

JOSÉ FERREIRA COSTA

**SOLUÇÕES AQUOSAS DE NITRATO DE PRATA:
CARACTERÍSTICAS E DESEMPENHO NOS TESTES DE
INFILTRAÇÃO**

São Paulo

2005

José Ferreira Costa

**Soluções aquosas de nitrato de prata:
características e desempenho nos testes de infiltração**

Tese apresentada à Faculdade de Odontologia da Universidade de São Paulo, para obter o título de Doutor, pelo Programa de Pós-Graduação em Odontologia.

Área de Concentração: Materiais Dentários

Orientadora: Profa. Dra. Rosa Helena Miranda Grande

São Paulo

2005

FOLHA DE APROVAÇÃO

Costa JF. Soluções aquosas de nitrato de prata: características e desempenho nos testes de infiltração [Tese de Doutorado]. São Paulo: Faculdade de Odontologia da USP; 2005.

São Paulo, / / 2005

Banca Examinadora

1) Profa. Dra. Rosa Helena Miranda Grande (Orientadora)

Titulação: Professora Associada do Departamento de Materiais Dentários (FOUSP).

Julgamento: _____ Assinatura _____

2) Prof(a). Dr(a). _____

Titulação: _____

Julgamento: _____ Assinatura _____

3) Prof(a). Dr(a). _____

Titulação: _____

Julgamento: _____ Assinatura _____

4) Prof(a). Dr(a). _____

Titulação: _____

Julgamento: _____ Assinatura _____

5) Prof(a). Dr(a). _____

Titulação: _____

Julgamento: _____ Assinatura _____

DEDICATÓRIA

À minha amada esposa, Elizabeth.

Ao meu filho querido, Bruno.

Um corpo sem inteligência não ama. Um corpo sem saúde não desfruta do amor. Um gênio sem amor não tem saúde espiritual. Diante disso tudo, devemos a cada instante procurar a companhia das três virtudes, mesmo que alcancemos uma a uma.

(Paulo Baleki)

AGRADECIMENTOS

A Deus.

Estudar na FOU SP foi uma dádiva.

À Universidade de São Paulo, Universidade Federal do Maranhão e à CAPES.

Pela sábia atitude na realização do Programa de Qualificação Institucional (PQI)

À minha Orientadora, Profa. Dra. Rosa Helena Miranda Grande.

Pela determinação e confiança na concretização do PQI.

Pela orientação exigente, competente e responsável.

Ao Professor Dr. Leonardo Eloy Rodrigues Filho, Chefe do Departamento de Materiais Dentários da FOU SP.

Pela extrema sabedoria e afinada sensibilidade profissional,

na condução do PQI.

Ao Professor Dr. Alessandro Dourado Loguercio, da UNOESC.

Pela valiosa contribuição na defesa de qualificação e pelas sábias sugestões na elaboração deste trabalho.

À Professora Dra. Elisabeth de Oliveira, do Instituto de Química da FOU SP.

Pela execução do teste de espectrometria de emissão atômica,

realizado nesta pesquisa.

Ao Professor Dr. Moacyr Novelli, do Departamento de Estomatologia da FOU SP

Pela disponibilidade do laboratório de informática (LIDO), fundamental na realização deste trabalho.

À Professora Dra. Adriana Bona Matos, do Departamento de Dentística da FOU SP.

Pela disponibilidade do aparelho fotopolimerizador para execução da parte restauradora desta pesquisa.

À Professora Dra. Célia Regina Martins Delgado Rodrigues, do Departamento de Ortodontia e Odontopediatria da FOU SP

Pelas eficientes sugestões na defesa de qualificação.

À Professora Dra. Cláudia Maria Coelho Alves, da UFMA.

Pelo incentivo para a realização desta jornada.

Às amigas do Maranhão, Ana Maria Almeida e Ivone Lima Santana.

Pelo convívio harmônico e responsável durante a jornada.

Aos professores do Departamento de Odontologia I da Universidade Federal do Maranhão.

Pelo apoio e cooperação na liberação dos professores para a qualificação profissional.

Ao Corpo Docente do Departamento de Materiais da FOU SP

Pelos aprimorados ensinamentos proporcionados nesta pós-graduação.

Aos colegas do Departamento de Materiais Dentários

Pelo convívio e transmissão de conhecimentos materianos.

Aos funcionários do Departamento de Materiais Dentários da FOU SP

Pelo apoio e cooperação.

MUITO OBRIGADO!

Pesquisa parcialmente apoiada pela CAPES/PQI (Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior – Programa de Qualificação Institucional)

Costa JF. Soluções aquosas de nitrato de prata: características e desempenho nos testes de infiltração [Tese de Doutorado]. São Paulo: Faculdade de Odontologia da USP; 2005.

RESUMO

Soluções de nitrato de prata são freqüentemente usadas em testes de micro e nanoinfiltração, apesar de nem todas as suas características estarem definidas claramente na literatura. Neste estudo foram avaliadas soluções aquosas de nitrato de prata quanto ao pH e à quantidade de prata iônica (ppm) em várias concentrações, bem como o desempenho dessas soluções em testes de microinfiltração realizados em dentes decíduos e permanentes. Numa primeira fase foi analisado o pH (pHmetro digital) de solução a 50% (p/v), tendo como variáveis a pureza da água, a marca comercial do sal, a cor do frasco, e a idade pós-preparo. Posteriormente, avaliou-se a quantidade de prata iônica, por espectrometria de emissão atômica, presente nas soluções (1%, 5%, 25% e 50%) ao longo de 168 horas de armazenagem. Em cavidades de classe V, confeccionadas nas faces vestibular e lingual/palatina de molares, foram aplicados dois sistemas adesivos (OptiBond FL ou OptiBond Solo Plus SE). Após a restauração (Filtek Z-250) foi determinado o valor médio de microinfiltração (mm) para diversas concentrações e idade pós-preparo das soluções. Os dados obtidos foram tratados por análise de variância e teste de Tukey ($\alpha=0,05$). As soluções analisadas na primeira etapa apresentaram pH médio entre $7,9\pm 2,2$ a $11,8\pm 0,9$, e houve diferenças significativas para todas as variáveis. O teor médio de prata iônica apresentou diferenças

significativas para o fator Concentração ($4,75 \pm 0,5$ a 1% e $293 \pm 15,3$ ppm a 50%); porém, não houve diferença para o fator Idade. Nos testes de microinfiltração houve diferença significativa apenas para o fator Adesivo ($p < 0,01$); os demais fatores e as interações não apresentaram diferenças significativas. Com base nos resultados obtidos neste estudo pode-se concluir que: 1) o pH de soluções aquosas de nitrato de prata varia de neutro a alcalino; 2) a quantidade de prata iônica e o pH se mantêm estáveis por até 168h; 3) a concentração e a idade pós-preparo das soluções não interferiram nos valores médios de microinfiltração; 4) o sistema adesivo OptiBond FL apresentou menores valores de microinfiltração, em dentes permanentes e decíduos.

Palavras-Chave: nitrato de prata, microinfiltração, sistemas adesivos

Costa JF. Aqueous silver nitrate solutions: characteristics and performance in leakage tests [Tese de Doutorado]. São Paulo: Faculdade de Odontologia da USP; 2005.

ABSTRACT

Silver nitrate solutions are frequently used in micro and nanoleakage tests, although not all of their characteristics are clearly defined in the literature. In this study an assessment was made of aqueous silver nitrate solutions as regards pH and the amount of ionic silver (ppm) in various concentrations, as well as the performance of these solutions in microleakage tests performed in primary and permanent teeth. In the first phase the pH (digital pH meter) of a 50% (w/v) solution was analyzed, having water purity, commercial brand of the salt, the color of the flask, and the storage time as variables. Afterwards, the amount of ionic silver present in the solutions (1%, 5%, 25% and 50%) was evaluated by atomic emission spectrometry, throughout 168 hours of storage. In Class V cavities made on the vestibular and lingual/palatal faces of molars, two adhesive systems were applied (OptiBond FL or OptiBond Solo Plus SE). After restoration (Filtek Z-250) the mean microleakage value (mm) was determined for the various concentrations and post-preparation time of the solutions. The data obtained were submitted to analysis of variance and the Tukey test ($\alpha=0.05$). The solutions analyzed in the first stage had a mean pH ranging between 7.9 ± 2.2 and 11.8 ± 0.9 , and there were significant differences for all the variables. The mean ionic silver content presented with significant differences for the factor Concentration (4.75 ± 0.5 at 1% and 293 ± 15.3 ppm at 50%); but there was no

difference for the factor Time. In the microleakage tests there was significant difference only for the factor Adhesive ($p < 0.01$); the other factors and the interactions did not present with any significant differences. Based on the results obtained in this study, it may be concluded that: 1) the pH of aqueous silver nitrate solutions varies from neutral to alkaline; 2) the amount of ionic silver and pH remained stable for up to 168h; 3) the concentration and the post-preparation time of the solutions did not interfere with the mean microleakage values; 4) the adhesive system OptiBond FL presented with the lowest microleakage values in both permanent and primary teeth.

Keywords: silver nitrate, microleakage, adhesive systems

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

- Figura 4.1 – Embutimento, impermeabilização e evidenciação com AgNO_3 , e primeira seção longitudinal (mésio-distal) do espécime.....42
- Figura 4.2 – Separação das metades dos espécimes; 2 cortes paralelos para obtenção de 3 fragmentos e 4 superfícies de cada restauração para análise.....42
- Figura 4.3 – Mensuração da penetração do AgNO_3 nas margens oclusal e cervical em dente decíduo e permanente, respectivamente.....42
- Gráfico 5.1 – Distribuição da quantidade média de prata iônica nas diversas soluções em função da Idade pós-preparo e Concentração das soluções.....48

LISTA DE QUADROS

- Quadro 4.1 – Características dos sais de prata e das águas usados no estudo.....33
- Quadro 4.2 – Distribuição das condições experimentais de acordo com os sistemas adesivos, idades pós-preparo e concentrações das soluções aquosas de AgNO_338
- Quadro 4.3 – Material e seqüência utilizados nos procedimentos adesivos.....39
- Quadro 4.4 – Distribuição das condições experimentais de acordo com os sistemas adesivos e concentrações das soluções aquosas de AgNO_344

LISTA DE TABELAS

- Tabela 5.1 – Médias e desvios padrões do pH em relação ao fator Marca do sal.....45
- Tabela 5.2 – Médias e desvios padrões do pH em relação ao fator Idade pós-preparo das soluções.....45
- Tabela 5.3 – Médias e desvios padrões do pH em relação ao fator Pureza da água.....46
- Tabela 5.4 – Médias e desvios padrões do pH em relação ao fator tipo de Frasco..46
- Tabela 5.5 – Distribuição das quantidades médias e desvios padrões (ppm) de prata iônica em função da Idade pós-preparo e da Concentração das soluções de AgNO_347
- Tabela 5.6 – Análise de variância da Quantidade de prata iônica em função da Idade (modelo já reduzido).....48
- Tabela 5.7 – Médias e desvios padrões da Quantidade de prata iônica (ppm) em função da Concentração das soluções de AgNO_349
- Tabela 5.8 – Valores de “p” para cada uma das comparações de Quantidade de prata iônica.....49
- Tabela 5.9 – Médias e desvios padrões (mm) de penetração do AgNO_3 nos respectivos sistemas adesivos em função da Concentração e da Idade pós-preparo das soluções.....50

Tabela 5.10 – Análise de variância da média de penetração do AgNO_3 de acordo com os fatores Concentração, Idade pós-preparo das soluções, e Adesivo.....51

Tabela 5.11 – Médias e desvios padrões (mm) de penetração do AgNO_3 nos respectivos sistemas adesivos em função da Concentração.....52

Tabela 5.12 – Análise de variância da média de penetração do AgNO_3 de acordo com os fatores Adesivo e Concentração das soluções.....52

LISTA DE ABREVIATURAS E SÍMBOLOS

PAMA	ácido monometacrilato
Bis-GMA	bisfenol glicidil dimetacrilato
DP	desvio padrão
EDMAB	etil 4-dimetil amino benzoato
GDM	glicerol dimetacrilato
GPDM	glicerofosfato dimetacrilato
g	grama
°C	graus Celsius
HEMA	hidróxi-etil-metacrilato
MEHQ	hidroquinona monometil éter
h	hora
l	litro
l/mm	litro por milímetro
MEV/SEM	microscopia eletrônica de varredura
MET/TEM	microscopia eletrônica de transmissão

μl	microlitro
μm	micrometro
ml	mililitro
mm	milímetro
mW/cm^2	miliWatts por centímetro quadrado
min	minuto
nm	nanômetro
AgNO_3	nitrato de prata
n	número da amostra
%	percentual
ppm	partes por milhão
pH	potencial hidrogeniônico
s	segundo

SUMÁRIO

	p.
1 INTRODUÇÃO.....	18
2 REVISÃO DA LITERATURA.....	20
2.1 Adesão ao substrato dental e integridade marginal.....	20
2.2 Soluções de nitrato de prata em testes de micro e nanoinfiltração.....	25
3 PROPOSIÇÃO.....	31
4 MATERIAL E MÉTODOS.....	32
4.1 Estudo 1 - Análise do pH de soluções aquosas a 50% de AgNO ₃	32
4.2 Estudo 2 - Quantidade da prata iônica em soluções aquosas de AgNO ₃	35
4.3 Estudo 3 - Teste de microinfiltração em dentes permanentes.....	36
4.4 Estudo 4 - Teste de microinfiltração em dentes decíduos.....	43
5 RESULTADOS.....	45
5.1 Estudo 1.....	45
5.2 Estudo 2.....	46
5.3 Estudo 3.....	50
5.4 Estudo 4.....	51
6 DISCUSSÃO.....	53
7 CONCLUSÕES.....	60
REFERÊNCIAS.....	61
ANEXOS.....	68

1 INTRODUÇÃO

Os avanços no conhecimento do material usado em Odontologia continuam a gerar produtos com capacidade adesiva cada vez mais efetiva e durável. Com isso, os procedimentos restauradores têm sido muito beneficiados, uma vez que, o material atual apresenta propriedades mecânicas, desempenho funcional, e características estéticas adequadas às técnicas de máxima preservação da estrutura dental sadia.

