3)	Single Bond Universal (AS)	Ausente	25,20±3,34
ICON (B4)	Single Bond Universal (AS)	Presente	22,60±3,19
ICON (B4)	Clearfil S3 Bond (AC)	Presente	19,58±3,09
Sem tratamento (A)	Clearfil S3 Bond (AC)	Presente	17,17±3,37
Flúor (B3)	Single Bond Universal (AS)	Presente	15,63±2,20
Desmineralizado (B1)	Single Bond Universal (AS)	Ausente	15,40±3,26
Flúor (B3)	Clearfil S3 Bond (AC)	Ausente	12,73±2,56
Desmineralizado (B1)	Single Bond Universal (AS)	Presente	11,70±3,97
Desmineralizado (B1)	Clearfil S3 Bond (AC)	Ausente	11,60±3,71
Saliva (B2)	Clearfil S3 Bond (AC)	Ausente	9,49±3,41
Saliva (B2)	Single Bond Universal (AS)	Presente	9,49±2,51
Desmineralizado (B1)	Clearfil S3 Bond (AC)	Presente	9,09±3,29
Flúor (B3)	Clearfil S3 Bond (AC)	Presente	8,38±3,79
Saliva (B2)	Clearfil S3 Bond (AC)	Presente	6,83±3,53

A Figura 10 apresenta a análise descritiva das médias obtidas nos diferentes grupos de tratamento do esmalte evidenciando as diferenças entre os adesivos utilizados e a ausência ou presença de ciclagem térmica.

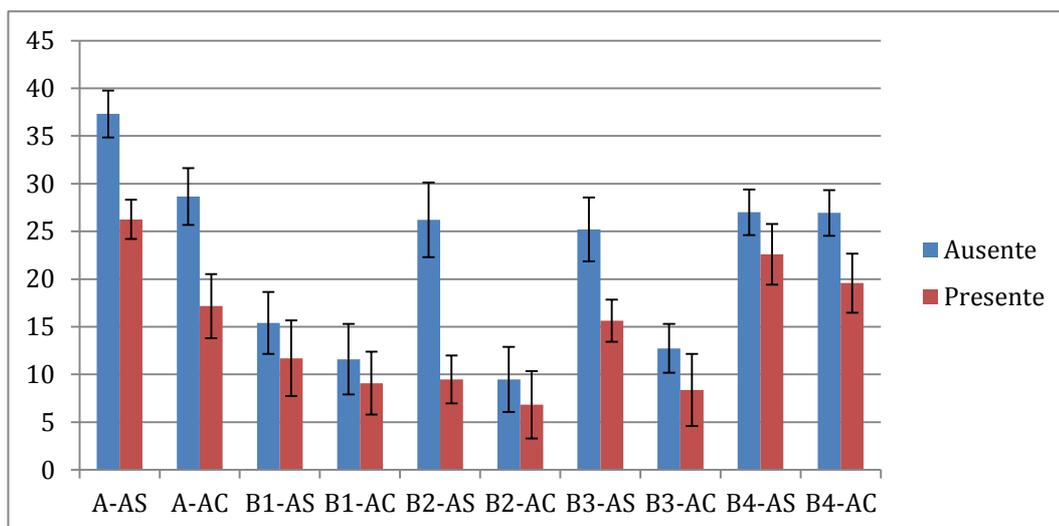


Figura 10 - Gráfico das médias dos diferentes grupos evidenciando as diferenças obtidas entre os adesivos utilizados e entre a ausência ou presença de ciclagem térmica.

A: Grupo Esmalte sem tratamento; B1: Apenas desmineralizado, B2: Remineralizado com saliva artificial, B3: Remineralizado com flúor e B4: Infiltrado com ICON, AS: Sistemas adesivos de condicionamento total (Single Bond Universal) e AC: Sistema adesivo autocondicionante (Clearfil S3 Bond).

5.2 Estatística inferencial

Os dados que foram submetidos à análise de variância (ANOVA) a três fatores obtiveram diferenças estatisticamente significantes nos três fatores individualmente: Tratamento de Esmalte, Sistema Adesivo e Ciclagem Térmica e na interação dos três fatores Tratamento x Adesivo x Ciclagem, considerando um nível de significância de 5% (Tabela 2).

Tabela 2 - Teste de análise de variância (ANOVA) a três fatores

Fatores	GL	QM	F	P
Tratamento do Esmalte	4	2255,96	667,62	0,00*
Sistema Adesivo	1	2696,32	794,94	0,00*
Ciclagem Térmica	1	174,33	517,40	0,00*
TratamentoxAdesivo	4	214,49	63,48	0,00*
TratamentoxCiclagem	4	208,72	61,77	0,00*
AdesivoxCiclagem	1	743,20	219,94	0,00*
TratamentoxAdesivoxCiclagem	4	235,85	69,80	0,00*
Interação	1	81324,52	24066,93	0,00*
Resíduo	220	3,38	---	---

*Diferenças significativas.

GL = Grau de liberdade; SQ = Soma dos quadrados; QM = Quadrado médio; F= Razão; p = p-Valor. *p < 0,05

Aplicou-se o Teste de Tukey (5%) com a finalidade de observar as diferenças significativas nos fatores avaliados (Tabelas 3, 4 e 5).

Na Tabela 3 observam-se os resultados do fator Tratamento do Esmalte para o teste de Tukey. As técnicas Controle e ICON apresentaram média de resistência de união significativamente superior aos demais grupos.

Tabela 3 - Resultado do Teste de Tukey (5%) para o fator Tratamento do Esmalte

Tratamento de Esmalte	Valores em MPa±D-P	Grupos Homogêneos*
Sem tratamento	27,34±7,45	A
ICON	24,03±7,63	A
Saliva	13,78±7,63	B
Flúor	15,10±6,86	B
Desmineralizado	11,76±6,69	B

D-P = Desvio-Padrão.

*Médias seguidas de letras iguais não diferem estatisticamente entre si ($p>0,05$).

Na Tabela 4 observam-se os resultados do fator Sistema Adesivo para o teste de Tukey. O Sistema Adesivo Single Bond Universal apresentou média de resistência de união significativamente superior ao Sistema Adesivo Clearfil S3 Bond.

Tabela 4 - Resultado do Teste de Tukey (5%) para o fator Sistema Adesivo

Sistema Adesivo	Valores em MPa±D-P	Grupos Homogêneos
Single Bond Universal	21,75±13,95	A
Clearfil S3 Bond	15,05±11,04	B

D-P = Desvio-Padrão.

*Médias seguidas de letras iguais não diferem estatisticamente entre si ($p>0,05$).

Na Tabela 5 observam-se os resultados do fator Ciclagem Térmica para o teste de Tukey. Os grupos com Ciclagem Térmica Ausente apresentaram média de resistência de união significativamente superior aos grupos com Ciclagem Térmica Presente.

Tabela 5 - Resultado do Teste de Tukey (5%) para o fator Ciclagem Térmica

Ciclagem Térmica	Valores em MPa±D-P	Grupos Homogêneos
Ausente	21,10±14,52	A
Presente	15,70±9,05	B

D-P = Desvio-Padrão.

*Médias seguidas de letras iguais não diferem estatisticamente entre si ($p>0,05$).

Na Tabela 6 observam-se os resultados do teste de Tukey para a interação entre os fatores Tratamento de Esmalte X Adesivo. O grupo sem tratamento associado ao adesivo Single Bond Universal apresentou média de resistência de união significativamente superior aos demais grupos. O grupo desmineralizado associado ao adesivo Single Bond Universal, e os grupos desmineralizado, Saliva e Flúor associado ao adesivo Clearfil S3 Bond apresentaram valores significativamente inferiores aos demais grupos.

Tabela 6 - Resultados do Teste de Tukey (5%) para a interação entre os fatores Tratamento do Esmalte x Sistema Adesivo

Tratamento do Esmalte	Sistema Adesivo	Valores em MPa±D-P	Grupos Homogêneos
Controle	Single Bond	31,78±5,58	A
	Universal		
ICON	Single Bond	24,77±5,15	B
	Universal		
ICON	Clearfil S3 Bond	23,29±3,67	B
Controle	Clearfil S3 Bond	22,91±4,92	B
Flúor	Single Bond	20,42±6,56	B
	Universal		
Saliva	Single Bond	18,63±8,53	B
	Universal		
Desmineralizado	Single Bond	13,17±4,16	C
	Universal		
Desmineralizado	Clearfil S3 Bond	10,35±5,12	C
Flúor	Clearfil S3 Bond	9,78±4,53	C
Saliva	Clearfil S3 Bond	8,93±4,78	C

D-P = Desvio-Padrão.

*Médias seguidas de letras iguais não diferem estatisticamente entre si ($p > 0,05$).

Na Tabela 7 observam-se os resultados do teste de Tukey para a interação entre os fatores Tratamento do Esmalte x Sistema Adesivo x Ciclagem Térmica. O grupo Sem Tratamento associado ao sistema adesivo Single Bond Universal e associado à Ausência de Ciclagem Térmica apresentou uma média de resistência de união significativamente superior a todos os demais grupos do estudo. Os grupos de Flúor e Saliva associados ao sistema adesivo Clearfil S3 Bond e associado à presença de Ciclagem Térmica apresentou uma média de resistência de união significativamente inferior aos demais grupos desse estudo.

Tabela 7 - Resultados do Teste de Tukey (5%) para a interação entre os fatores Tratamento do Esmalte x Sistema Adesivo x Ciclagem Térmica

Tratamento da Dentina	Sistema Adesivo	Ciclagem Térmica	Valores em MPa±D-P	Grupos Homogêneos
Sem tratamento	Single Bond Universal	Ausente	37,31± 2,46	A
Sem tratamento	Clearfil S3 Bond	Ausente	28,65±2,98	B
ICON	Clearfil S3 Bond	Ausente	27,00±2,40	B
ICON	Single Bond Universal	Ausente	26,94±2,38	B
Sem tratamento	Single Bond Universal	Presente	26,26±2,06	B
Saliva	Single Bond Universal	Ausente	26,22±3,92	B
Flúor	Single Bond Universal	Ausente	25,20±3,34	B
ICON	Single Bond Universal	Presente	22,60±3,19	C
ICON	Clearfil S3 Bond	Presente	19,58±3,09	C
Sem tratamento	Clearfil S3 Bond	Presente	17,17±3,37	C
Flúor	Single Bond Universal	Presente	15,63±2,20	C
Desmineralizado	Single Bond Universal	Ausente	15,40±3,26	C
Flúor	Clearfil S3 Bond	Ausente	12,73±2,56	D
Desmineralizado	Single Bond Universal	Presente	11,70±3,97	D
Desmineralizado	Clearfil S3 Bond	Ausente	11,60±3,71	D
Saliva	Clearfil S3 Bond	Ausente	9,49±3,41	D
Saliva	Single Bond Universal	Presente	9,49±2,51	D
Desmineralizado	Clearfil S3 Bond	Presente	9,09±3,29	E
Flúor	Clearfil S3 Bond	Presente	8,38±3,79	E
Saliva	Clearfil S3 Bond	Presente	6,83±3,53	E

5.3 Análise do tipo de fratura

As Tabelas 8 e 9 apresentam os resultados para o tipo de fratura.

