



UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS
FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE PIRACICABA



Márcia Regina Bernardi da Cunha
Cirurgiã- Dentista

UNICAMP
BIBLIOTECA CENTRAL
SEÇÃO CIRCULANTE

**RESISTÊNCIA DE UNIÃO À TRAÇÃO DE SISTEMAS
ADESIVOS SOBRE DENTINA AOS 10 MINUTOS E 24
HORAS PÓS- POLIMERIZAÇÃO**

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

Piracicaba
2001



UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS
FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE PIRACICABA



Márcia Regina Bernardi da Cunha
Cirurgiã- Dentista

**RESISTÊNCIA DE UNIÃO À TRAÇÃO DE SISTEMAS
ADESIVOS SOBRE DENTINA AOS 10 MINUTOS E 24
HORAS PÓS- POLIMERIZAÇÃO**

Este exemplar foi devidamente corrigido,
de acordo com a Resolução CPG-036/83
CPG, 20/04/2001
[Assinatura]
Assinatura do Orientador

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

Orientador: Prof. Dr. Mario Fernando de Goes

Piracicaba
2001

80245925

UNIDADE	CC
N.º CHAMADA:	T/ UNICAMP
	C914r
V.	Ex.
TOMBO BC/	45147
PROC. 16.	092/01
C	☐
D	☒
PREC.	R\$ 11,00
DATA	06/04/07
N.º CPO	

CM00158124-2

Ficha Catalográfica

C914r

Cunha, Márcia Regina Bernardi da.

Resistência de união à tração de sistemas adesivos sobre dentina aos 10 minutos e 24 horas pós-polimerização. / Márcia Regina Bernardi da Cunha.. -- Piracicaba, SP : [s.n.], 2001.

xii, 78f. : il.

Orientador : Prof. Dr. Mario Fernando de Goes.

Dissertação (Mestrado) – Universidade Estadual de Campinas, Faculdade de Odontologia de Piracicaba.

1. Adesivos dentários. 2. Materiais dentários. 3. Resistência dos materiais. I. Goes, Mario Fernando de. II. Universidade Estadual de Campinas. Faculdade de Odontologia de Piracicaba. III. Título.

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



FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE PIRACICABA
UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS



A Comissão Julgadora dos trabalhos de Defesa de Tese de MESTRADO, em sessão pública realizada em 19 de Fevereiro de 2001, considerou a candidata MÁRCIA REGINA BERNARDI DA CUNHA aprovada.

1. Prof. Dr. MARIO FERNANDO DE GOES

A handwritten signature in dark ink, appearing to read "Mario", written over a horizontal line.

2. Profa. Dra. ROSA HELENA MIRANDA GRANDE

A handwritten signature in dark ink, appearing to read "Rosa Helena", written over a horizontal line.

3. Prof. Dr. MARCELO GIANNINI

A handwritten signature in dark ink, appearing to read "Marcelo", written over a horizontal line.

Dedico este trabalho,

À minha mãe, **CICÍLIA**, que sempre colocou como prioridade em sua vida a educação dos filhos, sem nunca medir esforços para que isto fosse alcançado e assim mostrou a imensa força que existe dentro de si.

Aos meus irmãos, **MARIA INÊS** e **ANTONIO CARLOS**, pelo companheirismo e apoio prestados durante o curso e as etapas de minha vida.

Ao meu pai, **EUCLIDES DA CUNHA** (*in memoriam*): sua paciência em responder às minhas perguntas influenciaram a busca desse caminho...

AGRADECIMENTO ESPECIAL

Ao Prof. Doutor **MARIO FERNANDO DE GOES**, Titular da Área Materiais Dentários da Faculdade de Odontologia de Piracicaba, da Universidade Estadual de Campinas, cujo exemplo de competência científica, seriedade e incansável busca da qualidade propiciaram o estímulo para a realização deste trabalho.

MEUS SINCEROS AGRADECIMENTOS

AGRADECIMENTOS

À Direção da Faculdade de Odontologia de Piracicaba, da Universidade Estadual de Campinas, na pessoa do seu diretor Prof. Dr. **ANTÔNIO WILSON SALLUM** e do Diretor Associado Prof. Dr. **FRAB NORBERTO BOSCOLO**.

Ao Prof. Doutor **LOURENÇO CORRER SOBRINHO**, Livre Docente da Área Materiais Dentários da Faculdade de Odontologia de Piracicaba- UNICAMP, Coordenador do curso de Pós- Graduação, pelo apoio e dedicação durante o transcorrer do curso de Pós- Graduação.

Ao Prof. Doutor **MÁRIO ALEXANDRE COELHO SINHORETI**, Assistente da Área Materiais Dentários da Faculdade de Odontologia de Piracicaba- UNICAMP, pelo apoio, dedicação e ensinamentos durante o curso de Pós- Graduação, além da elaboração da análise estatística.

Aos Prof. Doutor **SIMONIDES CONSANI**, Titular da Área Materiais Dentários da Faculdade de Odontologia de Piracicaba- UNICAMP pela formação de espírito crítico em seus alunos durante o curso de Pós- Graduação.

Aos Profs. Drs. **LUIZ ANTONIO RUHNKE** e **ANTONIO CARLOS USBERTI**, pelo estímulo ao estudo e à pesquisa científica, desde a época de graduação.