Embora, os testes laboratoriais não reproduzam exatamente as condições que ocorrem *in vivo* e não permitam extrapolação dos resultados para a clínica, eles representam um importante parâmetro de análise, uma vez que, se o material apresentar comportamento inadequado *in vitro*, provavelmente resultará em um desempenho clínico catastrófico. Dentre os testes laboratoriais para analisar a qualidade da união adesiva dente/restauração destacam-se os ensaios mecânicos e os testes de integridade marginal, sendo que cada um apresenta características, parâmetros e limitações próprias.

Em testes de microinfiltração, o uso de corantes é um dos métodos mais antigos devido a sua simplicidade, ausência de risco e de não requerer reações químicas adicionais para ser identificado; entretanto, há necessidade de cuidadosa padronização, devido à técnica ser muito sensível a variações. Traçadores químicos também são usados, e entre eles, destaca-se a solução de nitrato de prata a 50%, pois além de ser analisado em microscopia óptica, pode ser avaliado em microscopia eletrônica, já que a precipitação da prata torna a região corada passível de ser visualizada durante a análise.

Devido ao pequeno tamanho da partícula, à alta reatividade da solução, e à prata que se liga fortemente a fibrilas colágenas não envoltas pela resina adesiva, a solução de nitrato de prata passou a ser considerada um dos agentes mais apropriados para detectar as nanoporosidades ou os sinais de degradação hidrolítica dentro das camadas híbrida e adesiva.

Nos últimos anos, alguns pesquisadores chamaram a atenção para o pH ácido dessas soluções e o potencial de provocar desmineralização do substrato imerso por várias horas na solução. Para contornar o inconveniente da possível interferência nos resultados, alguns autores recomendaram o uso de solução de nitrato de prata tamponada, amoniacal, ou ainda da metenamina de prata por apresentarem um pH básico. Cumpre ressaltar que apesar da preocupação desses autores com a acidez das soluções de nitrato de prata, é surpreendente observar que a maioria dos estudos não especifica a formulação precisa das mesmas.

Assim, a realização desta pesquisa foi motivada pelos questionamentos dos pesquisadores, quanto ao pH e à quantidade de prata iônica presente em várias concentrações e idade pós-preparo das soluções aquosas de nitrato de prata.

2 REVISÃO DA LITERATURA

2.1 Adesão ao substrato dental e integridade marginal

A adesão ao substrato dental está fundamentada no processo de hibridização que envolve a infiltração de monômeros, através da difusão e, subsequente polimerização de material resinoso nas porosidades criadas em função do condicionamento ácido, que resulta em um imbricamento micromecânico entre o substrato dental e a resina (VAN MEERBEEK et al., 2003; FRANKENBERGER et al., 2005).

Quando se trata de entender as causas da infiltração, muitos cuidados devem ser tomados, pois, ela pode ser decorrente de vários fatores, como a dissolução dos forradores, degradação do adesivo ou material restaurador, contração de polimerização do material, variação do coeficiente de expansão térmica, sorção de água, e da deformação do elemento dental sob a carga mecânica (SWIFT JR et al., 1996; LI; BURROW; TYAS, 2001; HILTON, 2002; FRANKENBERGER et al., 2005). Estes fatores combinados com baixos valores de união dos sistemas adesivos dentinários têm sido considerados como responsáveis pela formação de fendas ao redor das restaurações (PRATI et al., 1994; HILTON; SCHWARTZ; FERRACANE, 1997). A presença de microespaços favorece a percolação do fluido bucal, bactérias, moléculas e íons ao longo das margens da restauração (KIDD, 1976; PRATI et al., 1994), e acarreta descoloração marginal,

sensibilidade pós-operatória, cárie recorrente e alterações pulpares (PERIS; DUARTE JR; DE ANDRADE, 2003).

Apesar das interessantes combinações e modificações do material odontológico, além da apuração nas técnicas restauradoras que vêm sendo propostas, o sucesso clínico de restaurações em dentes posteriores com resina composta, ainda é limitado no que diz respeito à integridade marginal, desgaste e longevidade (FERRARI; DAVIDSON, 1996).

Embora seja possível obter uma adesão confiável entre esmalte e resina composta, um método ideal de unir uma resina composta à dentina ainda precisa ser desenvolvido (GRIFFITHS; WATSON, 1995; HEWLETT, 2003). Há um consenso entre os pesquisadores em afirmar que a dificuldade em se obter um selamento marginal em restaurações de resina composta com término em dentina deve-se à complexidade deste substrato, pois o mesmo é heterogêneo, de natureza hidrofílica e fisiologicamente dinâmico, o que dificulta a efetividade dos sistemas adesivos (GRIFFITHS; WATSON, 1995; REIS et al., 2001; BOTELHO; MONDELLI; MONDELLI, 2004).

A natureza altamente variável da dentina entre os dentes, entre indivíduos, e até no mesmo dente, bem como o conteúdo orgânico e aquoso relativamente alto, se comparado com o esmalte, torna a adesão consistente e confiável um verdadeiro desafio. A profundidade do preparo cavitário também é importante devido à dentina superficial ser menos hidratada e mais mineralizada (LATTA; BARKMEIER, 1998; HEWLETT, 2003).

Além disso, a adesão de material restaurador à dentina pode ser comprometida por um número de condições do ambiente intrabucal, incluindo a possibilidade de contaminação pela saliva ou fluidos gengivais, dificuldade técnica

associada à inserção do material, ao contorno, e ao acabamento em resina composta, principalmente em cavidades de classe II (ABDALLA; DAVIDSON, 1993).

Estudos indicam quase sempre a presença de microinfiltração nas paredes gengivais de restaurações com resina composta. A microinfiltração pode ser ainda maior abaixo da junção cimento-esmalte em restaurações do tipo classe II (HILTON; SCHWARTZ; FERRACANE, 1997; PEREIRA et al., 2004) e de classe V (TAY et al., 1995; HOFMANN et al., 2003; PRADELLE-PLASSE et al., 2003), onde a margem cervical da restauração não se localiza em esmalte (GORDON et al., 1986).

Shook et al. (2003) comprovaram que as margens gengivais em dentina, preparos classe V, apresentavam infiltração significativamente superior às margens em esmalte, independentemente do instrumento rotatório usado (carbeto de tungstênio ou ponta diamantina de granulação média e fina).

Um bom parâmetro para se avaliar a eficácia dos sistemas adesivos é sem dúvida a redução da infiltração marginal (YU et al., 1992). Embora desenvolvido inicialmente como um método para aumentar a retenção adicional, a técnica de condicionamento ácido mostrou reduzir a infiltração marginal em restaurações de resina composta. De forma similar, os sistemas adesivos dentinários, que foram desenvolvidos principalmente para ganhar retenção via união físico-química tanto à dentina quanto ao esmalte, têm sido associados com a redução da infiltração com restaurações de resina composta (YOUNGSON; GREY; MARTIN, 1990).

Muitos avanços nas pesquisas sobre adesão dentária (PASHLEY et al., 1995) foram alcançados desde 1955 com o estudo pioneiro de Buonocore. Os autores citaram ainda outras contribuições significativas como os estudos de Bowen (1965), Kemper e Kilian (1976), Watanabe et al. (1987), e Retief (1991), uma vez que esses trabalhos ajudaram a padronizar os testes de microinfiltração para avaliar

a qualidade da união dente/material restaurador. Kidd (1976) considerou o teste de microinfiltração como o método mais comum para avaliar a eficiência do selamento marginal.

A falta de padronização dos testes de microinfiltração (YOUNGSON et al., 1998) representa um grande problema ao se comparar as pesquisas. Os estudos sobre microinfiltração não permitem análises comparativas criteriosas entre os resultados obtidos (GWINNETT et al., 1995; PAZINATTO; ATTA, 2004). Há uma grande variabilidade nos procedimentos, tais como meio e tempo de armazenagem; temperatura e número de ciclos térmicos e/ou de carga; tipo, concentração, pH, e tempo de imersão nos corantes entre outros (ALANI; TOH, 1997; FORMOLO; SARTORI; DEMARCO, 2001; RASKIM et al., 2001).

A eficácia da adesividade das restaurações de resina composta pode ser medida por um selamento cavitário completo e duradouro. Assim, é óbvio que os testes de microinfiltração sejam freqüentemente usados em laboratório na tentativa de avaliar a efetividade dos sistemas restauradores adesivos (KUBO et al., 2002).

Ainda que, a relevância clínica de testes de microinfiltração não esteja bem clara e resultados laboratoriais nem sempre se correlacionam precisamente com a situação clínica, testes de microinfiltração são ainda um método útil de investigação de adesivos dentinários (LINDEN; SWIFT JR, 1994). Neste sentido, muitos ensaios incorporam tensões térmicas (LI; BURROW; TYAS, 2002b; CELIBERTI; LUSSI, 2005), mecânicas (LI; BURROW; TYAS, 2002a; MITSUI et al., 2003) e termomecânicas (FRANKENBERGER et al., 2005), para simular a condição bucal, com resultados muito variados.

Ferrari et al. (1994) demonstraram resultados de microinfiltração muito similares quando os testes foram realizados apenas *in vitro* e quando realizados

após períodos *in vivo*. Portanto, para os autores, os testes laboratoriais deveriam ser considerados suficientemente confiáveis para estimativa do desempenho clínico. No entanto, Lopes et al. (2004) consideraram que mesmo em simulações cuidadosamente executadas, as condições laboratoriais variam significativamente daquelas presentes *in vivo*.

Em particular a adaptação dos sistemas adesivos na estrutura dentária pode ser muito influenciada dependendo de ser a sua aplicação realizada na boca ou em dentes extraídos. Uma das condições clínicas de grande importância é a existência do fluxo de líquido tissular através dos túbulos dentinários. Comprovadamente, a água pode ser um fator contribuinte para afetar a resistência mecânica do material polimérico (MAIR, 1989; CARRILHO et al., 2004), e a microinfiltração quando a margem do preparo está localizada em dentina (FERRARI; DAVIDSON, 1996). Além deste fator, que está ausente na maioria dos experimentos *in vitro*, a tensão superficial da dentina dos espécimes *in vitro* pode estar alterada como resultado da extração e armazenagem dos dentes (ABDALLA; DAVIDSON, 1993).

Outro fator de relevância em pesquisas, *in vivo* e *in vitro*, é a umidade intrínseca e extrínseca do substrato. Trabalhos têm mostrado que a variação da umidade relativa e temperatura na execução de procedimentos com sistemas adesivos influenciam os resultados (CARVALHO et al., 2004a; CELIBERTI; LUSSI, 2005). Na prática clínica, na qual o dique de borracha não é aplicado, o ar exalado reterá uma alta umidade (100%) na cavidade bucal. Alguns pesquisadores relataram ainda, que em regiões geográficas onde há uma alta umidade, mesmo com a aplicação do dique de borracha o problema não seria totalmente contornado (PLASMANS et al., 1993; BURROW et al., 1995).