Tabela 8 - Resultados para o tipo de fratura com Ausência de Ciclagem Térmica

Presença de Ciclagem Térmica							
Grupo	Tipos de Fratura						Total
	A(%)	M(%)	CS(%)	CR(%)	FP	PD	
Sem tratamento/ Single Bond Universal	48,5%	34,3%	9,1%	8,1%	9	-	99
Desmineralizado/ Single Bond Universal	3,9%	39,3%	56,8%	-	48	1	51
Saliva/ Single Bond Universal	18,5%	28,5%	53%	-	29	1	70
Flúor/ Single Bond Universal	19,8%	44,7%	35,5%	-	32	-	76
ICON/ Single Bond Universal	46,5%	26,8%	20,7%	6%	26	-	82
Sem tratamento/ Clearfil S3 Bond	43,1%	47,4%	4,2%	5,3%	13	-	95
Desmineralizado/ Clearfil S3 Bond	8,3%	25%	66,7%	-	51	1	48
Saliva/Clearfil S3 Bond	29%	37,1%	33,9%	-	46	-	62
Flúor/Clearfil S3 Bond	16,9%	52,4%	30,7%	-	43	-	65
ICON/Clearfil S3 Bond	37,1%	35,6%	17,8%	9,5%	35	-	73

A = Adesiva; M = Mista; CS = Coesiva substrato; CR = Coesiva resina; FP = Falhas prematuras (perda de palitos); PD = Perda do dente (o dente era descartado devido ao descolamento do bloco de resina composta durante a sua secção).

Tabela 9 - Resultados para o tipo de fratura com Presença de Ciclagem Térmica

Presença de Ciclagem Térmica							
Grupo	Tipos de Fratura						Total
	A(%)	M(%)	CS(%)	CR(%)	FP	PD	
Sem tratamento/ Single Bond Universal	54,2%	35,4%	4,2%	6,2%	12	-	96
Desmineralizado/ Single Bond Universal	16,3%	20,4%	63,3%	-	50	1	49
Saliva/ Single Bond Universal	13,9%	50%	36,1%	-	36	-	72
Flúor/ Single Bond Universal	19,8%	50,7%	29,5%	-	37	-	71
ICON/ Single Bond Universal	37,2%	44,9%	15,4%	2,5%	30	-	78
Sem tratamento/ Clearfil S3 Bond	49,4%	44,3%	2,1%	4,2%	11	-	97
Desmineralizado/ Clearfil S3 Bond	14,6%	26,9%	58,5%	-	49	2	41
Saliva/Clearfil S3 Bond	20,3%	33,9%	45,8%	-	40	1	59
Flúor/Clearfil S3 Bond	24,3%	45,5%	27,2%	3%	42	-	66
ICON/Clearfil S3 Bond	32,1%	42,1%	18,5%	7,3%	39	-	69

A = Adesiva; M = Mista; CS = Coesiva substrato; CR = Coesiva resina; FP = Falhas prematuras (perda de palitos); PD = Perda do dente (o dente era descartado devido ao descolamento do bloco de resina composta durante a sua secção).

5.4 Análise complementar da interface adesiva

Imagens de MEV foram obtidas com o propósito de realizar análise complementar das interfaces adesivas.

As Figuras 11A e 11B ilustram a interface adesiva do substrato esmalte íntegro que recebeu, respectivamente, o Single Bond Universal e o Clearfil S3 Bond. Observa-se uma distância entre a base da camada de adesivo e o esmalte que ocorreu no grupo que recebeu o adesivo Clearfil S3 Bond (setas).

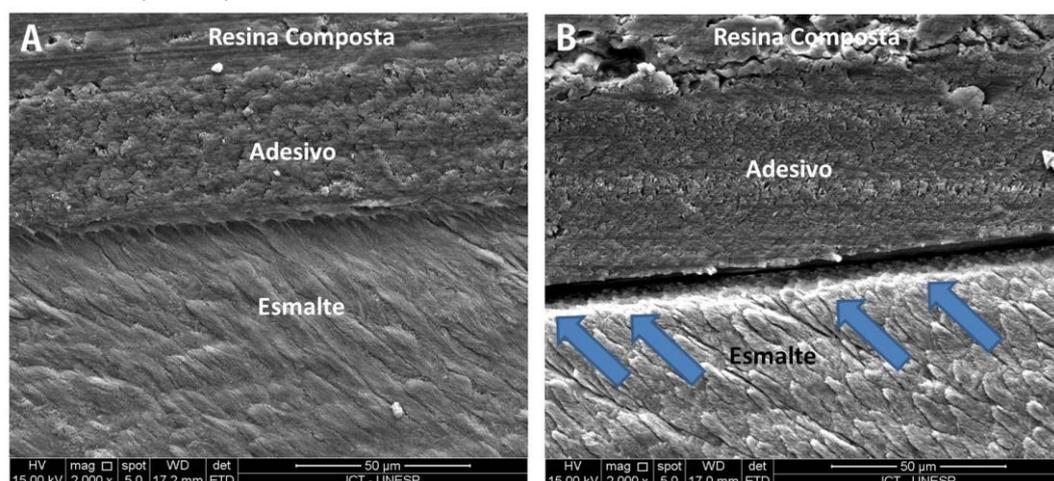


Figura 11 – Análise de MEV. A) Interface adesiva entre esmalte e resina composta que recebeu o Single Bond Universal, com esmalte íntegro (aumento de 2000x); B) Interface adesiva entre esmalte e resina composta que recebeu o Clearfil S3 Bond com esmalte íntegro com uma distância entre a base da camada de adesivo e o esmalte (setas) (aumento de 2000x).

As Figuras 12A e 12B ilustram a desmineralização do esmalte submetido a solução de cárie em um aumento de 1000x. As figuras 12C e 12D referem-se as regiões das figuras 12A e 12B (azul), respectivamente, em maior aumento (2000x). A superfície do esmalte desmineralizado pela solução de cárie apresenta algumas irregularidades superficiais apesar de demonstrar continuidade (setas vermelhas), entretanto a sub superfície apresenta áreas de porosidades (setas verdes).

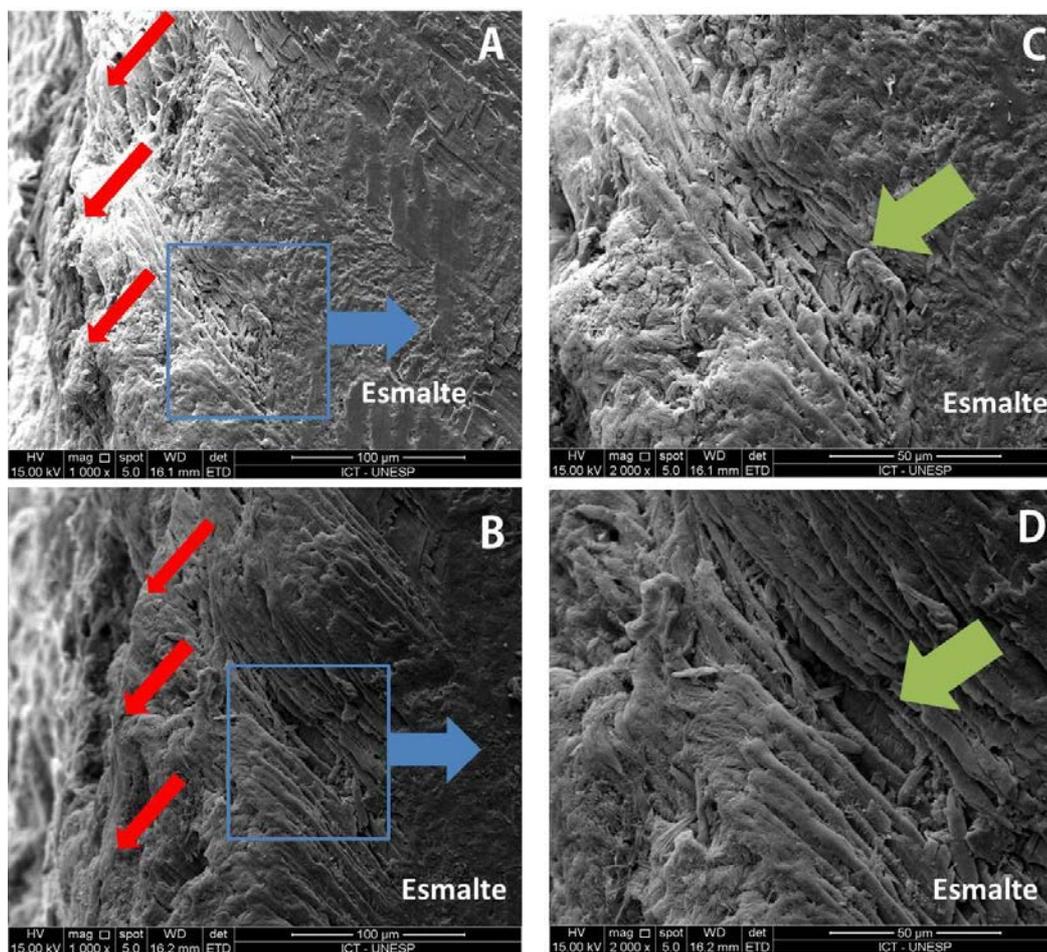


Figura 12 – Análise de MEV. A) Desmineralização do esmalte promovida pela solução de cárie (aumento de 1000x); B) Desmineralização do esmalte promovida pela solução de cárie (aumento de 1000x); C) Região destacada na foto 12A (azul) em maior aumento (verde) (aumento de 2000x); D) Região destacada na foto 12B (azul) em maior aumento (verde) (aumento de 2000x).

As Figuras 13A e 13B ilustram em aumento de 2000x e 3000x, respectivamente, a interface adesiva formada entre esmalte desmineralizado, que não recebeu nenhum tratamento remineralizador, e resina composta, com a aplicação do sistema adesivo Single Bond Universal.

As Figuras 13C e 13D ilustram em aumento de 2000x e 3000x, respectivamente, a interface adesiva formada entre esmalte desmineralizado, que não recebeu nenhum tratamento remineralizador, e resina composta, com a aplicação do sistema adesivo Clearfil S3 Bond. Observa-se uma distância entre a base da camada de adesivo e o

esmalte, representando uma fissura no esmalte fragilizado pela desmineralização (setas).

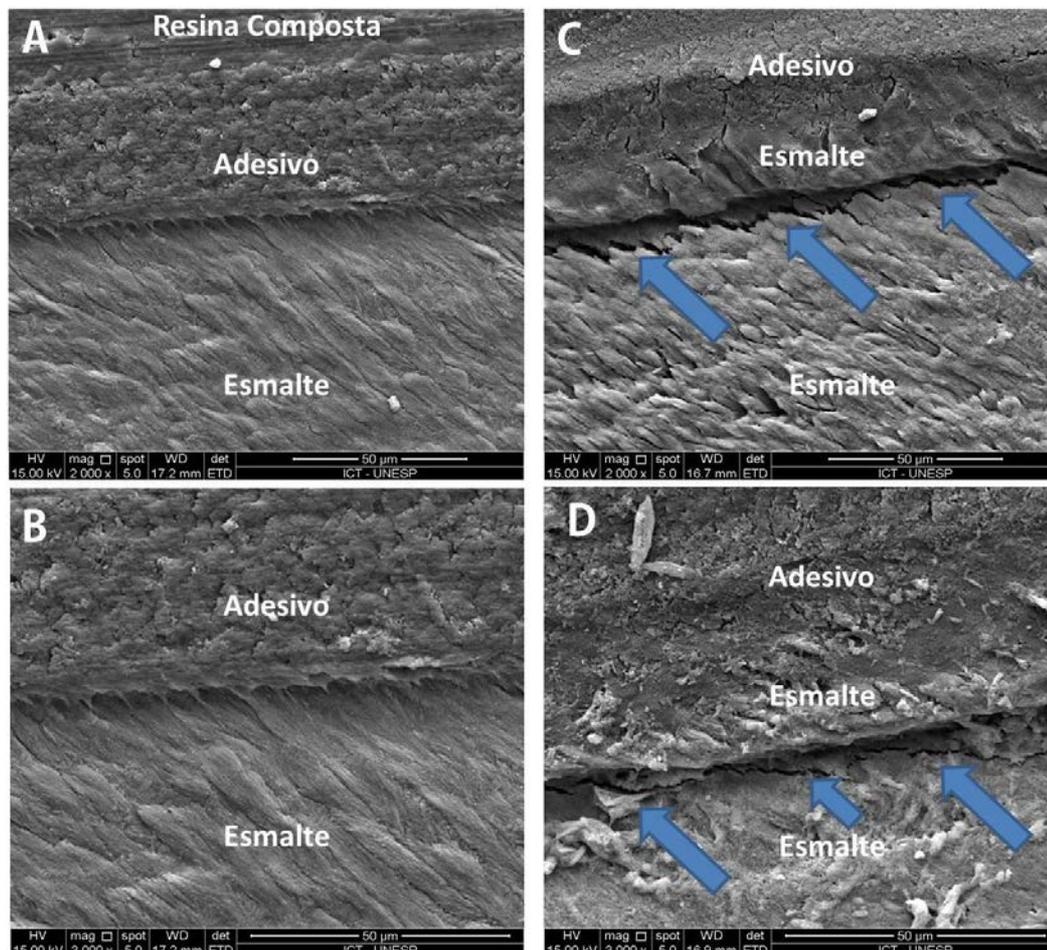


Figura 13 – Análise de MEV. A) Interface adesiva entre esmalte desmineralizado e resina composta formada por Single Bond Universal (aumento de 2000x); B) Interface adesiva entre esmalte desmineralizado e resina composta formada por Single Bond Universal (aumento de 3000x); C) Interface adesiva entre esmalte desmineralizado e resina composta formada por Clearfil S3 Bond (aumento de 2000x); D) interface adesiva entre esmalte desmineralizado e resina composta formada por Clearfil S3 Bond (aumento de 3000x). Observa-se fratura coesiva em esmalte desmineralizado (setas).

As Figuras 14A e 14B ilustram em aumento de 1000x e 2000x, respectivamente, a interface adesiva formada entre esmalte desmineralizado e remineralizado com saliva artificial e resina composta, com a aplicação do sistema adesivo Single Bond Universal.

As Figuras 14C e 14D ilustram em aumento de 1000X e 2000x, respectivamente, a interface adesiva formada entre esmalte desmineralizado e remineralizado com saliva artificial e resina composta,

com a aplicação do sistema adesivo Clearfil S3 Bond. Observa-se uma fissura no esmalte fragilizado pela desmineralização (setas), onde parte do esmalte ficou aderido ao sistema adesivo e o esmalte foi rompido de forma coesiva. Essa falha foi encontrada apenas no grupo autocondicionante possivelmente em virtude do poder ácido reduzido nesse sistema o que pode ter impossibilitado a infiltração total do adesivo no esmalte poroso localizado abaixo da superfície.

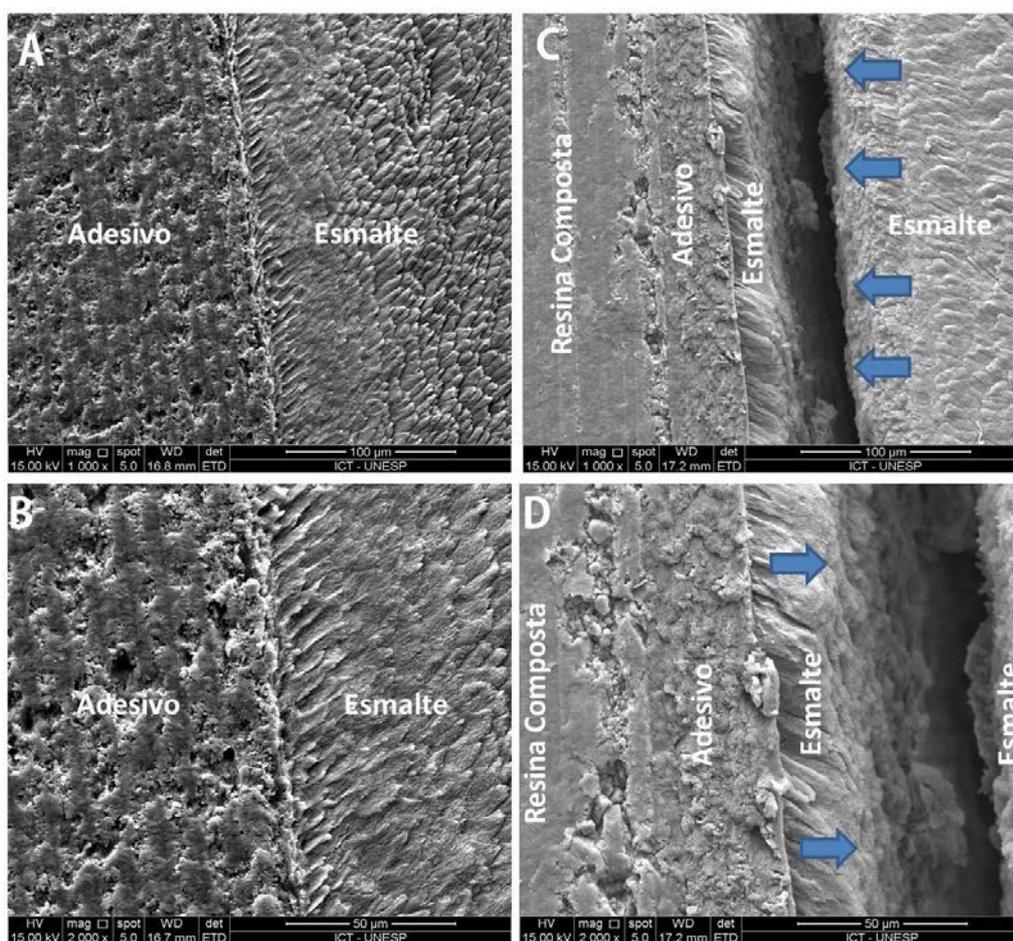


Figura 14 – Análise de MEV. A) Interface adesiva entre esmalte desmineralizado e remineralizado com saliva artificial e resina composta formada por Single Bond Universal (aumento de 1000x); B) Interface adesiva entre esmalte desmineralizado e remineralizado com saliva artificial e resina composta formada por Single Bond Universal (aumento de 2000x); C) Interface adesiva entre esmalte desmineralizado e remineralizado com saliva artificial e resina composta formada por Clearfil S3 Bond (aumento de 1000x); D) Interface adesiva entre esmalte desmineralizado e remineralizado com saliva artificial e resina composta formada por Clearfil S3 Bond (aumento de 2000x). Observa-se fratura coesiva em esmalte desmineralizado (setas).

As Figuras 15A e 15B ilustram em aumento de 1000x e 2000x, respectivamente, a interface adesiva formada entre esmalte desmineralizado e remineralizado com flúor e resina composta, com a aplicação do sistema adesivo Single Bond Universal.

As Figuras 15C e 15D ilustram em aumento de 1000x e 2000x, respectivamente, a interface adesiva formada entre esmalte desmineralizado e remineralizado com flúor e resina composta, com a aplicação do sistema adesivo Clearfil S3 Bond.