Quanto à análise de interface dente/restauração, em testes de microinfiltração, várias metodologias têm sido testadas (ABDALLA; DAVIDSON, 1993; GLADYS et al., 2001; HOFMANN et al., 2003; RASKIN et al., 2003; BOTELHO; MONDELLI; MONDELLI, 2004; CELIBERTI; LUSI, 2005), tentando minimizar as intercorrências associadas com os estudos. Gwinnett et al. (1995) testaram três métodos para avaliar a microinfiltração em restauração classe V: um corte longitudinal na linha média da restauração, cortes seriados e reconstrução das imagens digitalizadas por computador, e o método da diafanização (imersão de espécimes desmineralizados em metilsalicilato). A severidade da microinfiltração para todos os grupos foi registrada como valores lineares. Os resultados mostraram infiltração significativamente menos severa para o método do corte único.

2.2 Soluções de nitrato de prata em testes de micro e nanoinfiltração

Sabe-se que os sistemas adesivos variam na sua resistência de união e habilidade para inibir a microinfiltração. Com o intuito de classificar ou diferenciar os produtos, diferentes métodos, tais como traçadores químicos (nitrato de prata), corantes, (azul de metileno, eritrosina, fucsina básica), e até mesmo radioisótopos, têm sido usados para mensurar a microinfiltração (FITCHIE et al., 1990).

A técnica por penetração de corante ainda é um dos métodos mais usado para avaliar o selamento marginal, pois permite verificar a penetração da substância em cores contrastantes na interface dente-restauração, sem a necessidade de

reações químicas ou do uso de material radioativo (WU; COBB,1981; WU et al., 1983).

Entretanto, estes métodos dão apenas informações quantitativas sobre a microinfiltração. Além disso, a solução corante pode reagir com a dentina, e seu pH ácido pode alterar o substrato e fornecer resultados alterados (STARKEY; ANDERSON; PASHLEY, 1993), ou seja, dependendo do tempo de imersão da amostra no corante pode ocorrer desmineralização da dentina, levando a valores aumentados de infiltração. Wu e Wesselink (1993) analisaram a qualidade de retro-obturações de canais endodonticamente tratados com a solução aquosa de azul de metileno, que apresenta pH ácido. O efeito desmineralizador foi proporcional ao pH e ao tempo de exposição dos espécimes, sendo que, em pH neutro nenhum efeito significativo foi observado, independente do tempo de imersão.

Apesar da variedade de corantes citada na literatura, os pesquisadores têm utilizado com especial freqüência um traçador, a solução de nitrato de prata a 50% (peso/volume) nas pesquisas de microinfiltração, usando diferentes tempos de imersão dos espécimes na solução, e diferentes formas para revelar a prata (DOUGLAS; FIELDS; FUNDINGSLAND, 1989; GRANDE et al., 1998; HOFMANN et al., 2003; KUBO et al., 2002; LI; BURROW; TYAS, 2002a; LI; BURROW; TYAS, 2002b; MAIR, 1999; PEREIRA et al., 2004; PINTADO; DOUGLAS, 1988; SANO et al., 1995; WITZEL; GRANDE; SINGER, 2000).

Os íons de prata penetram ao longo das fendas na interface de dentes restaurados e se precipitam como finas partículas de prata durante o processamento (GRANDE et al.,1998; DE GOES; MONTES, 2004). A quantidade e distribuição da prata fornecem uma extensão do dano na interface material/dente, que pode ser mensurada usando várias técnicas de microinvestigação (WU; COBB, 1981;

YOUNGSON et al., 1998), embora não esteja claro se técnicas mais sofisticadas são mais eficientes do que a observação em pequenos aumentos (GWINNETT et al., 1995).

Considerando a capacidade de penetração da solução de nitrato de prata, o seu uso é tido como um teste muito severo (TAYLOR; LINCH, 1992; CARVALHO et al., 2004b), porque o diâmetro do íon prata é muito pequeno (0,059 nm) quando comparado ao tamanho médio de uma bactéria (0,5-1,0 μm) (HAMMESFAHR; HUANG; SHAFFER, 1987; PINTADO; DOUGLAS, 1988; DOUGLAS; FIELDS; FUNDINGSLAND, 1989). Assim, se o adesivo prevenir a penetração do nitrato de prata *in vitro*, provavelmente, também prevenirá a microinfiltração bacteriana *in vivo*. Entretanto, não se pode extrapolar rigorosamente o desempenho de um material *in vitro* para a situação clínica (LINDEN; SWIFT JR, 1994).

Com a evolução dos sistemas adesivos, a manutenção de uma superfície dentinária úmida é de crucial importância no aumento da resistência de união (GARCIA et al., 2003; CARVALHO et al., 2004a; REIS et al., 2001). A umidade previne que as fibras de colágeno localizadas nas partes desmineralizadas da dentina se rompam após o condicionamento, principalmente com os adesivos autocondicionantes a base de acetona (DELIPERI et al., 2004; LOGUERCIO et al., 2004). A manutenção da integridade dentinária permite que os monômeros adesivos penetrem para formar a camada híbrida (BELTRÃO; VEECK; PACHECO, 2004; CARVALHO et al., 2004a). Uma das maiores vantagens pretendidas pelo uso de *primers* autocondicionantes é que eles condicionam e se infiltram simultaneamente na dentina (TAY; PASHLEY, 2003; MOURA et al., 2005).

Sano et al. (1995) haviam denominado a infiltração de nitrato de prata na camada híbrida de nanoinfiltração. Ela ocorre em espaços mínimos da camada

adesiva em decorrência da presença de água durante a difusão e a polimerização da resina na dentina desmineralizada (TAY; CARVALHO; PASHLEY, 2004). A presença de água ao redor das fibrilas de colágeno parece ocorrer em razão da profundidade da zona desmineralizada ser desigual da permeação do monômero. O conceito original de nanoinfiltração foi recentemente ampliado dado à capacidade de penetração do nitrato de prata. De acordo com Carvalho et al. (2004b), os sistemas adesivos de passo único permitem o fluxo rápido de água dentro da camada polimerizada de adesivo, e a deposição de prata nas porosidades da camada híbrida evidencia o fenômeno das *water trees*.

Em função das qualidades de contraste do nitrato de prata em testes de microinfiltração, Tay e Pashley (2003) o adotaram como traçador preferencial em análises de nanoinfiltração. Porém, outro fator relevante no uso do nitrato de prata, nesses testes, e considerado como uma possível desvantagem da técnica seria o pH ácido (4,3) associado ao longo tempo (24 h) de imersão dos espécimes (LI; BURROW; TYAS, 2002b; DE GOES; MONTES, 2004). Com isso os autores buscaram desenvolver outras formulações como a solução de prata tamponada e a amoniacal (LI; BURROW; TYAS, 2003; TAY; PASHLEY, 2003; CARVALHO, et al., 2004; FRANKENBERGER et al., 2005), sem contudo verificar o pH das soluções aquosas de nitrato de prata citadas na literatura desde a década de 80 do século passado (WU; COBB, 1981; WU et al., 1983; HAMMESFAHR; HUANG; SHAFFER, 1987; PINTADO; DOUGLAS, 1988; DOUGLAS; FIELDS; FUNDINGSLAND, 1989).

Segundo Tay et al. (2002), o uso da solução de nitrato de prata amoniacal a 50%, e pH 9,5, para analisar a nanoinfiltração em sistemas adesivos, em especial os autocondicionantes, evitaria re-precipitação de fosfato de cálcio amorfo na interface, pois os produtos da reação não são eliminados por lavagem. Esses sais,

ao entrarem em contato com o pH ácido das soluções de nitrato de prata, seriam dissolvidos gerando microporos onde ocorreria a deposição da prata existente na solução, produzindo resultados falsos positivos. Neste sentido, alguns autores optaram por usar a solução de nitrato de prata amoniacal a 50% em microscopia eletrônica de transmissão (MET/TEM), eliminando assim, este inconveniente (CARVALHO et al., 2004b).

Tay e Pashley (2003) em estudos com MET/TEM, sobre degradação de sistemas adesivos, testaram a solução de nitrato de prata “convencional” (50%, pH 4,3), e uma solução de nitrato de prata “amoniacal” (50%, pH 9,5). O tempo de imersão dos espécimes nas soluções foi de 24 horas. Em ambos os tipos de solução de nitrato de prata, a nanoinfiltração foi observada na forma de depósitos reticulares de prata, predominantemente ao longo da base da camada híbrida, arranjados em um padrão perpendicular à interface de união. Os autores não indicaram nenhuma diferença entre as soluções testadas.

Em outro estudo de nanoinfiltração onde os espécimes foram submetidos a ciclos térmicos, Li, Burrow e Tyas (2002b) usaram a solução de nitrato de prata a 50% e pH 3,4, imergindo os espécimes por 24 horas. Os autores verificaram que a penetração de prata dentro da camada híbrida não é apenas o resultado da sorção e deposição nas porosidades; partículas de prata podem também reagir com fibrilas de colágeno que não são cobertas com *primer* ou adesivo resinoso. Quanto ao pH de 3,4 da solução usada, os autores relataram que em estudo piloto comparando os efeitos desta solução e uma solução de nitrato de prata tamponada (pH 6,0) não foram vistas diferenças nos padrões de infiltração.

Posteriormente, Li, Burrow e Tyas (2003) avaliaram o efeito da concentração (50%, 25%, 10% e 2%) e do pH (3,4; 4,2; 4,4 e 4,9, respectivamente)

das soluções de nitrato de prata, comparando com a solução a 50% tamponada (pH 6,0) com acetato de sódio em testes de nanoinfiltração. Os resultados mostraram padrões de infiltração similares da solução de nitrato de prata a 50% tamponada àqueles das não tamponadas em microscopia eletrônica de varredura (MEV/SEM). As diferenças foram insignificantes demonstrando que a acidez da solução não afetou a nanoinfiltração e que soluções de concentração menor que 50% podem ser usadas nesses estudos.

Outro método descrito na literatura para evidenciar a nanoinfiltração, sem a interferência do pH ácido no nitrato de prata, diz respeito ao uso da solução de metenamina de prata a 5% (pH 8,1) (DE GOES; MONTES, 2004). Segundo os pesquisadores, a alta concentração de prata (50%) das soluções comumente usadas por 24 horas, requer a aplicação de esmalte cosmético para impermeabilizar a região dental não diretamente envolvida no processo restaurador. A espera de 15 minutos para a secagem do esmalte aumentaria significativamente as larguras das fendas, devido à desidratação. Estes inconvenientes seriam eliminados com a solução de metenamina de prata, devido seu elevado pH e baixa concentração de prata.

Com base nas informações presentes na literatura consultada decidiu-se avaliar o pH das soluções aquosas de nitrato de prata, uma vez que esta informação não está disponível.

3 PROPOSIÇÃO

Analisar algumas características de soluções aquosas de nitrato de prata, em diversas concentrações e idades pós-preparo, bem como avaliar possíveis efeitos destes fatores na microinfiltração em restaurações de classe V realizadas em molares decíduos e permanentes.

4 MATERIAL E MÉTODOS

A referida pesquisa foi executada no Departamento de Materiais Dentários, no Centro de Biologia Oral, e no Laboratório de Informática Dedicado à Odontologia (LIDO) da Faculdade de Odontologia da USP, e também no Laboratório de Espectrometria de Emissão e Absorção Atômica do Instituto de Química da USP, sob forma de quatro estudos seqüenciais que serão associados para discussão.

4.1 Estudo 1 - Análise do pH de soluções aquosas a 50% de AgNO_3

Neste estudo foram observadas as alterações de pH de soluções aquosas de nitrato de prata (AgNO_3), a 50% (peso/volume) armazenadas por até 168 horas.