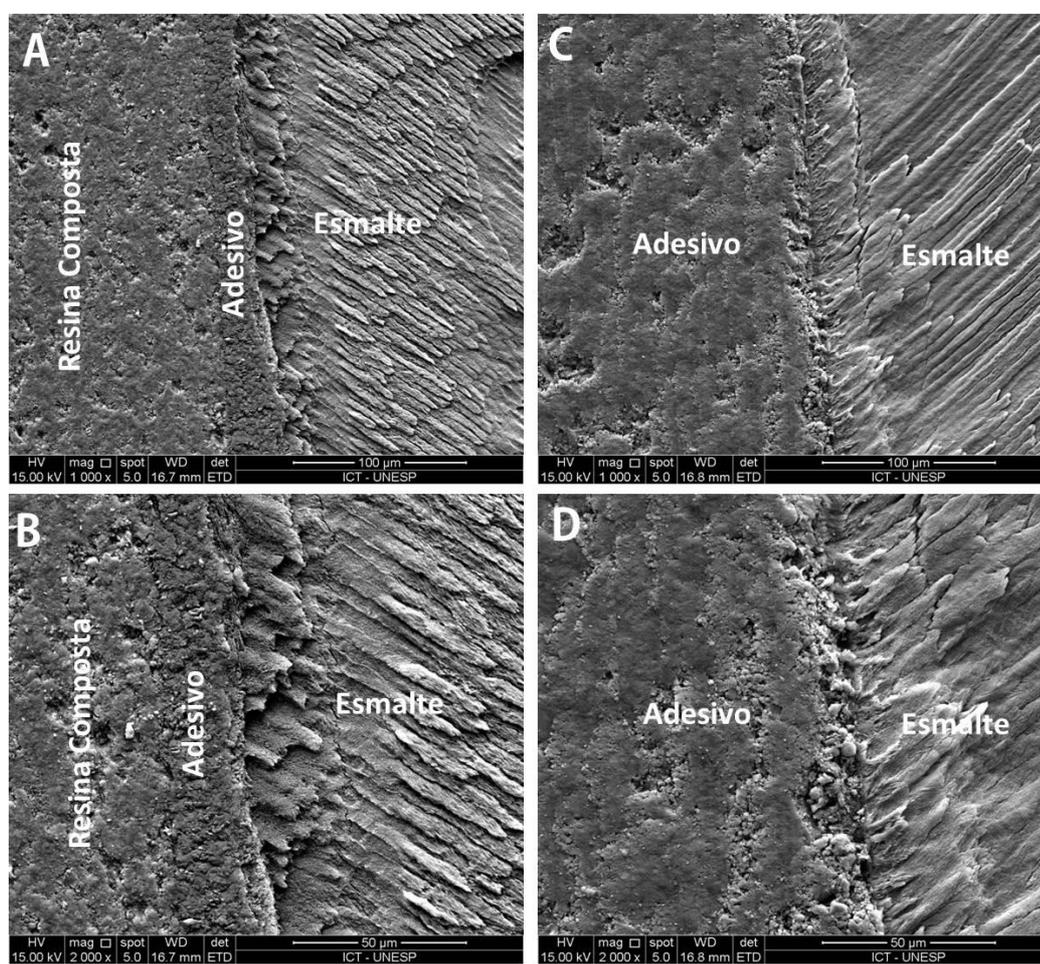


Figura 15 – Análise de MEV. A) Interface adesiva entre esmalte desmineralizado e remineralizado com flúor e resina composta formada por Single Bond Universal (aumento de 1000x); B) Interface adesiva entre esmalte desmineralizado e remineralizado com flúor e resina composta formada por Single Bond Universal (aumento de 2000x); C) Interface adesiva entre esmalte desmineralizado e remineralizado com flúor e resina composta formada por Clearfil S3 Bond (aumento de 1000x); D) Interface adesiva entre esmalte desmineralizado e remineralizado com flúor e resina composta formada por Clearfil S3 Bond (aumento de 2000X).

As Figuras 16A e 16B ilustram em aumento de 1000x e 2000x, respectivamente, a interface adesiva formada entre esmalte desmineralizado e infiltrado com resina (ICON) e resina composta, com a aplicação do sistema adesivo Single Bond Universal.

As Figuras 16C e 16D ilustram em aumento de 1000x e 2000x, respectivamente, a interface adesiva formada entre esmalte desmineralizado e infiltrado com resina (ICON) e resina composta, com a aplicação do sistema adesivo Clearfil S3 Bond.

Pode-se observar o infiltrante resinoso permeado no esmalte e o sistema adesivo em contato com o Infiltrante (ICON).

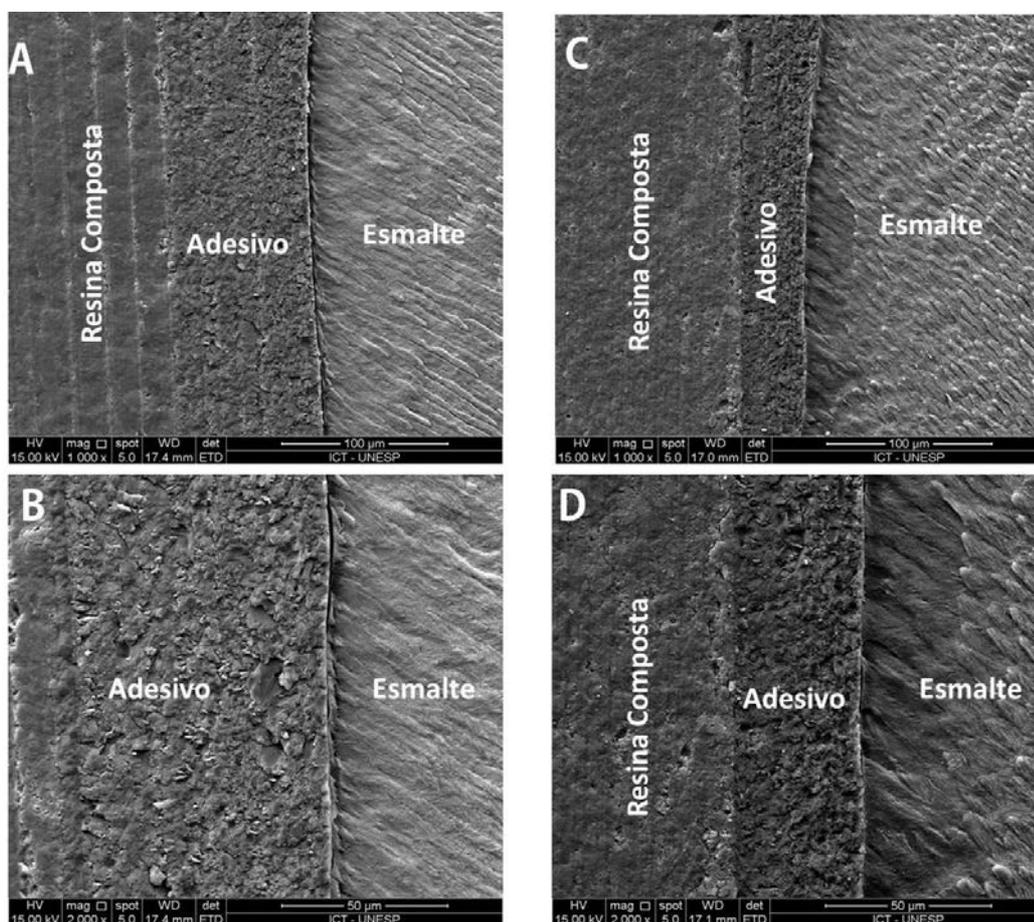


Figura 16 – Análise de MEV. A) Interface adesiva entre esmalte desmineralizado e infiltrado com resina (ICON) e resina composta formada por Single Bond Universal (aumento de 1000x); B) Interface adesiva entre esmalte desmineralizado e infiltrado com resina (ICON) e resina composta formada por Single Bond Universal (aumento de 2000x); C) Interface adesiva entre esmalte desmineralizado e infiltrado com resina (ICON) e resina composta formada por Clearfil S3 Bond (aumento de 1000x); D) Interface adesiva entre esmalte desmineralizado e infiltrado com resina (ICON) e resina composta formada por Clearfil S3 Bond (aumento de 2000x).

6 DISCUSSÃO

6.1 Da Metodologia

Como a unidade experimental proposta para este estudo foi composta de 240 elementos dentais, número elevado para se obter de dentes humanos, por isso, optou-se por dentes bovinos, após intensa revisão de literatura comprovando essa possibilidade (Nakamichi et al., 1983; Yassen et al., 2011). Esses pesquisadores demonstraram não haver diferenças significantes de valores de resistência de união entre dentes humanos e dentes bovinos para o esmalte, comprovando assim a possibilidade de utilização de dentes bovinos em substituição aos dentes humanos para testes de resistência de união de resina composta ao esmalte.

Os dentes bovinos são de fácil obtenção em grandes quantidades, geralmente se encontram em boas condições e apresentam composição mais uniforme quando comparado aos dentes humanos (Yassen et al., 2011). Além disso, os dentes bovinos apresentam superfície plana larga, não apresentam cáries e defeitos estruturais que possam afetar os resultados das pesquisas (Yassen et al., 2011).

Para confeccionar as lesões de cárie nos dentes bovinos, nesse estudo, utilizou-se a solução desmineralizadora de Buskes (Buskes et al., 1985) As amostras foram imersas separadamente na solução a 37 °C durante 7 dias e essa solução foi renovada em cada dia, para manter o pH constante (pH.5,0). O volume total de solução utilizada foi calculada utilizando-se 2 ml / mm² de área do esmalte e imerso dentro da solução de ácido, sobre um agitador multifuncional Kline a uma velocidade média

de 120 rpm, evitando a saturação de ácido em contacto com a amostra, o qual reduziria sua atividade.

Os tratamentos realizados, posteriormente, nessas superfícies desmineralizadas foram a remineralização com saliva artificial, a remineralização com solução de fluoreto a 0,05% e a infiltração de resina (ICON).

De acordo com Torres et al. (2012), diante de uma superfície desmineralizada (esmalte/dentina) íons de flúor podem ser incorporados com ação remineralizante, mudando a apatita carbonatada para uma forma de fluoroapatita que é mais ácido tolerante e faz com que os tecidos duros sejam mais resistente aos ácidos. Com essa finalidade, os corpos de prova foram imersos em solução de fluoreto 0,05% durante 1 minuto diariamente sendo, depois, lavados com água deionizada e imersos em saliva artificial, isso por 8 semanas.