A água usada como solvente para o sal de (AgNO_3), foi tratada de três formas: 1) por destilação; 2) por deionização; 3) por purificação. Os tratamentos refletem a pureza do solvente quanto à concentração de íons dissolvidos, quanto à presença de bactérias e suas toxinas, e quanto à concentração do carbono total orgânico (MICRONAL, 2005). Foram também selecionadas três marcas comerciais do sal de nitrato de prata. (Quadro 4.1)

Soluto / Solvente	Marca / Pureza	Fabricante	pH	Lote
Sal de AgNO ₃	Merck	MERCK Darmstadt-DE, Germany	-	101512. 01000
	Labsynth	SYNTH Produtos Laboratoriais Ltda. Diadema-SP, Brasil	-	70985
	Cennabras	CENNABRAS Indústria e Comércio Ltda. Guarulhos-SP, Brasil	-	1299-03 A
Água	Destilada	Destilador FISATON - Fabre Ltda. São Paulo-SP, Brasil	6,4	-
	Deionizada	Deionizador PERMUTION – Equipamentos e Produtos Químicos Ltda. Curitiba-PR, Brasil	6,7	-
	Purificada (Milli-Q)	Purificador Milli-Q – GRADIENT Millipore Indústria Brasileira São Paulo-SP, Brasil	6,3	-

Quadro 4.1 – Características dos sais de prata e das águas usados no estudo

Para conter o volume de 5 ml das soluções, foram selecionados frascos de plástico transparente com tampa. Metade deles foi envolta com papel alumínio, para evitar ação da luz com possível interferência na cinética da solução, caracterizando assim duas formas de armazenagem (tipo de Frasco). Todos os frascos foram codificados quanto às condições do experimento (18), às réplicas (n=3 por condição), e à ordem de leitura, a fim de caracterizar a obtenção de dados ao acaso, e sem conhecimento pelo pesquisador (estudo duplo-cego). O preparo das soluções, as leituras do pH, e a armazenagem das soluções nos frascos foram feitos em sala climatizada em condições fixas de temperatura (25°C) e umidade relativa (60%).

Para as leituras do pH das soluções foi empregado um pHmetro com microeletrodo Digimed modelo-DM2 (DIGIMED Instrumentação Analítica Ltda.– Santo Amaro-SP, Brasil). A verificação da reprodutibilidade de leitura para o pHmetro e calibragem do microeletrodo foram realizadas com as soluções padrões de pH 4,0 e 6,9.

A pesagem dos sais de AgNO_3 (2,5g) foi realizada em béquer revestido por papel de alumínio, numa balança analítica (OHAUS - Modelo Adventurer TM, Cine Brock-NJ, USA) com precisão de 0,01g. A seguir foi adicionada a água (5,0 ml), e o béquer colocado sobre um agitador magnético (AMICOM - modelo MT2 – Grace & Co-Conn, China), com velocidade em nível 4, durante 3 minutos para homogeneizar a solução.

Foram coletadas amostras de 2ml das soluções, por meio de pipetas automáticas Pipetman P (Gilson Inc. Middleton-WI, USA), e depositadas nos frascos codificados. As leituras de pH foram realizadas de imediato, e após 1, 2, 24, 48, 72, 96 e 168 horas.

Os dados obtidos foram submetidos à análise de variância simples para cada fator (Pureza da água – 3 níveis, Marcas comerciais dos sais de AgNO_3 – 3 níveis, e tipo de Frasco – 2 níveis) e análise de variância de medidas repetidas para o fator Idade pós-preparo das soluções (4 níveis), sendo sempre aplicado após, se necessário, o teste Tukey para contraste ($\alpha=5\%$) (NETER; NACHTSHEIM; WASSERMAN, 1996).

4.2 Estudo 2 - Quantidade de prata iônica em soluções aquosas de AgNO_3

Neste estudo foi observada a Quantidade de prata iônica em função da Idade pós-preparo e da Concentração de soluções aquosas de AgNO_3 . As soluções foram preparadas com água Purificada Milli-Q e sal Merck, obedecendo aos mesmos critérios descritos anteriormente, nas concentrações de 1%, 5%, 25% e 50% (n=3 por condição).

De cada solução foram obtidos 0,02 ml. Este volume foi diluído em 20 ml de água (proporção 1:1000) e as soluções armazenadas em frascos escuros. A análise da Quantidade de prata iônica (ppm) nas Idades de 2, 24, 48, 72, 96, e 168 horas após o preparo, foi realizada por meio da espectrometria de emissão atômica, com fonte de excitação de argônio (Espectrometro Spectroflame Modula – SPECTRO Co. Kleve, Germany), com as seguintes condições instrumentais: potência 1000 W; comprimento de onda 241,318 nm; fluxo de argônio refrigerante 12 l/min; fluxo de argônio auxiliar 1,2 l/min; fluxo argônio nebulizador 1,0 l/min; introdução da amostra 12 mm.

Com a finalidade de obter a reprodutibilidade máxima na relação da Concentração e da Idade pós-preparo das soluções, em cada amostra, foram realizadas três leituras para calcular o valor médio. As leituras também foram realizadas ao acaso e sem conhecimento do pesquisador.

Os dados obtidos foram submetidos à análise estatística de variância de dois fatores (Concentração das soluções – 4 níveis, e Idade pós-preparo – 6 níveis)

com medidas repetidas para Idade, e teste Tukey para contraste ($\alpha=5\%$) (NETER; NACHTSHEIM; WASSERMAN, 1996).

4.3 Estudo 3 - Teste de microinfiltração em dentes permanentes

Neste estudo foram analisadas as influências do Adesivo, da Idade pós-preparo da solução, e da Concentração das soluções aquosas de AgNO_3 , na microinfiltração em dentes permanentes. Os dentes foram obtidos por doação mediante aprovação do projeto pelo Comitê de Ética em Pesquisa da FOU SP, conforme parecer nº. 151/2004. (Anexo A)

Sessenta e quatro terceiros molares permanentes não cariados, extraídos por motivos terapêuticos foram imersos em cloramina 0,5% e armazenados a 4°C por sete dias (DeWALD, 1997). Após limpeza inicial, cada dente foi analisado visualmente para detecção de trincas e áreas desmineralizadas. Os dentes considerados adequados ao estudo permaneceram em água destilada a 4°C, até o início dos procedimentos adesivos.

Antes da realização dos procedimentos restauradores, os dentes receberam profilaxia com escova tipo Robinson e taça de borracha (KG Sorensen, Barueri-SP, Brasil), montadas em peça de mão de baixa rotação (KaVo do Brasil, Joinvile-SC, Brasil) e suspensão aquosa de pedra-pomes (S.S. White Artigos Dentários Ltda., Rio de Janeiro-RJ, Brasil). Na seqüência, foram lavados copiosamente em água corrente, imersos em água destilada por 5 minutos e

colocados em aparelho de ultra-som (Thorton-INPEC Eletrônica Ltda., Vinhedo-SP, Brasil).

Precedendo os procedimentos adesivos, os ápices radiculares de todos os dentes foram selados com resina acrílica quimicamente ativada JET (Clássico, Campo Limpo Paulista-SP, Brasil). As raízes foram impermeabilizadas com duas camadas de esmalte cosmético de secagem ultra-rápida Jet Set Shine (L'Oréal Inc, New York-NY, USA), e embutidas em cilindros de plástico (12 mm por 8 mm) com resina acrílica, até a altura da porção cervical. Os possíveis excessos de resina acrílica foram removidos, deixando as coroas dentais livres, e acima da linha definida pela borda superior do cilindro de plástico, por onde foram adaptados na "base" para a confecção padronizada dos preparos e na máquina para corte de tecido duro Isomet 1000 (Buehler Ltda., Lake Bluff - IL, USA). (Figura 4.1)

A seguir, em cada dente foram confeccionados dois preparos cavitários do tipo classe V, nas faces vestibular e lingual. As dimensões foram padronizadas em 6 mm de extensão (mésio-distal) por 2 mm de altura (ocluso-cervical) e 2 mm de profundidade. Os preparos foram realizados com ponta cilíndrica de diamante nº. 3100 (KG - Sorensen, Barueri-SP, Brasil), montada em turbina de alta rotação (KaVo do Brasil, Joinville-SC, Brasil) sob refrigeração constante. A turbina foi adaptada em uma "base" de microscópico ótico, com deslocamento controlado nas três coordenadas, a qual permite ajustes (mm). O ângulo cavo superficial do preparo ficou localizado todo em esmalte, e a margem gengival situada a cerca de 0,5 mm da junção amelocementária. As pontas diamantinas foram sendo substituídas após a confecção de 5 preparos, para assegurar a qualidade do corte. Em seguida, todos os preparos receberam acabamento com instrumento de corte manual (enxada e recortador duplo) (Duflex- SSWhite, Rio de Janeiro-RJ, Brasil).

Os espécimes foram numerados e divididos aleatoriamente em 8 grupos (n=8 por grupo, com duas restaurações em cada espécime), de acordo com o delineamento apresentado no Quadro 4.2.

Grupos (n=8)	Sistemas Adesivos	Tempos (h)	Concentrações (%)
I	OptiBond FL	2	25
II	OptiBond Solo Plus - SE	2	25
III	OptiBond FL	2	50
IV	OptiBond Solo Plus - SE	2	50
V	OptiBond FL	72	25
VI	OptiBond Solo Plus - SE	72	25
VII	OptiBond FL	72	50
VIII	OptiBond Solo Plus - SE	72	50

Quadro 4.2 – Distribuição das condições experimentais de acordo com os sistemas adesivos, idades pós-preparo e concentrações das soluções aquosas de AgNO₃

Todos os procedimentos restauradores foram realizados em sala climatizada a uma temperatura de 25°C e umidade relativa de 60%, por um único operador. A ordem de execução dos procedimentos restauradores seguiu, a cada dia de trabalho, sorteio prévio para minimizar a ocorrência de interferências ocasionais no estudo.

Todas as cavidades foram re-umedecidas com 2µl de água, pipeta automática (Socore ISBA S.A., Lausanne, Switzerland) (REIS et al., 2004), e os sistemas adesivos aplicados conforme as especificações dos fabricantes (Quadro 4.3). As cavidades foram restauradas com resina composta Filtek Z-250 (3M Espe Dental Products, St. Paul-MN, USA), em três incrementos, fotoativados por 40

segundos cada, com o aparelho Jet Lite modelo 4000 Plus (J. Morita Inc. Irvine-CA, USA), com uma irradiância de 600 mW/cm^2 (FRANCO; LOPES, 2003). A cada dia de trabalho o fotopolimerizador era calibrado em radiômetro do próprio aparelho.

Material, Fabricante, Lote	Apresentação	Composição básica	Aplicação
Sistema Adesivo OptiBond FL Kerr (Orange- CA, USA) 301320	<i>Primer</i> <i>Bond</i>	HEMA, GPDM, PAMA, canforquinona, álcool, água Bis-GMA, HEMA, GPDM, canforquinona, glicerol, dimetacrilato Carga: 48% peso (boro-silicato de Ba-Al, sílica pirolítica, hexaflúor-silicato di-sódico)	a, b, c, d, e, f
Sistema Adesivo OptiBond Solo Plus SE Kerr (Orange- CA, USA) 304947 e 304198	<i>Primer autocondicionante</i> <i>Bond</i>	GDN, GPDM, MEHQ, EDMAB, canforquinona Bis-GMA, HEMA, GDM, GPDM, canforquinona, álcool Carga: 15% peso (boro-silicato de Ba-Al, sílica pirolítica, hexaflúor-silicato di-sódio)	b c, d, g, h, i
Agente Condicionador Kerr (Orange- CA, USA) 301194	 Gel	 Ácido fosfórico 37,5%	

Quadro 4.3 – Material e seqüência utilizados nos procedimentos adesivos

Seqüência de aplicação: **a)** condicionamento ácido da cavidade (15s esmalte + 15s dentina); **b)** lavagem com água (30s); **c)** secagem vigorosa com ar; **d)** re-umedecimento da cavidade com água (2 μ l); **e)** aplicação do *primer* FL esfregando a superfície (15s) e aplicando leve jato de ar (5s); **f)** aplicação uniforme do *bond* FL em única camada e fotoativação 600 mW/cm^2 (30s); **g)** aplicação do *primer* autocondicionante SE esfregando a superfície suavemente (15s) e aplicando leve jato de ar (5s); **h)** aplicação da primeira camada do *bond* SE esfregando suavemente (15s) e de jato leve de ar (3s); **i)** aplicação da segunda camada do *bond* SE e de leve jato de ar (3s) e fotoativação 600 mW/cm^2 (20s).

Em seguida, os espécimes foram armazenados em água destilada a 37°C, por 24 horas em estufa umidificadora (Nova Ética Ltda., Vargem Grande Paulista-SP, Brasil). Após esse período cada restauração recebeu acabamento com discos de óxido de alumínio Sof-Lex (3M do Brasil Ltda., Sumaré-SP, Brasil), em ordem decrescente de granulação, montados em baixa rotação (KaVo do Brasil S.A., Joinville-SC, Brasil).

Após lavar, e secar os espécimes com leves jatos de ar, foi delineada, com grafite, uma janela com cerca de 1 mm ao redor de cada restauração. Então, toda a coroa foi impermeabilizada com duas camadas de esmalte cosmético de secagem ultra-rápida, deixando exposta somente as margens da restauração.