A saliva contém cálcio (Ca) e fosfato (P), em concentrações supersaturadas, e, na boca, estes íons estão continuamente sendo depositados sobre a superfície do esmalte, ou são redepositado em áreas de esmalte que sofreram perda destes íons (Cury, Tenuta, 2009). Para a remineralização das amostras com saliva artificial, os corpos de prova ficaram imersos durante 8 semanas em saliva artificial (Gohring et al., 2004), sendo que, essa solução de saliva era trocada todos os dias. Torres et al. (2012) observou que as amostras desmineralizadas imersos em saliva artificial por oito semanas apresentaram valores de microdureza mais elevados do que antes da desmineralização.

A infiltração de cárie com material resinoso (ICON-DMG) foi realizada da seguinte maneira: Primeiramente foi aplicado o Ácido Fosfórico a 37% por 30 segundos e em seguida lavados com água e secos por 30 segundos com jato de ar. Depois aplicou-se o Icon-Dry (DMG) por 30 segundos e secou-se as amostras novamente com ar. Por fim, foi aplicado o Icon-Infiltrante (DMG) por 3 minutos e fotopolimerizados

por 40 segundos. Com a finalidade de infiltrar uma lesão de cárie com material resinoso, torna-se necessário a aplicação de ácido clorídrico a 15%, para promover a erosão da camada de superfície e permitir que a resina a penetrar nos espaços porosos do corpo lesão (Paris et al., 2013). Meyer-Lueckel et al. observaram que o gel de ácido clorídrico a 15%, promove a erosão da camada de superfície significativamente mais eficaz do que o gel de ácido fosfórico a 37%. Assim, 15% de gel de HCl aplicado por 90-120 s promove “remoção completa da camada de superfície, e, por conseguinte, parece ser mais adequado para o pré-tratamento de lesões do esmalte natural, anteriores à infiltração da resina” (Meyer-Lueckel et al. 2007). Porém, segundo Magalhães et al, uma lesão de cárie em esmalte realizada em laboratório, com a solução de Buskes não apresenta uma camada de superfície hipermineralizada como as lesões naturais em boca. Devido a isso, não recomenda-se realizar o condicionamento da superfície com ácido clorídrico a 15% e sim o uso de um ácido mais fraco como o ácido fosfórico a 37% utilizado nesse estudo (Magalhães et al., 2009). Esse condicionamento ácido faz-se necessário pois aumenta a infiltração de resina mais profundamente nas lesões, e pode fortalecer a lesão mecanicamente (Paris et al., 2013), otimizando a força de ligação ao substrato.

O condicionamento do esmalte dental associado aos adesivos convencionais é considerado o mais durável método de adesão dos materiais estéticos sobre a estrutura dental (Loguercio et al., 2008).

Entretanto, à medida que se introduz novos materiais e técnicas na área científica odontológica, torna-se de primordial importância a realização de pesquisas nesse substrato.

Este estudo selecionou dois sistemas adesivos que são muito utilizados em pesquisas na área da Odontologia: o adesivo Single Bond Universal (3M ESPE) e o adesivo Clearfil S3 Bond (Kuraray). Os dois sistemas adesivos foram utilizados seguindo as recomendações dos fabricantes. Adicionalmente, todas as etapas de realização dos

procedimentos adesivos foram executadas por um único operador, para evitar possíveis variações de utilização dos materiais testados.

O Adper Single Bond Universal é um adesivo universal, podendo ser utilizados com dois passos (condicionamento total) ou um passo (autocondicionante). Nesse trabalho, optamos por utilizá-lo realizando o condicionamento com ácido fosfórico a 37% por um tempo de 30 s para esmalte, seguido de lavagem abundante com água por 20 segundos, e secagem da superfície condicionada. No esmalte, o condicionamento ácido promove microrretenções e aumento da área de superfície, além de aumentar energia de superfície facilitando o molhamento do adesivo devido à redução do ângulo de contato entre o adesivo e o tecido condicionado (Buonocore, 1955; Nakabayashi, 1991; Pashley, Tay, 2001). Na etapa de secagem foi estabelecido o protocolo de secagem da superfície do esmalte com breve jato de ar por 5 s a uma distância padronizada de 10 cm.

O segundo passo consistiu na aplicação do adesivo Single Bond Universal, que é um adesivo composto por Bis-GMA e HEMA, além dos solventes água e etanol. A presença de água em sua composição reduz a sensibilidade da técnica, reduzindo, portanto, a variabilidade dos resultados de resistência adesiva (Tay et al., 1996). Foram aplicadas 2 camadas consecutivas de adesivo seguido da aplicação ativa por 15 segundos. Após o tempo de 15 segundos de aplicação do adesivo, aplicou-se um breve jato de ar por 5 segundos para evaporar o solvente a uma distância padronizada de 10 cm, removeram-se os excessos do adesivo com o pincel tipo microbrush por 4 vezes, para evitar a formação de uma camada muito espessa de adesivo, o que poderia reduzir os valores de resistência adesiva (D'Arcangelo et al., 2009). Em seguida, foi realizada a fotoativação por 20 segundos.

O Clearfil S3 Bond é um adesivo autocondicionante de um passo, sendo aplicado por um tempo de 20 segundos de forma ativa para aumentar a efetividade do condicionamento da superfície, seguido

de um breve jato de ar por 5 s para evaporar os solventes. Esse adesivo apresenta em sua composição a água e o etanol como solventes. Esse também possui em sua composição o monômero do éster de ácido fosfórico, meta-crilóiloxidecil diidro-genofosfato (MDP), com o objetivo de promover a desmineralização e impregnação do substrato de forma simultânea (Watanabe et al., 1994). Em seguida, foi realizada a remoção dos excessos do *primer* com o pincel tipo microbrush por 4 vezes (D'Arcangelo et al., 2009), e fotoativação por 20 s.

A degradação da interface adesiva que ocorre ao longo do tempo, pode reduzir drasticamente a resistência de união e manter a estabilidade longitudinalmente dessa interface torna-se um desafio. Para simular a degradação da interface adesiva em estudos laboratoriais, utilizam-se diferentes técnicas de envelhecimento artificial, como, a ciclagem térmica, a ciclagem mecânica, a ciclagem termomecânica e a armazenagem em água ou em outras substâncias (Yamaulti et al., 2003; De Munck et al., 2003). Neste estudo, escolheu-se o método de envelhecimento artificial utilizando a termociclagem para observar os efeitos da degradação da interface adesiva pelo teste de resistência de união. Foi escolhida a ciclagem térmica e não a termomecânica pelo estudo avaliar o substrato de esmalte em superfície lisa, que geralmente não está exposta a contato mastigatório.

Com relação a termociclagem, a norma da ISO/TS 11405 indica a ciclagem térmica como um método adequado para simular o envelhecimento da amostra. Miyazaki et al. (2002) e Nikaido et al. (2002) concordaram com esta afirmação, relatando que a termociclagem em espécimes sujeitos a testes de adesão é uma maneira de simular-se condições intra-orais. Segundo alguns autores, os efeitos da termociclagem são importantes parâmetros na determinação da estabilidade de agentes adesivos. Amostras submetidas à ciclagem térmica em testes de adesão apresentam valores menores do que amostras não termocicladas, pois durante a termociclagem, a variação de

temperatura pode acelerar a hidrólise dos compósitos bem como dos adesivos, extraindo oligômeros polimerizados incompletamente. A redução das propriedades mecânicas dos compósitos e dos agentes adesivos pode contribuir para a redução dos valores de adesão (Carracho et al., 1991; El-Araby, Talic, 2007; Jain, Stewart 2000).

Os números de ciclo e o tempo de banho que os espécimes são submetidos também influenciam no resultado. Tomando como base uma revisão de literatura realizada por Gale, optou-se por um envelhecimento de 10000 ciclos com banhos de 15 segundos para simular o envelhecimento equivalente a um ano da restauração (Gale, Darvell, 1999).

6.2 Dos Resultados

O uso de infiltração resinosa nas lesões de cárie iniciais tem mostrado resultados eficazes (Torres et al., 2012; Paris et al., 2007c). Trata-se de um tratamento que favorece a preservação da estrutura dental, é simples de se utilizar, além de proporcionar conforto ao paciente. No entanto, torna-se necessário a realização de pesquisas para verificar se a resina infiltrada tem alguma influência sobre os processos de adesão ao esmalte.

A primeira hipótese nula do presente estudo foi rejeitado, porque os resultados desta pesquisa mostraram que a desmineralização subsequente aos tratamentos influenciou a resistência de união entre esmalte e resina. A desmineralização (cárie artificial) proposta por Buskes promove lesões esmalte subsuperficiais artificiais com a estrutura histológica típica de cárie em esmalte. De acordo com Weigand et al. (2011), uma "amostra desmineralizada geralmente tem valores de resistência de união significativamente mais elevados do que os valores

de resistência do esmalte íntegro', provavelmente porque o esmalte desmineralizado apresentam poros maiores, e as camadas superficiais menos mineralizados permitindo a penetração mais profunda de adesivos preenchendo mais do corpo do lesão (Wiegand et al., 2011, Neuhaus et al., 2013). No entanto, os resultados deste estudo estão em desacordo com os achados desses autores pois nesse estudo, os grupos sem desmineralização (íntegros) apresentaram valores de resistência de união significativamente mais elevados do que os outros grupos, exceto para os grupos infiltrados com resina.

Os grupos infiltrados com o material resinoso mostrou-se semelhante ao grupo controle o que demonstra que a resistência de união não foi afetada quando o Icon (DMG) foi utilizado, devido à afinidade entre o monômero do material infiltrante e o monômero resinoso do sistema adesivo para ambos sistemas adesivos. Esses resultados concordam com Wiegand et al. (2011) e Pucci et al. (2013) onde foi relatado que a utilização de um material infiltrante de cárie previamente à aplicação de um sistema adesivo convencional não interfere na resistência de união. Assim pode-se notar que o uso de material infiltrante antes da aplicação de sistema adesivo não prejudica a resistência de união com o esmalte, isso ocorre provavelmente em virtude do preenchimento dos poros de uma lesão inicial de cárie pelo material infiltrante e pela compatibilidade entre os materiais utilizados.