Os espécimes dos grupos I, II, III, IV foram imersos em solução de AgNO_3 com idade pós-preparo de 2 horas, sendo que os grupos I e II na concentração de 25% e os grupos III e IV na concentração de 50%. Da mesma forma, os grupos V, VI, VII e VIII foram imersos em solução de AgNO_3 com idade pós-preparo de 72 horas, sendo os grupos V e VI imersos na solução a 25% e os grupos VII e VIII na solução a 50%. Todos os grupos foram mantidos em frasco escuro por 2 horas. Decorrido este tempo, os espécimes foram lavados de forma abundante em água corrente, imediatamente imersos em revelador fotográfico (Kodak do Brasil Ltda., São José dos Campos-SP, Brasil), por 8 horas sob luz fluorescente. Novamente foram lavados em água corrente até remoção de todo excesso da solução reveladora (PINTADO; DOUGLAS, 1988; GRANDE et al., 1998).

Posteriormente, os espécimes foram seccionados no sentido do longo eixo (mésio-distal) e (vestíbulo-lingual) obtendo duas metades com uma restauração em cada uma. Duas novas seções longitudinais e paralelas, no sentido ocluso-

cervical, foram realizadas através das restaurações com disco de diamante com 4 polegadas de diâmetro x 0,012 polegadas de espessura (Diamond Wafering Blade - Buehler Ltda., Lake Bluff-IL, USA), montado em máquina para corte de tecido duro Isomet 1000 (Buehler Ltda., Lake Bluff-IL, USA). Foram assim obtidos três fragmentos com quatro superfícies de cada restauração para análise visual (Figura 4.2).

Para quantificar de forma linear a penetração do AgNO_3 na interface de união, as imagens das 4 superfícies de cada restauração foram capturadas, através de câmara digital - Hyper HAD (Sony Corporation, Shinagawa-Ku -TO, Japan) acoplada a uma lupa estereoscópica Citoval 2 (Carl Zeiss Jena, Oberkochen, Germany), pelo programa Vidcap 32, gerando imagens digitalizadas, com 20 vezes de aumento. A profundidade da cavidade foi mensurada junto às paredes gengival e oclusal, bem como a profundidade da penetração no AgNO_3 , por intermédio do programa IMAGELAB 2000, desenvolvido no LIDO (Figura 4.3). Para cada superfície de cada restauração foi definida uma porcentagem de infiltração para a parede gengival e uma para a parede oclusal das restaurações totalizando 1.024 medições, e posteriormente obtido um valor médio por espécime (razão entre o comprimento da penetração do AgNO_3 e a profundidade da cavidade) em milímetros.

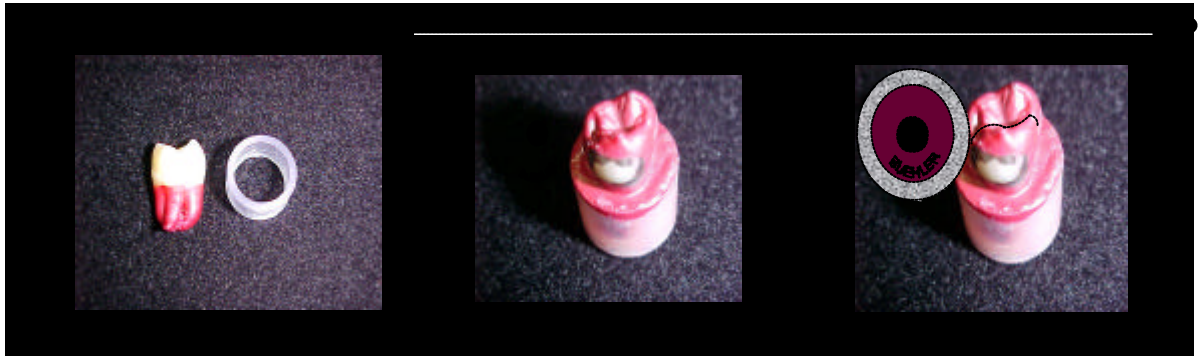


Figura 4.1 – Embutimento, impermeabilização e evidênciação com AgNO_3 , e primeira seção longitudinal (mésio-distal) do espécime

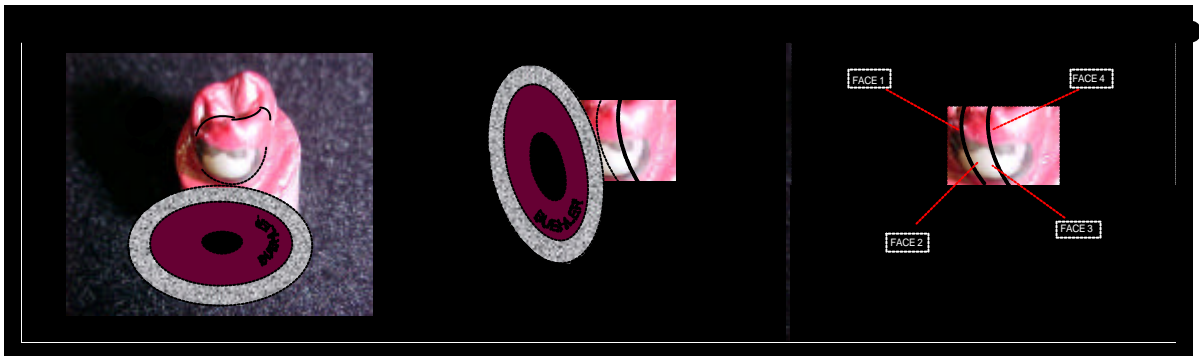


Figura 4.2 – Separação das metades dos espécimes; 2 cortes paralelos para obtenção de 3 fragmentos e 4 superfícies de cada restauração para análise

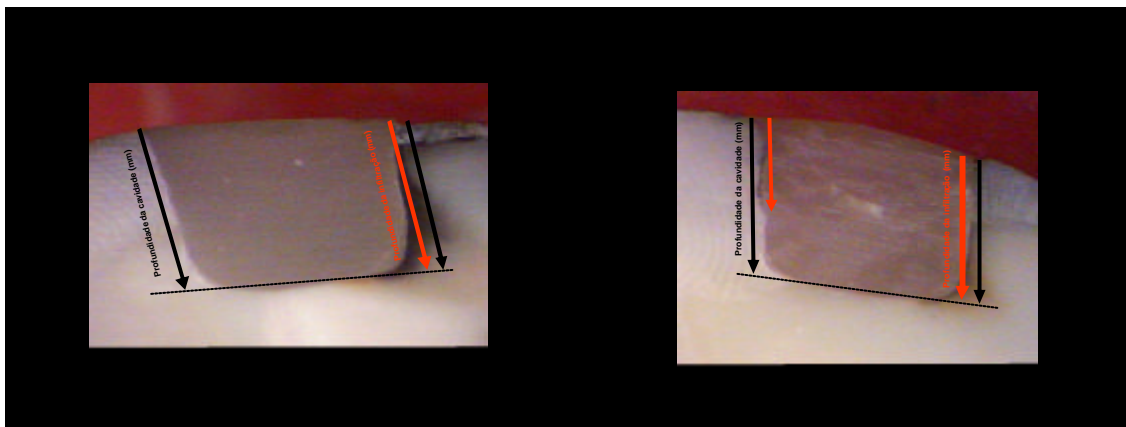


Figura 4.3 – Mensuração da penetração do AgNO_3 nas margens oclusal e cervical em dente decíduo e permanente, respectivamente

Para verificar a existência de efeitos principais e interações entre os fatores de interesse, Adesivos (2), Idade pós-preparo (2), e Concentração das soluções (2) de AgNO_3 , relativamente às porcentagens médias de infiltração, foram usados métodos de ANOVA e teste Tukey para contraste ($\alpha=5\%$) (NETER; NACHTSHEIM; WASSERMAN, 1996).

4.4 Estudo 4 - Teste de microinfiltração em dentes decíduos

Neste estudo foram analisadas as influências do Adesivo e da Concentração das soluções de AgNO_3 , nos valores de microinfiltração em restaurações de resina composta, classe V, realizadas em dentes decíduos. O parecer de aprovação do projeto pelo CEP/FOUSP (nº. 151/2004) está no Anexo A.

Foram empregados 20 molares decíduos esfoliados com característica de higidez coronária. Todos os procedimentos pré-operatórios, restauradores, seção e mensuração nas superfícies para análise desta etapa obedeceram aos mesmos critérios para o grupo dos dentes permanentes. Após embutimento os espécimes foram numerados e divididos aleatoriamente em 4 grupos, de acordo com o sistema adesivo a ser usado e com a concentração do AgNO_3 (n=5 espécimes com duas restaurações cada um, por grupo). (Quadro 4.4)

Grupos (n=5)	Sistemas Adesivos	Concentrações (%)
I	OptiBond FL	5
II	OptiBond Solo Plus - SE	5
III	OptiBond FL	50
IV	OptiBond Solo Plus - SE	50

Quadro 4.4 – Distribuição das condições experimentais de acordo com os sistemas adesivos e concentrações das soluções aquosas de AgNO_3

Para obter os valores médios de infiltração por espécime foram usados os mesmos parâmetros já explicados no estudo anterior, tendo sido realizadas 320 medições. Para verificar a existência de efeitos principais e interações entre os fatores de interesse, Adesivos (2), e Concentração das soluções (2) de AgNO_3 relativamente às porcentagens médias de infiltração, foram usados métodos de ANOVA e teste Tukey para contraste ($\alpha=5\%$) (NETER; NACHTSHEIM; WASSERMAN, 1996).

5 RESULTADOS

5.1 Estudo 1 - Análise do pH de soluções aquosas a 50% de AgNO_3

As Tabelas 5.1, 5.2, 5.3, e 5.4 apresentam as médias e desvios padrões do pH, de acordo com os fatores estudados: Marca do sal de AgNO_3 ($\alpha_{5\%}=0,42$), Idade pós-preparo das soluções ($\alpha_{5\%}=0,99$), Pureza da água ($\alpha_{5\%}=0,42$), e tipo de Frasco ($\alpha_{5\%}=0,02$). Embora exista diferença significativa entre os fatores, todos os resultados apresentaram pH médio superior a 7 (neutro).

Tabela 5.1 – Médias e desvios padrões do pH em relação ao fator Marca do sal

Marca	Labsynth	Cennabras	Merck
pH	10,7±1,5	9,8±2,1	9,2±1,9

Tabela 5.2 – Médias e desvios padrões do pH em relação ao fator Idade pós-preparo das soluções

Tempo	0 h	2 h	24 h	168 h
pH	7,9±2,2	11,8±0,9	9,9±1,1	9,9±1,0

Tabela 5.3 – Médias e desvios padrões do pH em relação ao fator Pureza da água

Pureza	destilada	deionizada	milli-Q
pH	9,7±2,1	9,7±1,9	10,2±1,7

Tabela 5.4 – Médias e desvios padrões do pH em relação ao fator tipo de Frasco

Frasco	transparente	Escuro
pH	9,3±1,8	10,5±2,1

5.2 Estudo 2 - Quantidade de prata iônica em soluções aquosas de AgNO₃

Foram calculadas as médias da quantidade de prata iônica conforme a Concentração e a Idade pós-preparo das soluções de AgNO₃, e os resultados estão apresentados na Tabela 5.5 e Gráfico 5.1.

Tabela 5.5 – Distribuição das quantidades médias e desvios padrões (ppm) de prata iônica em função da Idade pós-preparo e da Concentração das soluções de AgNO_3

Concentração	Prata iônica						
	Idade	2 h	24 h	48 h	72 h	96 h	168 h
1%		5,6±0,3	4,6±1,4	4,3±1,4	4,5±1,3	4,3±1,4	4,3±1,3
5%		42,8±2,8	31,0±3,0	32,1±2,7	31,2±3,2	32,1±2,3	32,0±3,1
25%		194,7±16,8	165,8±10,8	165,6±11,8	165,3±13,3	165,3±5,1	163,9±12,3
50%		321,3±11,3	290,7±51,1	290,5±53,7	294,1±51,5	274,4±56,0	295,9±54,4

No Gráfico 5.1, nota-se que não houve efeito de interação entre as variáveis (Tabela 5.6, $p=0,99$), já que as linhas não se cruzam. Da mesma forma não houve diferença significativa em relação à Idade pós-preparo da solução (Tabela 5.6, $p=0,30$), ou seja, as linhas se dispõem de forma muito semelhante. Apenas o fator Concentração das soluções foi significante com diferenças entre todas as concentrações, o que é confirmado na tabela de análise de variância (Tabela 5.6, $p<0,01$) em função da Idade.