A segunda hipótese nula do presente estudo foi rejeitada, porque os resultados da pesquisa mostraram que a Single Bond Universal apresentou valores de resistência de união superior em comparação com o Clearfil S3 Bond. A técnica de condicionamento ácido do esmalte é baseado na desmineralização seletiva dos cristais de hidroxiapatita presentes no esmalte do dente, resultando em uma superfície extremamente rugosa com alta energia. Estas características proporcionam elevada capacidade de molhamento dos monômeros resinosos que, após a polimerização, resultam na formação de

prolongamentos da resina no dente (Gwinnett, 1981, Torres et al., 2009). Em odontologia, a substância mais utilizada para este propósito é o ácido fosfórico a uma concentração de 35 a 37%. Devido ao seu elevado potencial de ionização, que resulta em um pH final de 0,6. Como resultado da alta disponibilidade de íons H⁺, a sua aplicação, por períodos curtos, tais como os 15 s normalmente recomendadas, é capaz de produzir um padrão satisfatório de condicionamento do esmalte (Barkmeier et al., 1986), resultando numa excelente retenção micromecânica pelos tags formados (Torres et al., 2009).

Agentes adesivos acídicos, chamados auto-condicionadores, foram introduzidos no mercado com o objetivo de promover a desmineralização e impregnação do substrato simultaneamente (Poggio et al., 2014, Van Meerbeek et al., 2003). A acidez desse adesivo é proveniente da ionização de radicais presentes nas moléculas do próprio monômero hidrófilo, também responsável pela impregnação do substrato. O éster fosfórico metacrilado presente nesse sistema adesivo é utilizado para esta finalidade. Os sistemas adesivos autocondicionantes foram selecionados com base em seus valores de pH (Poggio et al., 2014, Van Meerbeek et al., 2003), e o Clearfil S3 Bond é classificada como leve (pH > 2,0). Portanto, a concentração desta solução de adesivo numa solução aquosa e o número de radicais ionizáveis são mais baixos em comparação com aqueles em ácido fosfórico e, conseqüentemente, a capacidade de condicionamento da superfície do presente sistema adesivo é mais restrita. Como resultado, este adesivo de passo único não desmineraliza o esmalte na mesma medida que o ácido fosfórico, promovendo uma superfície com menor quantidade de microretenções. (Poggio et al., 2014).

Além disso, de acordo com a Ericsson et al. (2009), o ácido fosfórico promove uma morfologia particular da interface que permite uma extensa penetração do adesivo, criando uma estrutura tridimensional. Esta interface pode ser mais resistente à propagação de fendas quando

comparada com a interface planar promovida por meio de adesivos autocondicionantes.

Para melhor reprodução da função clínica, o envelhecimento artificial por meio de ciclos térmicos é uma opção viável e relevante (Barkmeier, Cooley, 1992). A terceira hipótese nula do presente estudo foi rejeitado, porque os resultados da pesquisa mostraram que a presença de ciclagem térmica influenciou negativamente os resultados de resistência de união em relação aos grupos com ausência de ciclagem térmica.

De acordo com os resultados deste estudo, foram observadas diferenças significativas para a interação entre as variáveis independentes de "tratamento esmalte", "sistema adesivo".

Os grupos remineralizados com saliva e flúor associados ao adesivo autocondicionante apresentaram os menores valores de resistência de união. O grau de condicionamento dos sistemas adesivos autocondicionantes de um só passo é menor em comparação com o ácido fosfórico. Portanto, como o substrato remineralizado com flúor é mais resistente ao ácido, o condicionamento do esmalte remineralizado com flúor ou saliva artificial é mais difícil quando comparado com o esmalte íntegro (Torres et al., 2012), talvez o leve ácido do adesivo autocondicionante Clearfil S3 Bond apresentou mais dificuldade em desmineralizar o esmalte, assim promovendo uma superfície com menos microretenções e, conseqüentemente, menor de união à tração. Além disso, as lesões inativas têm camadas superficiais espessas em comparação com lesões ativas (Neuhaus et al., 2013). Estes tratamentos remineralizantes podem ter promovido essas camadas espessas, inibindo a atuação do ácido do sistema adesivo autocondicionante e a conseqüente penetração dos monómeros na lesão de cárie artificial.

O grupo de esmalte desmineralizado sem tratamento remineralizante associado ao adesivo Clearfil S3 Bond apresentou baixos valores de resistência de união, semelhantes aos grupos remineralizados com saliva artificial e flúor. Este resultado pode ser explicado pelas

diferenças nas estruturas da lesão, em particular no que diz respeito à camada de superfície. A camada superficial de esmalte em uma lesão de cárie inicial tem um teor de mineral mais elevados em comparação com o corpo de base da lesão (Torres et al., 2012). Por isso, esta camada de superfície pode formar uma barreira, impedindo a infiltração no corpo lesão (Paris et al., 2007c). A fim de aumentar a porosidade da camada de superfície, o condicionamento ácido tem sido considerado para tornar o corpo subjacente de lesão acessível (Paris et al., 2007c). Provavelmente, o grau de condicionamento com o Clearfil S3 Bond não foi eficaz na erosão da camada superficial, devido ao pH mais elevado e menor capacidade ácida deste adesivo autocondicionante leve. Isto resultaria em uma infiltração superficial inter-cristalito do adesivo e uma falta de formação de tags de resina inter-prismático (Erickson et al., 2009), o que poderia ser uma possível explicação para a ligação menos eficaz do Clearfil S3 Bond ao esmalte desmineralizado.

Pode-se observar que os grupos infiltrados com resina associados ao sistema adesivo Clearfil S3 Bond e com o Single Bond Universal apresentaram valores de resistência de união semelhantes em comparação com o grupo sem tratamento (esmalte íntegro). Paris et al. (2012) explica que o ICON (DMG), infiltrante resinoso, contém grandes quantidades de HEMA, TEGDMA e etanol, que têm sido associados com elevados coeficientes de penetração e endurecimento satisfatório. A resistência de união pode ter sido otimizada, nesse caso, devido à afinidade entre o monômero presente no infiltrante e o monômero presente nos sistemas adesivos. Estes resultados mostram que o uso do ICON antes do procedimento adesivo com adesivo de condicionamento total Single Bond Universal e adesivo autocondicionante Clearfil S3 Bond não afeta a resistência de união. Estes resultados corroboram os resultados obtidos por Wiegand et al. (2011) e Pucci et al. (2013) para o adesivo de condicionamento total.

Tratamentos preventivos, como a remineralização dos dentes, têm sido cada vez mais utilizado para a manutenção da saúde oral. No entanto, muitas vezes é necessária a realização de procedimentos adesivos no esmalte remineralizado. A infiltração de resina é um tratamento inovador e microinvasivo usado em lesões de cárie não-cavidades iniciais (Torres et al., 2012; Paris et al. 2007c, 2010d). Este tratamento é um método terapêutico eficaz, evitando procedimentos restauradores convencionais com brocas e pontas (Torres et al. 2012, Paris et al. 2007c). De acordo com os resultados do presente estudo, a resina infiltrante do ICON é compatível com os sistemas adesivos de condicionamento total e autocondicionantes e, por conseguinte, o tratamento restaurador pode ser indicado nas superfícies dos dentes tratados infiltração de resina.

Além disso, o adesivo Single Bond Universal mostrou uma resistência de união superior quando ligado a esmalte íntegro, desmineralizado e remineralizado com flúor e saliva, e relação a esses grupos associados ao adesivo Clearfil S3 Bond, portanto, o uso de um adesivo de condicionamento total pode ser preferível para o processo restaurador no esmalte que tenham sido submetidas a desmineralização e processo de remineralização.

7 CONCLUSÃO

De acordo com a metodologia utilizada, e com base nos resultados obtidos, pode-se concluir que:

- a) Para os tipos de tratamento de esmalte avaliados, a superfície infiltrada com resina (ICON) não interfere na resistência de união da resina composta, pois apresentaram valores de resistência de união semelhantes ao grupo sem tratamento, entretanto os grupos com esmalte desmineralizado, remineralizados com saliva e flúor apresentaram valores de resistência de união inferiores aos demais;
- b) O sistema adesivo autocondicionante apresentou valores de resistência de união ao esmalte inferior ao sistema adesivo de condicionamento total;
- c) Os grupos com presença de ciclagem térmica apresentaram valores de resistência de união inferiores comparados aos grupos com ausência de ciclagem térmica.

8 REFERÊNCIAS*

Anusavice KJ. Efficacy of nonsurgical management of the initial caries lesion. *J Dent Educ.* Nov 1997;61(11):895-905.

Anusavice KJ. Chlorhexidine, fluoride varnish, and xylitol chewing gum: underutilized preventive therapies? *Gen Dent.* 1998;46(1):34-8, 40.

Armstrong SR, Boyer DB, Keller JC. Microtensile bond strength testing and failure analysis of two dentin adhesives. *Dent Mater.* 1998;14(1):44-50.

Barkmeier WW, Shaffer SE, Gwinnett AJ. Effects of 15 vs 60 second enamel acid conditioning on adhesion and morphology. *Oper Dent.* 1986; 11(3):111-6.

Barkmeier WW, Cooley RL. Laboratory evaluation of adhesive systems. *Oper Dent.* 1992;17(5):50-61.

Beloica M, Goraccib C, Carvalho CAR, Radovicd I, Margvelashvili M, Vulicevic ZR, et al. Microtensile vs microshear bond strength of adhesives to unground enamel. *J Adhes Dent.* 2010;12(6):427-33.

Bruun C, Givskov H. Formation of CaF₂ on sound enamel and in caries-like enamel lesions after different forms of fluoride applications in vitro. *Caries Res.* Mar-Abr 1991;25(2):96-100.

Buchalla W. Fluoride uptake, retention and remineralization efficacy of a highly concentrated fluoride solution on enamel lesions in situ. *J. Dent. Res.* 2002;81(5):329-33.

Buonocore MG. A simple method of increasing the adhesion of acrylic filling materials to enamel surfaces. *J Dent Res.* 1955;34(6):849-53.

Buskes JA, Christoffersen J, Arends J. Lesion formation and lesion remineralization in enamel under constant composition conditions. A new technique with applications. *Caries Res.* 1985;19:490-6.

* Baseado em:

International Committee of Medical Journal Editors Uniform Requirements for Manuscripts Submitted to Biomedical journals: Sample References [Internet]. Bethesda: US NLM; c2003 [acesso ago. 2008] Disponível em: http://www.nlm.nih.gov/bsd/uniform_requirements.html

Camargo MA, Silveira BL, Delfino CS, Zaroni WCS, Matos AB. Ensaio de microtração: uma revisão crítica da literatura. Microtensile bond test: a literature overview. *Rev Inst Ciênc Saúde*. 2007;25(3):313-8.