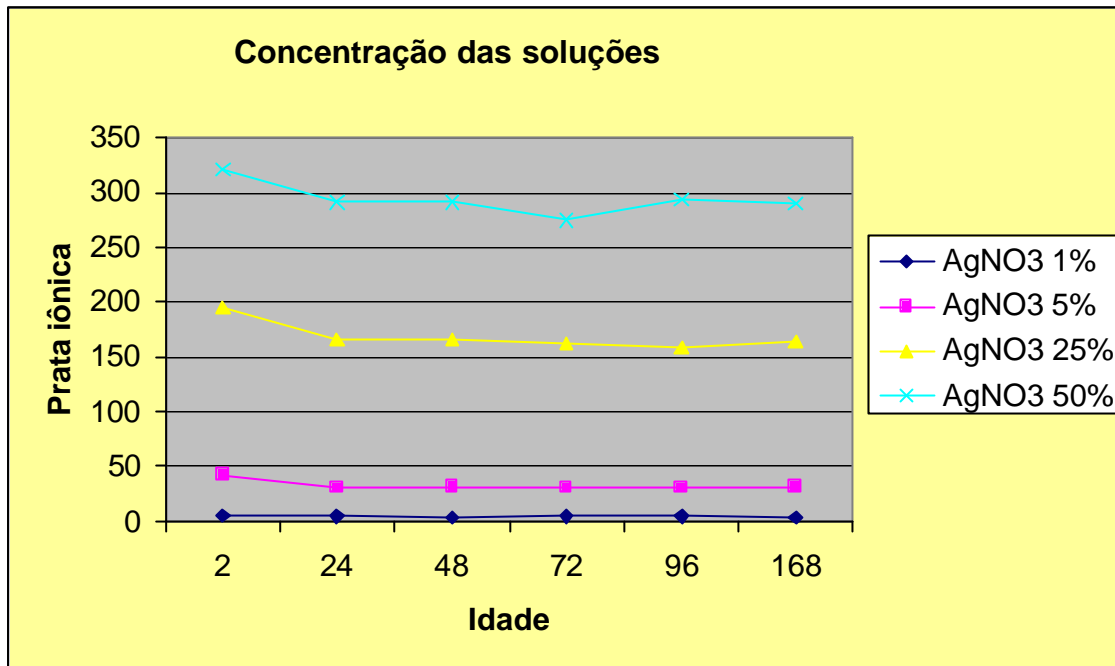


Gráfico 5.1 – Distribuição da quantidade média de prata iônica nas diversas soluções em função da Idade pós-preparo e Concentração das soluções

Tabela 5.6 – Análise de variância da Quantidade de prata iônica em função da Idade (modelo já reduzido)

	Grau de liberdade	Soma dos quadrados	Erro do grau de liberdade	Erro da soma dos quadrados	F	Valor de "p"
Idade	5	788,7	48	638,7823	1,2348	0,307
Prata	3	318773,4	48	638,7823	499,0329	0,000
Interação	15	165,8	48	638,7823	0,2596	0,996

Sendo assim, a Tabela 5.7 mostra as médias e os desvios padrões para cada uma das quantidades de prata iônica, que foram re-tabulados com os "p" para cada comparação (teste de Tukey). Todas as médias mostram diferenças

significantes entre si. A Tabela 5.8 mostra o valor de “p” para cada uma das comparações de quantidade de prata iônica.

Tabela 5.7 – Médias e desvios padrões da Quantidade de prata iônica (ppm) em função da Concentração das soluções de AgNO_3

Concentração	1%	5%	25%	50%
Média±DP	4,75±0,5	33,4±4,6	168,4±13,2	293,5±15,3

Tabela 5.8 – Valores de “p” para cada uma das comparações de Quantidade de prata iônica

Concentração	1%	5%	25%	50%
1%		0,007	0,000	0,000
5%	0,007		0,000	0,000
25%	0,000	0,000		0,000
50%	0,000	0,000	0,000	

5.3 Estudo 3 - Teste de microinfiltração em dentes permanentes

Foram calculadas as médias de penetração do AgNO_3 , de acordo com o Adesivo, a Concentração e a Idade pós-preparo das soluções, sendo que os resultados estão mostrados na Tabela 5.9. Observa-se que uma única situação se repete, o aumento da penetração marginal do AgNO_3 , quando se comparam os dois sistemas adesivos testados. Esta tendência foi confirmada pela análise de variância de três fatores (Tabela 5.10), onde apenas o Adesivo apresentou valores significantes, ou seja, o sistema adesivo FL apresentou menor penetração do que o sistema adesivo SE ($p < 0,01$).

Tabela 5.9 – Médias e desvios padrões (mm) de penetração do AgNO_3 nos respectivos sistemas adesivos em função da Concentração e da Idade pós-preparo das soluções

Concentração	25%				50%			
	2h		72h		2h		72h	
Adesivo	FL	SE	FL	SE	FL	SE	FL	SE
Média±DP	1,6±0,4	1,9±0,6	1,2±0,8	2,2±0,4	1,6±0,4	2,2±0,4	1,6±0,3	2,2±0,5

Tabela 5.10 – Análise de variância da média de penetração do AgNO₃ de acordo com os fatores Concentração, Idade pós-preparo das soluções, e Adesivo

	Grau de liberdade	Soma dos quadrados	Erro do grau de liberdade	Erro da soma dos quadrados	F	Valor de "p"
Concentração (1)	1	0,553164	56	,231758	2,38682	0,13
Idade (2)	1	,008789	56	,231758	,03792	0,85
Adesivo (3)	1	6,470664	56	,231758	27,91994	0,00
Interação (1x2)	1	,014102	56	,231758	,06085	0,81
Interação (1x3)	1	,000352	56	,231758	,00152	0,97
Interação (2x3)	1	,382852	56	,231758	1,65195	0,20
Interação (1x2x3)	1	0,553164	56	0,231758	2,38682	0,13

5.4 Estudo 4 - Teste de microinfiltração em dentes decíduos

Foram calculadas as médias de penetração do AgNO₃ de acordo com o Adesivo e a Concentração das soluções e os resultados estão mostrados na Tabela 5.11. Considerando as médias (medição em mm) a Tabela 5.12 mostra que não houve nenhuma relação da Concentração das soluções e uma consistente diferença entre os adesivos. Entretanto, na análise de variância (Tabela 5.12) de dois fatores, apenas o Adesivo mostrou valores significantes, ou seja, o sistema adesivo FL apresentou menor penetração do que o sistema adesivo SE ($p < 0,01$).

Tabela 5.11 – Médias e desvios padrões (mm) de penetração do AgNO_3 nos respectivos sistemas adesivos em função da Concentração

Concentração / Sistema Adesivo	5%		50%	
	FL	SE	FL	SE
Média±DP	0,038±0,08	0,348±0,40	0,025±0,04	0,428±0,42

Tabela 5.12 – Análise de variância da média de penetração do AgNO_3 de acordo com os fatores Adesivo e Concentração das soluções

	Grau de liberdade	Soma dos quadrados	Erro do grau de liberdade	Erro da soma dos quadrados	F	Valor de "p"
Adesivo	1	2,541	76	0,091	27,695	0,000
Concentração	1	0,022	76	0,091	0,244	0,622
Interação	1	0,043	76	0,091	0,471	0,494

6 DISCUSSÃO

De acordo com a literatura consultada, o uso da solução de nitrato de prata foi introduzido nas pesquisas odontológicas por Wu e Cobb (1981) como um método para quantificar os defeitos da camada subsuperficial de compósitos relacionando as observações *in vitro* com o desgaste observado *in vivo*. Segundo os autores, a prata foi escolhida devido ao seu alto contraste ótico e fácil mensuração, sendo que a quantidade e distribuição forneceriam um indicador da extensão do dano. Para o teste, Wu e Cobb (1981) usaram solução de nitrato de prata a 50% (peso/volume), imersão dos espécimes por 60 horas na solução, e por 8h em solução reveladora sob luz fluorescente. Mair (1989, 1999) também usou solução de nitrato de prata a (3mol/l) para evidenciar a degradação de espécimes resinosos imersos por longos períodos na solução, até 1085 dias. O autor observou a ocorrência de difusão do nitrato pela matriz do polímero, pois havia proporcionalidade entre a infiltração e o tempo de imersão, confirmando assim as observações de Wu e Cobb (1981), ou seja, a viabilidade do uso das soluções de nitrato de prata em estudos de degradação hidrolítica de polímeros.

Posteriormente, vários autores (DOUGLAS; FIELDS; FUNDINGSLAND, 1989; GORDON et al., 1986; GRANDE et al., 1998; GWINNETT et al., 1995; HAMMESFAHR; HUANG; SHAFFER, 1987; PINTADO; DOUGLAS, 1988; PRATI et al., 1994; SWIFT JR et al., 1996; WITZEL; GRANDE; SINGER, 2000; WU et al., 1983) testaram a técnica de penetração da prata para qualificar a interface dente/material, usando a solução de nitrato de prata a 50%, aquosa ou não, e nela imergindo os espécimes por 2 horas. Citaram como vantagens, a capacidade do

nitrate de prata de fornecer um quadro mais fiel das falhas de vedamento, até mesmo do que o uso de radioisótopos, segundo alguns, mesmo em pequenos aumentos (20x) e fidelidade de leitura em curto, médio ou longo prazo, pois os íons que precipitam na forma de partículas finas não sofrem mais difusão.

A presente pesquisa analisou as variações do pH e da quantidade de prata iônica de soluções aquosas de nitrate de prata, em função dos tempos pós-preparo (2, 24, 48, e 168 horas), e das concentrações (1%, 5%, 25% e 50%). Foi também analisado o desempenho das soluções em testes de microinfiltração realizados com restaurações de resina composta, classe V, em dentes decíduos e permanentes, após o uso de dois sistemas adesivos. Os resultados obtidos certamente permitem complementar e esclarecer algumas das informações contidas na literatura consultada.

Assim, foi possível verificar que o pH da solução aquosa de nitrate de prata a 50% é alcalino (Tabelas 5.1, 5.2, 5.3, 5.4), ou seja, este resultado será encontrado sempre que o solvente da solução for a água, dado este que outros autores não esclareceram em seus estudos (WU; COBB, 1981; WU et al., 1983; DOUGLAS; FIELDS; FUNINGSLAND, 1989; MAIR, 1989). Talvez esta não fosse uma preocupação na época, mesmo porque nos testes de microinfiltração o tempo médio de imersão citado na literatura é de 2 horas (HAMMESFFAHR; HUANG; SHAFFER, 1987; PINTADO; DOUGLAS, 1988; DOUGLAS; FIELDS; FUNDINGSLAND, 1989; GWINNETT et al., 1995).

Com o emprego do nitrate de prata nos estudos de nanoinfiltração é que houve uma modificação na técnica: o tempo de imersão dos espécimes passou a ser de 24 horas (SANO et al., 1995; HILTON; SCHWARTZ; FERRACANE, 1997; KUBO

et al., 2002; TAY; PASHLEY, 2003; CARVALHO et al., 2004b). Não foi possível encontrar uma explicação clara na literatura consultada, para essa modificação; porém, a partir de então os autores começaram a se preocupar com um possível efeito desmineralizador das soluções de nitrato de prata, ditas ácidas, aspecto este que comprometeria os resultados. Assim, os pesquisadores buscaram novas alternativas e indicaram a solução de nitrato de prata a 50% tamponada (LI; BURROW; TYAS, 2003; TAY; PASHLEY, 2003) e a solução de prata amoniacal (TAY et al., 2002; TAY; PASHLEY, 2003; CARVALHO et al., 2004b; FRANKENBERGER et al., 2005) para os testes de nanoinfiltração. No entanto, os autores que referenciam o pH ácido das soluções de nitrato de prata (LI; BURROW; TYAS, 2002b; LI; BURROW; TYAS, 2003; TAY; PASHLEY, 2003; DE GOES; MONTES, 2004) não apresentam os detalhes da formulação das mesmas, sendo que alguns nem mesmo referenciam o termo “aquoso”. Este fato nos leva a supor que eles tenham empregado o ácido nítrico como solvente, e conseqüentemente obtiveram soluções de baixo pH. Sendo assim, os resultados deste estudo, quanto à acidez da solução, vão de encontro àqueles apresentados na literatura.

Alguns autores (DE GOES; MONTES, 2004) comentaram os possíveis problemas advindos do uso das soluções de nitrato de prata em alta concentração - 50%: a necessidade de impermeabilizar os espécimes para garantir a inexistência de outras vias de penetração do nitrato de prata, e o tempo de imersão de 24h. Segundo os autores haveria o risco de desidratação dos espécimes, até a secagem do verniz, e o risco de desmineralização na interface, devido ao pH ácido da solução, respectivamente.