Cardoso MV, de Almeida Neves A, Mine A, Coutinho E, Van Landuyt K, De Munck J, et al. Current aspects on bonding effectiveness and stability in adhesive dentistry. *Aust Dent J*. 2011;56(1):31-44

Carracho AJL, Chappell RP, Glaros AG, Purk JH, Eick JD. The effect of storage and thermocycling on the shear bond strength of three dentinal adhesives. *Quintessence Int*. 1991;22(9): 745-52.

Chow LC. Tooth-bound fluoride and dental caries. *J Dent Res*. Feb 1990;69(Spec no):595-600; discussion 634-6.

Cochrane NJ, Cai F, Huq NL, Burrow MF, Reynolds EC. New approaches to enhanced remineralization of tooth enamel. *J Dent Res*. 2010;89(11):87-97.

Cury, JA. Uso do flúor e controle da cárie como doença. In: Baratieri, Odontologia Restauradora – Fundamentos e Possibilidades, 2 ed. São Paulo: Santos, 2001. Cap. 02, p.33-68.

Cury JA, Tenuta LMA. Enamel remineralization: controlling the caries disease or treating early caries lesions? *Braz.Oral Res*. 2009;23Suppl1: 23-30.

D'Arcangelo C, Vanini L, Prospero GD, Di Bussolo G, De Angelis F, D'Amario M, et al. The influence of adhesive thickness on the microtensile bond strength of three adhesive systems. *J Adhes Dent*. 2009;11(2):109-15.

De Munck J, Van Meerbeek B, Yoshida Y, Inoue S, Vargas M, Suzuki K, et al. Four-year water degradation of total-etch adhesives bonded to dentin. *J Dent Res*. 2003;82(2):136-40.

Dijkman A, Huizinga E, Ruben J, Arents J. Remineralization of human enamel in situ after 3 months: The effect of not brushing versus the effect of na F dentifrice and na F-free dentifrice. *Caries Res*. 1990;24(4):263-6.

Donly KJ, Ruiz M. In vitro demineralization inhibition of enamel caries utilizing an unfilled resin. *Clin Prev Dent*. Nov-Dez 1992;14(6):22-4.

Dushner H, Gotz H; Øgaard B. Fluoride induced precipitates on enamel surface and subsurface areas visualized by electron microscopy and confocal laser scanning microscopy. *Eur. J. Oral Sci.* 1997;105(5 Pt 2): 466-72.

El-Araby AM, Talic YF. The effect of thermocycling on the adhesion of self-etching adhesives on dental enamel and dentin. *J Contemp Dent Pract.* 2007;8(2):17-24.

Erickson RL, Barkmeier WW, Latta MA. The role of etching in bonding to enamel: a comparison of self-etching and etch-and-rinse adhesive systems. *Dent Mater.* 2009;25(11):1459-67.

Feagin F, Koulourides T, Pigman W. The characterization of enamel surface demineralization, remineralization, and associated hardness changes in human and bovine material. *Arch Oral Biol.* Dez 1969;14(12):1407-17.

Featherstone JD. Prevention and reversal of dental caries: role of low level fluoride. *Community Dent Oral Epidemiol.* Fev 1999;27(1):31-40.

Featherstone JD. The caries balance: the basis for caries management by risk assessment. *Oral Health Prev Dent.* 2004;2(1):259-64.

Fejerskov O, Kidd EAM. Dental caries, the disease and its clinical management. London: Blackwell Munksgaard; 2003.

Gale MS, Darvell BW. Thermal cycling procedures for laboratory testing of dental restorations. *J Dent.* 1999;27(2):89-99.

Gauthier MA, Stangel I, Ellis TH, Zhu XX. Oxygen inhibition in dental resins. *J Dent Res.* 2005;84(8):725-9.

Gelhard TBFM, Ten Cate JM, Arends, J. Rehardening of artificial enamel lesions in vivo. *Caries Res.* 1979;13(2):80-3.

Gelhard TBMF, Arends J. In vivo remineralization of artificial subsurface lesions in human enamel. *Jour Biol Buccale.* Mar 1984;12(1):49-57.

Goepferd SJ, Olberding P. The effect of sealing white spot lesions on lesion progression in vitro. *Pediatr Dent.* 1989;11(1):14-6.

Gohring TN, Zehnder M, Sener B, Schimidlin PR. In vitro microleakage of adhesive-sealed dentin with lactic acid and saliva exposure: a radioisotope analysis. *J Dent.* 2004 Mar; 32(3): 235-40.

Gray GB, Shellis P. Infiltration of resin into white spot caries-like lesions of enamel: an in vitro study. *Eur J Prosthodont. Restor. Dent.* 2002;10(1): 27-32.

Gwinnett AJ, Matsui A. A study of enamel adhesives. The physical relationship between enamel and adhesive. *Archs Oral Biol.* 1967;12(12):1615-20.

Gwinnett AJ. Acid etching for composite resins. *Dent Clin North Am.* 1981; 25(2):271-89.

Hanabusa M, Mine A, Kuboki T, Momoi Y, Van Ende A, Van Meerbeek B, et al. Bonding effectiveness of a new 'multi-mode' adhesive to enamel and dentine. *J Dent.* 2012 Jun;40(6):475-84.

Horowitz AM. Introduction to the symposium on minimal intervention techniques for caries. *J. Public Health Dent.* 1996;56(3 Spec no): 133-4; discussion 161-3)

Hosoda H, Fusayama T. A tooth substance saving restorative technique. *Inter Dent J.* 1984;34(1):1-12.

Ibarra G, Vargas MA, Armstrong SR, Cobb DS. Microtensile bond strength of selfetching adhesives to ground and unground enamel. *J Adhes Dent.* 2002;4(2):115-24.

Inoue S, Vargas MA, Abe Y, Yoshida Y, Lambrechts P, Vanherle G, et al. Microtensile bond strength of eleven contemporary adhesives to enamel. *Am J Dent* 2003;16(5):329-34.

International Organization for Standardization. ISO/TS 11405: Dental Materials - Testing of adhesion to tooth structure. 2.ed. Geneva; 2003.

Jain P, Stewart GP. Effect of dentin primer on shear bond strength of composite resin to moist and dry enamel. *Oper Dent.* 2000;25(1):51-8.

Kiremitçi A, Yalçın F, Gökalp S. Bonding to enamel and dentin using self-etching adhesive systems. *Quintessence Int.* 2004;35(5):367-70.

Lagerweij MD, Ten Cate JM. Remineralization of enamel lesions with daily applications of a high-concentration fluoride gel and a fluoridated toothpaste: An in situ study. *Caries Res.* 2002;36(4):270-4.

Leme AF. Effect of fluoridated dentifrice and acidulated phosphate fluoride application on early artificial carious lesions. *Am J Dent.* 2003;16(2):91-5.

Loguercio AD, Barroso LP, Grande RH, Reis A. Comparison of intra- and intertooth resin-dentin bond strength variability. *J Adhes Dent.* 2005;7(2):151-8.

Loguercio AD, Moura SK, Pellizzaro A, Dal-Bianco K, Patzlaff RT, Grande RH, et al. Durability of enamel bonding using two-step self-etch systems on ground and unground enamel. *Oper Dent.* 2008;33(1):79-88.

Lopes GC, Marson FC, Vieira LCC, de Andrada MAC, Baratieri LN. Composite bond strength to enamel with self-etching primers. *Oper Dent.* 2004;29(4):424-9.

Magalhães AC, Moron BM, Comar LP, Wiegand A, Buchalla W, Buzalaf MA. Comparison of cross-sectional hardness and transverse microradiography of artificial carious enamel lesions induced by different demineralising solutions and gels. *Caries Res.* 2009;43(6):474-83.

Maia LC, De Souza IPR, Cury JA. Effect of a combination of fluoride dentifrice and varnish on enamel surface rehardening and fluoride uptake in vitro. *Eur J Oral Sci.* 2003;111(1):68-72.

Martignon S, Ekstrand KR, Gomez J, Lara JS, Cortes A. Infiltrating/sealing proximal caries lesions: a 3-year randomized clinical trial. *J Dent Res.* 2012;91(3):288-92.

Meyer-Lueckel H; Paris S, Mueller J, Colfen H, Kielbassa AM. Influence of the application time on the penetration of different dental adhesives and a fissure sealant into artificial subsurface lesions in bovine enamel. *Dent Mater.* 2006;22(1):22-8.

Meyer-Lueckel H; Paris S, Kielbassa AM. Surface layer erosion of natural caries lesions with phosphoric and hydrochloric acid gels in preparation for resin infiltration. *Caries Res.* 2007;41(3):223-30.

Meyer-Lueckel H, Paris S. Progression of artificial enamel caries lesions after infiltration with experimental light curing resins. *Caries Res.* 2008a;42(2):117-24.

Meyer-Lueckel H, Paris S. Improved resin infiltration of natural caries lesions. *J Dent Res* 2008b; 87(12):1112-6.

Meyer-Lueckel H; Chatzidakis A, Naumann M, Dorfer CE, Paris S. Influence of application time on penetration of an infiltrant into natural enamel caries. *J Dent.* 2011;39(7):465-9.

Miguez PA, Pereira MP, Swift EJ Jr. One-year tensile bond strengths of two self-etching primers to bovine enamel. *J Esthet Restor Dent.* 2004;16(4):243-8.

Miyazaki M, Hinoura K, Honjo G, Onose H. Effect of self-etching primer application method on enamel bond strength. *Am J Dent.* 2002;15(6): 412-6.

Myers CL, Rossi F, Cartz L. Adhesive taglike extensions into acid-etched tooth enamel. *J Dent Res.* 1974;53(2):435-41.

Nakabayashi N. Dentinal bonding mechanisms. *Quintessence Int.* 1991 Feb;22(2):73-4.

Nakamichi I, Iwaku M, Fusayama T. Bovine teeth as possible substitutes in the adhesion test. *J Dent Res.* 1983;62(10):1076-81.

Neuhaus KW, Schlafer S, Lussi A, Nyvad B. Infiltration of Natural Caries Lesions in Relation to Their Activity Status and Acid Pretreatment in vitro. *Caries Res.* 2013 7;47(3):203-210.

Nikaido T, Kunzelmann KH, Chen H, Ogata M, Harada N, Yamaguchi S et al. Evaluation of thermal cycling and mechanical loading on bond strength of a self-etching primer system to dentin. *Dent Mater.* 2002; 18(3):269-75.