No presente estudo foram tomadas algumas precauções para evitar a somatória de efeitos circunstanciais aos resultados obtidos, como a realização do

experimento em sala climatizada (temperatura e umidade relativa do ar) e o emprego de verniz cosmético de secagem ultra-rápida (cerca de 3 min). Assim nos parece que os possíveis fatores negativos poderiam ser eliminados; remanesce somente a dúvida sobre a real necessidade dos espécimes permanecerem imersos por 24 horas na solução. Os resultados do presente estudo vêm corroborar o trabalho de Li, Burrow e Tyas (2003), comprovando que solução aquosa de nitrato de prata em concentrações inferiores a 50% (de 25 e até mesmo a 5%), pode proporcionar um padrão de infiltração satisfatório e confiável nos testes de integridade marginal.

Foi também observado no presente estudo que o tempo ou idade pós-preparo das soluções não causou mudanças significativas no pH, quando a avaliação foi realizada até 168 horas (Tabelas 5.2, 5.5; Gráfico 5.1). Embora não haja relatos na literatura consultada quanto a este importante quesito, as observações realizadas permitem ao pesquisador trabalhar de forma segura e organizada num período de tempo maior, proporcionando certa folga na execução dos testes. A armazenagem em recipientes protegidos da ação da luz evita a redução da prata pela radiação ultravioleta, reação de fotólise Oliveira¹ (Informação pessoal), que poderia comprometer a quantidade de prata iônica disponível na solução, uma vez que a cinética da solução seria alterada.

Para análise de penetração da solução aquosa de nitrato de prata na interface do esmalte, de dentes decíduos e permanentes, e da resina composta utilizou-se um método quantitativo por meio da mensuração em imagens digitalizadas (YOUNGSON et al, 1990; GWINNETT et al., 1995; WITZEL; GRANDE; SINGER, 2000; PRADELLE-PLASSE et al., 2003; CELIBERTI; LUSI, 2005), uma

¹ Oliveira E. Instituto de Química-USP. Ação da luz na solução de nitrato de prata [mensagem pessoal]. Mensagem recebida por jfcosta@usp.br, em 24/08/2005.

vez que o objetivo era avaliar o potencial de penetração da prata de solução aquosa na interface dente-restauração.

Na análise da microinfiltração em cavidades de classe V, em dentes permanentes e decíduos, os resultados mostraram que a variável Idade pós-preparo e a variável Concentração da solução não interferiram nos valores médios de penetração do nitrato de prata (Tabelas 5.9 e 5.11).

No entanto, para o fator Adesivo, a análise de variância de três fatores, mostrou valores significantes, sendo que o sistema adesivo OptiBond FL apresentou melhor desempenho ($p < 0,01$) em relação ao sistema adesivo OptiBond Solo Plus SE (Tabelas 5.10 e 5.12). Estes resultados confirmaram a performance do sistema adesivo para condicionamento total usado nesta pesquisa em dentes permanentes; os resultados são semelhantes aos encontrados por Ernsta et al. (2004) na margem cervical de esmalte, em restaurações de classe II, usando o OptiBond FL em comparação com sistemas adesivos autocondicionantes de dois passos e passo único.

Mesmo com avanços no desenvolvimento dos sistemas adesivos autocondicionantes, os sistemas de condicionamento total ou que usam o ácido fosfórico prévio, parecem ser uma alternativa segura, principalmente em função de versões de adesivos autocondicionantes, particularmente de dois passos, serem razoavelmente sensível quando a manipulação (BELTRÃO; VEECK; PACHECO, 2004), umidade do substrato, pressão do ar e tempo de evaporação (TAY et al., 2002; HEWLETT, 2003; CARVALHO et al., 2004a; DELIPERI et al., 2004; REIS et al., 2004) e tipo de solvente (DELIPERI et al., 2004; LOGUERCIO et al., 2004) de interferir na adesão em dentina, além do tipo, quantidade e concentração dos ácidos

polimerizáveis e/ou monômeros acídicos de comprometer o padrão de desmineralização em esmalte (TAY et al., 2002; HEWLETT, 2003; CELIBERTI; LUSI, 2005) e da composição do material (MOURA et al., 2005) de interferir na qualidade da adesão.

Cumpra também considerar que o sistema adesivo de 3 etapas, OptiBond FL, apresenta mais que o dobro da carga existente no OptiBond Solo Plus, aspecto este que permitira melhor integridade marginal, pois a contração de polimerização da resina pode ser minimizada frente à presença de camadas intermediárias mais resilientes (GARCIA et al., 2003; HEWLETT, 2003; CARVALHO et al., 2004a). Ainda foi possível observar neste estudo problemas de integridade marginal nas paredes cervicais e oclusais, apesar de estarem localizadas em esmalte, e propositadamente sem execução de bisel, talvez por comprometimento no padrão de condicionamento dos prismas de esmalte, proporcionando um selamento mais pobre (GLADYS et al., 2001).

Apesar de não terem sido realizados experimentos com nanoinfiltração, os resultados deste estudo poderiam vir a corroborar outros relatados na literatura sobre a atuação das soluções de nitrato de prata. Vários autores (LI; BURROW; TYAS, 2002b; TAY et al., 2002; LI; BURROW; TYAS, 2003; TAY; PASHLEY, 2003), encontraram resultados semelhantes quando usaram soluções de nitrato de prata a 50% (pH ácido) e solução de nitrato de prata amoniacal ou tamponada (pH básico) e outras formulações menos concentradas (DE GOES; MONTES, 2004) por 24h de imersão. A prata estava presente dentro da camada híbrida (nanoinfiltração) em todas as situações.

Embora não estejam intrinsecamente ligadas à pesquisa desenvolvida, micrografias ilustrativas obtidas em microscopia eletrônica de transmissão e gentilmente cedidas pelo Prof. Saulo Geraldeli² (trabalho ainda não publicado), estão apresentadas no Anexo B. Pode-se observar a presença de *water trees* em dentina humana, tratada com sistema adesivo autocondicionante, identificadas com solução aquosa 50% de nitrato de prata, utilizada nesta pesquisa, e solução tamponada 50% nitrato de prata, respectivamente.

Respaldados pelos resultados obtidos nesta pesquisa, sugerimos o uso da solução aquosa de nitrato de prata em concentração menor ou igual a 50% nos estudos de integridade marginal, por apresentarem padrões de microinfiltração similares, por proporcionarem melhor relação custo-benefício, e por apresentarem valores de pH e quantidade de prata iônica estáveis mesmo após 168 horas do preparo das soluções.

² Geraldeli S. (Desempenho de soluções de nitrato de prata na expressão da nanoinfiltração em interfaces adesivas). São Paulo: enviado para a Reunião da SBPqO/2005.

7 CONCLUSÕES

Baseados nas condições experimentais e evidências encontradas nesta pesquisa pode-se concluir que:

- 7.1 O pH da solução aquosa de nitrato de prata varia de neutro à alcalino e permanece praticamente estável por até 168 horas de armazenagem;
- 7.2 A quantidade de prata iônica é proporcional à concentração da solução, e permanece constante por até 168 horas de armazenagem;
- 7.3 A concentração e a idade pós-preparo das soluções não apresentaram diferenças significantes em testes de microinfiltração;
- 7.4 O sistema adesivo OptiBond FL propiciou menor penetração do agente traçador, refletindo menor microinfiltração, tanto em dentes decíduos como em permanentes.

REFERÊNCIAS¹

Abdalla AI, Davidson CL. Comparison of the marginal integrity of in vivo and in vitro Class II composite restorations. *J Dent* 1993;21(3):158-62.

Alani AH, Toh CG. Detection of microleakage around dental restorations: a review. *Oper Dent* 1997;22(4):173-85.

Beltrão M, Veeck EB, Pacheco ST. Influência da manipulação diária na resistência de união à dentina de sistemas adesivos de frasco único. *Rev Odont Cien* 2004;15(29):7-30.

Botelho A, Mondelli J, Mondelli RFL. Avaliação da microinfiltração marginal em cavidades de classe II restauradas com resina composta associada a outros materiais restauradores. *Rev Odont Estet Dent* 2004;3(9):96-108.

Burrow MF, Taniguchi Y, Nikaido T, Satoh M, Inai N, Tagami J, et al. Influence of temperature and relative humidity on early bond strengths to dentine. *J Dent* 1995;23(1):41-5.

Carrilho MR, Carvalho RM, Tay FR, Pashley DH. Effects of storage media on mechanical properties of adhesive systems. *Am J Dent* 2004;17(2):104-8.

Carvalho RM, Carrilho MRO, Pereira LCG, Garcia FCP, Marquezi Jr. L, Andrade e Silva SM, et al. Sistemas adesivos: fundamentos para aplicação clínica. *Biodonto Rev Odontol* 2004a;2(1):1-58.

Carvalho RM, Tay FR, Giannini M, Pashley DH. Effects of pre- and post-bonding hydration on bond strength to dentin. *J Adhes Dent* 2004b;6(1):13-7.

Celiberti P, Lussi A. Use of a self-etching adhesive on previously etched intact enamel and its effect on sealant microleakage and tag formation. *J Dent* 2005;33(2):163-71.

De Goes MF, Montes MA. Evaluation of silver methenamine method for nanoleakage. *J Dent* 2004;32(5):391-8.

¹ De acordo com estilo Vancouver. Abreviatura de periódicos segundo base de dados MEDLINE.

Deliperi S, Bardwell DN, Papathanasiou A, Kastali S, Garcia-Godoye F. Microleakage of a microhybrid composite resin using three different adhesive placement techniques. *J Adhes Dent* 2004;6(2):135-9.

DeWald JP. The use of extracted teeth for in vitro bonding studies: a review of infection control considerations. *Dent Mater* 1997;13(2):74-81.

Douglas WH, Fields RP, Fundingsland J. A comparison between the microleakage of direct and indirect composite restorative systems. *J Dent* 1989;17(4):184-8.

Ernsta CP, Kotter T, Victor A, Canbek K, Brandenbusch M, Willershausen B. Marginal integrity of self- and total-etching adhesives in two different application protocols. *J Adhes Dent* 2004;6(1):25-32.

Ferrari M, Davidson CL. Sealing performance of Scotchbond Multi-Purpose-Z100 in Class II restorations. *Am J Dent* 1996;9(4):145-9.

Ferrari M, Yamamoto K, Vichi A, Finger WJ. Clinical and laboratory evaluation of adhesive restorative systems. *Am J Dent* 1994;7(4):217-9.

Fitchie JG, Reeves GW, Scarbrough AR, Hembree JH. Microleakage of two new dentinal bonding systems. *Quintessence Int* 1990;21(9):749-52.

Formolo E, Sartori A, Demarco FF. Infiltração marginal em cavidades de classe V com uso de diferentes materiais adesivos. *RPG: Rev Pós Grad* 2001;1(2):306-12.

Franco E, Lopes LG. Conceitos atuais na polimerização de sistemas restauradores resinosos. *Biodonto Rev Odontol* 2003;1(2):1-55.

Frankenberger R, Pashley DH, Reich SM, Lohbauer U, Petschelt A, Tay FR. Characterisation of resin-dentine interfaces by compressive cyclic loading. *Biomaterials* 2005;26(14):2043-52.

Garcia F, Wang L, Pereira LCG, Tay FR, Pashley DH, Carvalho RM. O paradoxo da evolução dos sistemas adesivos. *Rev Assoc Paul Cir Dent* 2003;57(6):449-53.

Gladys S, Van Meerbeek B, Lambrechts P, Vanherle G. Microleakage of adhesive restorative materials. *Am J Dent* 2001;14(3):170-6.

Gordon M, Plasschaert AJ, Saiku JM, Pelzner RB. Microleakage of posterior composite resin materials and an experimental urethane restorative material, tested in vitro above and below the cemento-enamel junction. *Quintessence Int* 1986;17(1):11-5.

Grande RH, Ballester R, Singer JM, Santos JF. Microleakage of a universal adhesive used as a fissure sealant. *Am J Dent* 1998;11(3):109-13.

Griffiths BM, Watson TF. Resin-dentin interface of Scotchbond Multi-Purpose dentin adhesive. *Am J Dent* 1995;8(4):212-6.

Gwinnett JA, Tay FR, Pang KM, Wei SH. Comparison of three methods of critical evaluation of microleakage along restorative interfaces. *J Prosthet Dent* 1995;74(6):575-85.

Hammesfahr PD, Huang CT, Shaffer SE. Microleakage and bond strength of resin restorations with various bonding agents. *Dent Mater* 1987;3(4):194-9.

Hewlett ER. Resin adhesion to enamel and dentin: a review. *J Calif Dent Assoc* 2003;31(6):469-76.

Hilton TJ. Can modern restorative procedures and materials reliably seal cavities? In vitro investigations. Part 1. *Am J Dent* 2002;15(3):198-210.

Hilton TJ, Schwartz RS, Ferracane JL. Microleakage of four Class II resin composite insertion techniques at intraoral temperature. *Quintessence Int* 1997;28(2):135-44.

Hofmann N, Siebrecht C, Hugo B, Klaiber B. Influence of curing methods and materials on the marginal seal of class V composite restorations in vitro. *Oper Dent* 2003;28(2):160-7.

Kidd EA. Microleakage: a review. *J Dent* 1976;4(5):199-206.

Kubo S, Li H, Burrow MF, Tyas MJ. Nanoleakage of dentin adhesive systems bonded to Carisolv-treated dentin. *Oper Dent* 2002;27(4):387-95.

Latta MA, Barkmeier WW. Dental adhesives in contemporary restorative dentistry. *Dent Clin North Am* 1998;42(4):567-77.

Li H, Burrow MF, Tyas MJ. The effect of load cycling on the nanoleakage of dentin bonding systems. *Dent Mater* 2002a;18(2):111-9.

Li H, Burrow MF, Tyas MJ. The effect of thermocycling regimens on the nanoleakage of dentin bonding systems. *Dent Mater* 2002b;18(3):189-96.

Li H, Burrow MF, Tyas MJ. The effect of concentration and pH of silver nitrate solution on nanoleakage. *J Adhes Dent* 2003;5(1):19-25.

Li HP, Burrow MF, Tyas MJ. The effect of long-term storage on nanoleakage. *Oper Dent* 2001;26(6):609-16.

Linden JJ, Swift Jr EJ. Microleakage of two new dentin adhesives. *Am J Dent* 1994;7(1):31-4.

Loguercio AD, de Oliveira Bauer JR, Reis A, Grande RH. In vitro microleakage of packable composites in Class II restorations. *Quintessence Int* 2004;35(1):29-34.

Lopes GC, Baratieri CM, Baratieri LN, Monteiro Jr S, Cardoso Vieira LC. Bonding to cervical sclerotic dentin: effect of acid etching time. *J Adhes Dent* 2004;6(1):19-23.

Mair LH. An investigation into the permeability of composite materials using silver nitrate. *Dent Mater* 1989;5(2):109-14.

Mair LH. The silver sorption layer in dental composites: three year results. *Dent Mater* 1999;15(6):498-12.

Micronal. Boletim de aplicação: controle de "água purificada" e "água para injeção" de acordo com a USP. Disponível em
URL:<http://www.micronal.com.br/artigostecnicos> [2005 ago. 10]. 2005.

Mitsui FH, Bedran-de-Castro AK, Ritter AV, Cardoso PE, Pimenta LA. Influence of load cycling on marginal microleakage with two self-etching and two one-bottle dentin adhesive systems in dentin. *J Adhes Dent* 2003;5(3):209-16.

Moura SK, Pelizzaro A, Patzlaft RT, Martuci RR, Loguercio AD, Reis A, et al. Ação de "primers" autocondicionantes em esmalte: resistência da união e padrão de condicionamento. [resumo Pa 204]. *Braz Oral Res* 2005;19(supl):136.

Neter JKM, Nachtsheim CJ, Wasserman W. Applied Linear Statistical Models. 4^a ed. Chicago: Irwin;1996.

Pashley DH, Sano H, Ciucchi B, Yoshiyama M, Carvalho RM. Adhesion testing of dentin bonding agents: a review. Dent Mater 1995;11(2):117-25.

Pazinatto FB, Atta MT. Microleakage studies: critical analysis of methodology. Rev Odont Estet Dent 2004;3(10):207-15.

Pereira S, de Souza JC, Souza LIL, Trierweilet MI. Marginal microleakage: a challenge in adhesive restorative dentistry. Rev Odont Estet Dent 2004;3(9):70-9.

Peris AR, Duarte Jr S, de Andrade MF. Evaluation of marginal microleakage in class II cavities: effect of microhybrid, flowable, and compactable resins. Quintessence Int 2003;34(2):93-8.

Pintado MR, Douglas WH. The comparison of microleakage between two different dentin bonding resin systems. Quintessence Int 1988;19(12):905-7.

Plasmans PJ, Reukers EA, Vollenbrock-Kuipers L, Vollenbrock HR. Air humidity: a detrimental factor in dentine adhesion. J Dent 1993;21(4):228-33.

Pradelle-Plasse N, Besnault C, Souad N, Colon P. Influence of new light curing units and bonding agents on the microleakage of Class V composite resin restorations. Am J Dent 2003;16(6):409-13.

Prati C, Tao L, Simpson M, Pashley DH. Permeability and microleakage of Class II resin composite restorations. J Dent 1994;22(1):49-56.

Raskin A, D'Hoore W, Gonthier S, Degrange M, Dejous J. Reliability of in vitro microleakage tests: a literature review. J Adhes Dent 2001;3(4):295-308.

Raskin A, Tassery H, D'Hoore W, Gonthier S, Vreven J, Degrange M, et al. Influence of the number of sections on reliability of in vitro microleakage evaluations. Am J Dent 2003;16(3):207-10.

Reis A, Carrilho MRO, Loguercio AD, Grande RHM. Sistemas adesivos atuais. J Bras Clin Odontol Int 2001;5(30):455-66.

Reis A, Loguercio AD, Carvalho RM, Grande RH. Durability of resin dentin interfaces: effects of surface moisture and adhesive solvent component. *Dent Mater* 2004;20(7):669-7.

Sano H, Takatsu T, Ciucchi B, Horner JA, Matthews WG, Pashley DH. Nanoleakage: leakage within the hybrid layer. *Oper Dent* 1995;20(1):18-25.

Shook LW, Turner EW, Ross J, Scarbecz M. Effect of surface roughness of cavity preparations on the microleakage of Class V resin composite restorations. *Oper Dent* 2003;28(6):779-85.

Starkey DL, Anderson RW, Pashley DH. An evaluation of the effect of methylene blue dye pH on apical leakage. *J Endod* 1993;19(9):435-9.

Swift Jr EJ, Triolo Jr PT, Barkmeier WW, Bird JL, Bounds SJ. Effect of low-viscosity resins on the performance of dental adhesives. *Am J Dent* 1996;9(3):100-4.

Tay FR, Carvalho RM, Pashley DH. Water movement a cross bonded dentin - too much of a good thing. *J Appl Oral Sci* 2004;12:12-25.

Tay FR, King NM, Chan KM, Pashley DH. How can nanoleakage occur in self-etching adhesive systems that demineralize and infiltrate simultaneously? *J Adhes Dent* 2002;4(4):255-69.

Tay FR, Pang KM, Gwinnett AJ, Wei SH. A method for microleakage evaluation along the dentin/restorative interface. *Am J Dent* 1995;8(2):105-8.

Tay FR, Pashley DH. Water treeing-a potential mechanism for degradation of dentin adhesives. *Am J Dent* 2003;16(1):6-12.

Taylor MJ, Lynch E. Microleakage. *J Dent* 1992;20(1):3-10.

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

Witzel MF, Grande RH, Singer JM. Bonding systems used for sealing: evaluation of microleakage. *J Clin Dent* 2000;11(2):47-52.

Wu MK, Wesselink PR. Endodontic leakage studies reconsidered. Part I. Methodology, application and relevance. *Int Endod J* 1993;26(1):37-43.

Wu W, Cobb E, Dermann K, Rupp NW. Detecting margin leakage of dental composite restorations. *J Biomed Mater Res* 1983;17(1):37-43.

Wu W, Cobb EN. A silver staining technique for investigating wear of restorative dental composites. *J Biomed Mater Res* 1981;15(3):343-8.

Youngson CC, Grey NJ, Martin DM. In vitro marginal microleakage associated with five dentine bonding systems and associated composite restorations. *J Dent* 1990;18(4):203-8.

Youngson CC, Jones JC, Manogue M, Smith IS. In vitro dentinal penetration by tracers used in microleakage studies. *Int Endod J* 1998;31(2):90-9.

Yu XY, Davis EL, Joynt RB, Wieczkowski Jr G. Origination and progression of microleakage in a restoration with a smear layer-mediated dentinal bonding agent. *Quintessence Int* 1992;23(8):551-5.

ANEXO A - Parecer do Comitê de Ética em Pesquisa

Faculdade de Odontologia
Universidade de São Paulo




PARECER DE APROVAÇÃO
Protocolo 151/04

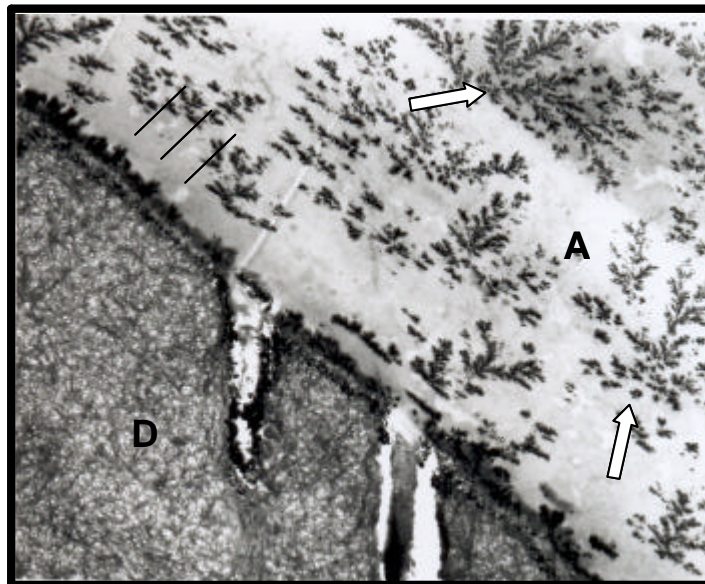
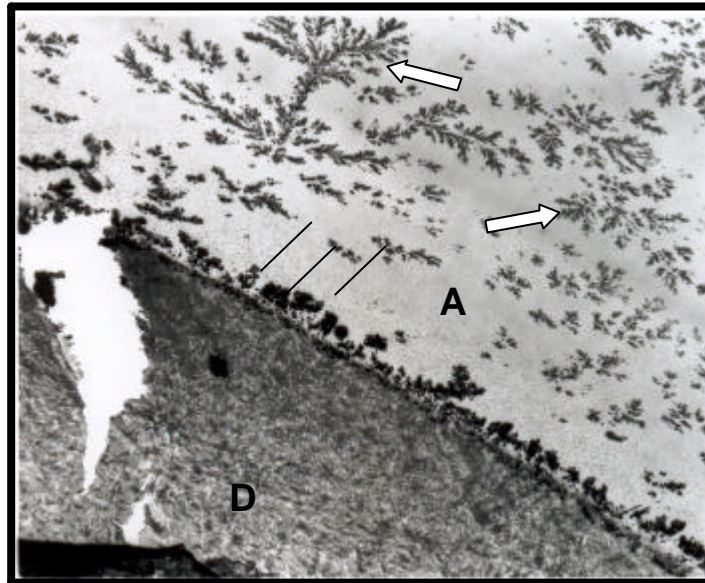
O Grupo de Trabalho indicado pelo Comitê de Ética em Pesquisa, APROVOU o protocolo de pesquisa "Solução aquosa de nitrato de prata: desempenho nos testes de microinfiltração", de responsabilidade do Pesquisador José Ferreira Costa, sob orientação da Profa. Dra. Rosa Helena Miranda Grande.



Tendo em vista a legislação vigente, devem ser encaminhados a este Comitê relatórios anuais referentes ao andamento da pesquisa e ao término cópia do trabalho em "cd". Qualquer emenda do projeto original deve ser apresentada a este CEP para apreciação, de forma clara e sucinta, identificando a parte do protocolo a ser modificada e suas justificativas.

São Paulo, 21 de setembro de 2004


Profª Drª ROSA HELENA MIRANDA GRANDE
Coordenadora do CEP-FOUSP

ANEXO B – Ilustrações de nanoinfiltrações



Micrografias ilustrativas em TEM (500 nm) da camada híbrida em dentina humana tratada com sistema adesivo autocondicionante, estando evidenciados expressões de nanoinfiltrações () junto à dentina (D) e water trees () na camada adesiva (A), com solução aquosa de nitrato de prata a 50% e solução de nitrato de prata amoniacal a 50%, respectivamente.