Nyvad B, Fejerskov O. Assessing the stage caries lesion activity on the basis of clinical and microbiological examination. *Community Dent. Oral Epidemiol.* 1997;25(1):69-75.

Øgaard B, Seppä L, Rølla G. Professional topical fluoride applications – clinical efficacy and mechanism of action. *Adv Dent Res.* 1994;8(2):190-201.

Øgaard B. CaF₂ formation: cariostatic properties and factors of enhancing the effect. *Caries Res.* 2001;35(1):40-4.

Osorio R, Monticelli F, Moreira MA, Osorio E, Toledano M. Enamel-resin bond durability of self-etch and etch & rinse adhesives. *Am J Dent.* 2009;22(6):371-5.

Ozer F, Blatz MB. Self-etch and etch-and-rinse adhesive systems in clinical dentistry. *Compend Contin Educ Dent.* 2013;34(1):12-4.

Paris S, Meyer-Lueckel H, Mueller J, Hummel M, Kielbassa AM. Progression of sealed initial bovine enamel lesions under demineralizing conditions in vitro. *Caries Res.* 2006;40(2):124-9.

Paris S, Meyer-Lueckel H, Cölfen H, Kielbassa AM. Resin infiltration of artificial enamel caries lesions with experimental light curing resins. *Dent Mater J*. 2007a;26(4):582-8.

Paris S, Meyer-Lueckel H, Colfen H, Kielbassa AM. Penetration coefficients of commercially available and experimental composites intended to infiltrate enamel carious lesions. *Dent Mater*. 2007b;23(6):742-8.

Paris S, Meyer-Lueckel H, Kielbassa AM. Resin infiltration of natural caries lesions. *J Dent Res*. 2007c;86(7):662-6.

Paris S, Dorfer CE, Meyer-Lueckel H. Surface conditioning of natural enamel caries lesions in deciduous teeth in preparation for resin infiltration. *J Dent*. 2010a;38(1):65-71.

Paris S, Meyer-Lueckel H. Infiltrants inhibit progression of natural caries lesions in vitro. *J Dent Res*. 2010b;89(11):1276-80.

Paris S, Meyer-Lueckel H. Inhibition of caries progression by resin infiltration in situ. *Caries Res*. 2010c;44(1):47-54.

Paris S, Hopfenmuller W, Meyer-Lueckel H. Resin infiltration of caries lesions: an efficacy randomized trial. *J Dent Res*. 2010d;89(8):823-6.

Paris S, Soviero VM, Seddig S, Meyer-Lueckel H. Penetration depths of an infiltrant into proximal caries lesions in primary molars after different application times in vitro. *Int J Paediatr Dent*. 2012;22(5):349-55.

Paris S, Schwendicke F, Seddig S, Muller WD, Dofer C, Meyer-Lueckel H. Micro-hardness and mineral loss of enamel lesions after infiltration with various resins: Influence of infiltrant composition and application frequency in vitro. *J Dent*. 2013;41(6):543-8.

Pashley DH, Tay FR. Aggressiveness of contemporary self-etching adhesives. Part II: etching effects on unground enamel. *Dent Mater*. 2001;17(5):430-44.

Poggio C, Scribante A, Della Zoppa F, Colombo M, Beltrami R, Chiesa M. Shear bond strength of one-step self-etch adhesives to enamel: effect of acid pretreatment. *Dent Traumatol*. 2014;30(1):43-8.

Pucci CR, Antunes DP, Pagani CC, Torres CRG, Borges AB, Tay FR. Influence of des-remineralization process on the bond-strength of one-step self-etching to enamel. *Dent Mater*. 2013;29(1):e66.

Reis A, Moura K, Pellizzaro A, Dal-Bianco K, de Andrade AM, Loguercio AD. Durability of enamel bonding using one-step self-etch systems on ground and unground enamel. *Oper Dent*. 2009;34(2):181-91.

Robinson C, Brookes SJ, Kirkham J, Wood SR, Shore RC. In vitro studies of the penetration of adhesive resins into artificial caries-like lesions. *Caries Res*. 2001;35(2):136-41.

Robinson C, Hallsworth AS, Weatherell JA, Kunzel W. Arrest and control of carious lesions: a study based on preliminary experiments with resorcionolformaldehyde resin. *J Dent Res*. 1976;55(5):812-8.

Rodda JC. Impregnation of caries-like lesions with dental resins. *Dent J*. 1983;79:114-7.

Roulet JF, Van Meerbeek B. Statistics: a nuisance, a tool, or a must? *J Adhes Dent*. 2007;9(3):287-8.

Rueggeberg FA, Margeson DH. The effect of oxygen inhibition on an unfilled/filled composite system. *J Dent Res*. 1990;69(10):1652-8.

Rueggeberg FA, Caughman WF, Curtis JWJr. Effect of light intensity and exposure duration on cure of resin composite. *Oper Dent*. 1994;19(1):26-32.

Sano H, Shono T, Sonoda H, Takatsu T, Ciuchi B, Carvalho R, et al. Relationship between surface area for adhesion and tensile bond strength – evaluation of a micro-tensile bond test. *Dent Mater*. 1994;10(4):236-40.

Schmidlin PR, Zehnder M, Pasqualetti T, Imfeld T, Besek MJ. Penetration of a bonding agent into De- and remineralized enamel in vitro. *J Adhes Dent*. 2004;6(2):11-5.

Shellis RP, Duckworth RM. Studies on the cariostatic mechanisms of fluoride. *Int Dent J*. 1994;44(3):263-73.

Shimada Y, Senawongse P, Harnirattisai, C Burrow MF, Nakaoki Y, Tsgami J. Bond strength of two adhesive systems to primary and permanent enamel. *Oper Dent*. 2002;27(4):403-9.

Silverstone LM, Poole DFG. Histologic and ultrastructural features of remineralized carious enamel. *J Dent Res*. 1969;48(5):766-70.

Silverstone LM. Laboratory studies on the demineralization and remineralization of human enamel in relation to caries mechanisms. *Aust Dental J*. 1980;25(3):163-8.

Silverstone LM. The effect of fluoride in the remineralization of enamel caries and caries-like lesions in vitro. *J Public Health Dent.* 1982;42(1):42-53.

Soviero VM, Paris S, Leal SC, Azevedo RB, Meyer-Lueckel H. Ex vivo evaluation of caries infiltration after different application times in primary molars. *Caries Res.* 2013;47(2):110-6.

Subramaniam P, Girish Babu KL, Lakhotia D. Evaluation of penetration depth of a commercially available resin infiltrate into artificially created enamel lesions: An in vitro study. *J Conserv Dent.* 2014 Mar;17(2):146-9.

Takagi S, Liao H, Chow LC. Effect of tooth-bound fluoride on enamel demineralization/remineralization in vitro. *Caries Res.* 2000;34(4): 281-8.

Tay FR, Gwinnett AJ, Pang KM, Wei SH. Resin permeation into acid-conditioned, moist, and dry dentin: a paradigm using water-free adhesive primers. *J Dent Res.* 1996;75(4):1034-44.

Tay FR, Pashley DH, Yiu CK, Sanares AM, Wei SH. Factors contributing to the incompatibility between simplified-step adhesives and chemically-cured or dual-cured composites. Part I. Single-step self-etching adhesive. *J Adhes Dent.* 2003;5(1):27-40.

Tay FR. Comunicado pessoal Prof. Franklin R. Tay, Department of Oral Biology, College of Dental Medicine, Georgia Health Sciences University, Augusta, GA, USA, 2010.

Ten Cate JM, Arends J. Remineralization of artificial enamel lesions in vitro. III. A study of the deposition mechanism. *Caries Res.* 1980;14(6): 351-8.

Thylstrup A.; Fejerskov O. Cariologia Clínica. In: Características Clínicas e Patológicas da Cárie Dentária. 2ed. São Paulo: Santos, 1995. Cap. 6, p. 111-57.

Titley KC. The effect of various storage methods and media on shear bond strengths of dental composite resin to bovine dentin. *Arch Oral Biol.* 1998;43(4):305-11.

Tonami K, Takahashi H, Nishimura F. Effect of frozen storage and boiling on tensile strength of bovine dentin. *Dent Mater J.* 1996;15(2):205-11.

Torres CRG, Borges AB, Torres LM, Gomes IS, de Oliveira RS. Effect of caries infiltration technique and fluoride therapy on the colour masking of white spot lesions. *J Dent.* Mar 2011;39(3):202-7.

Torres CRG, Rosa PCF, Ferreira NS, Borges AB. Effect of caries infiltration technique and fluoride therapy on microhardness of enamel carious lesions. *Oper Dent*. 2012; 37(4):363-9.

Van Noort R, Noroozi S, Howard IC, Cardew G. A critique of bond strength measurements. *J Dent*. 1989;17(2):61-7.

Van Meerbeeck B, de Munck J, Yoshida Y, Inoue S, Vargas M, Vijay P, et al. Adhesion to enamel and dentin: current status and future challenges. *Oper Dent*. 2003;28(3):215-35.

Wei SHY. Electron microprobe analyses of the remineralization of enamel. *J Dent Res*. 1970;49(3):621-5.

Wei SHY, Koulourides T. Electron microprobe and microhardness studies of enamel remineralization. *J Dent Res*. 1972;51(2):648-51.

Wiegand A, Stawarczyk B, Kolakovic M, Hämmerle CH, Attin T, Schmidlin PR. Adhesive performance of a caries infiltrant on sound and demineralised enamel. *J Dent*. 2011;39(2):117-21.

Yamauti M, Hashimoto M, Sano H, Ohno H, Carvalho RM, Kaga M, et al. Degradation of resin-dentin bonds using NaOCl storage. *Dent Mater*. 2003;19(5):399-405.

Yamazaki H, Litman A, Margolis HC. Effect of fluoride on artificial caries lesion progression and repair in human enamel: regulation of mineral deposition and dissolution under in vivo-like conditions. *Arch Oral Biol*. 2007 Feb;52(2):110-20.

Yassen GH, Platt JA, Hara AT. Bovine teeth as substitute for human teeth in dental research: a review of literature. *J Oral Sci*. 2011 Sep;53(3):273-82. *J Oral Sci*. 2011 Sep;53(3):273-82.