Ao técnico especializado da Área Materiais Dentários da Faculdade de Odontologia de Piracicaba- UNICAMP, Engenheiro **MARCOS BLANCO CANGIANI**, sempre disposto a fornecer segura orientação nos trabalhos realizados no laboratório.

À Sra. **SELMA A. B. SEGALLA**, técnica da Área Materiais Dentários da Faculdade de Odontologia de Piracicaba- UNICAMP, pela amizade, auxílio nos trabalhos do laboratório e atenção prestada durante o curso

Aos colegas do curso de Pós- Graduação, **ALESSANDRA, ALYSSON, ANADÉLIA, ANDRESA, GILBERTO, JOHNSON, JULIE, PAULO HENRIQUE** e **RAFAEL**, pelo excelente convívio durante o curso o que possibilitou a amizade e a troca de conhecimentos em Materiais Dentários.

Aos colegas de Doutorado, **ANA MARIA, MARCOS JAPIASSÚ** e **ROSÂNGELA** , que através da experiência como docentes, possibilitaram meu enriquecimento como aluna. Muitas vezes, as palavras não são capazes de expressar os sentimentos, mas deixo aqui meu eterno agradecimento por tudo...

Ao amigo **HELTON MATTAR MONTEIRO**: "Nunca influenciaremos a todos, mas sempre influenciaremos alguns" (Emmanuel). Seu constante exemplo de competência profissional traduziu-se em apoio, estímulo e perseverança.

Ao FRIGORÍFICO RAJÁ Ltda, na pessoa de seu Diretor **Sr. SAULO SCHEEFFER** e do funcionário **ANTONIO CARLOS SIMÃO DE JESUS**, por terem permitido a coleta de material para elaboração deste trabalho

Aos Profs. Drs. **ELLIOT W. KITAJIMA** e **BRENO LEITE** do NAP – ESALQ, por permitirem a utilização do Microscópio Eletrônico de Varredura.

À Sra. **ELIENE APARECIDA ORSINI NARVAES ROMANI**, Bióloga responsável pelo Laboratório de Microscopia Eletrônica da Faculdade de Odontologia de Piracicaba pelo auxílio prestado durante a utilização do Microscópio Eletrônico de Varredura

À **Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior – CAPES**, pela concessão da bolsa de estudos que permitiu a realização do Curso de Pós- Graduação.

Ao Prof. Dr. **JOEL BIANCHI** (*in memoriam*), da Faculdade de Odontologia da Universidade de São Paulo, que através da simplicidade e conhecimento estimulou seus alunos ao aprendizado de Materiais Dentários.

À **SHIRLEI NEVES DEBUSSI** que através da sua dedicação profissional promove o exercício constante do “fazer pensar”, o que forneceu estímulo e apoio para a realização deste estudo.

A todos que através da mais simples palavra, atitude ou auxílio colaboraram direta ou indiretamente na elaboração deste trabalho.

MEUS SINCEROS AGRADECIMENTOS

“O Homem não possui de seu senão o que pode levar deste mundo. Nada que seja para uso do corpo, mas tudo que seja para uso da alma: a inteligência, os conhecimentos e as qualidades morais.

Quando um homem vai para um país longínquo, compõe a sua bagagem de objetos que lhe serão de uso lá, e não carrega daqueles que lhe seriam inúteis.

Fazei, pois, o mesmo com a vida futura e fazei uma provisão de tudo aquilo que vos possa servir.”

ALLAN KARDEC

SUMÁRIO

RESUMO	01
ABSTRACT	03
1. INTRODUÇÃO	05
2. REVISÃO DA LITERATURA	09
3. PROPOSIÇÃO	31
4. MATERIAL E MÉTODOS	32
5. RESULTADOS	44
6. DISCUSSÃO	53
7. CONCLUSÃO	60
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	61
ANEXOS	64

RESUMO

O objetivo deste estudo foi avaliar a resistência de união à tração de sistemas adesivos dentinários convencionais e autocondicionantes aos 10 minutos e 24 horas pós-polimerização. Superfícies dentinárias planas foram preparadas nas faces superfícies vestibulares de 120 incisivos inferiores bovinos e sobre as quais foi delimitada a área de união de 4mm de diâmetro com fita adesiva. Nos grupos citados foram aplicados os seguintes sistemas adesivos seguidos da aplicação da resina composta Z 100: Grupo A e B - ScotchBond Multi-Use Plus; Grupos C e D - Single Bond; Grupos E e F- Clearfil Liner Bond 2V e Grupos G e H – Clearfil SE Bond. Nos Grupos A, B, C e D foi efetuado condicionamento com ácido fosfórico a 35% sobre a dentina por 15 segundos, seguida da lavagem e remoção do excesso de água. Um cilindro de resina composta foi posicionado sobre a área de união delimitada e fotoativado por 20 segundos em três pontos da interface para a realização do ensaio de tração, que foi conduzido após 10 minutos da união para os Grupos A, C, E e G. Os grupos B, D, F e H foram armazenados em água destilada a 37°C e o teste foi realizado após 24 horas em máquina de ensaio universal Instron com velocidade de 0,5mm/minuto, após o qual, o padrão de fratura foi observado sob Microscopia Eletrônica de Varredura. Os resultados foram submetidos à análise de variância e teste de Tukey ($p < 0,05$). Os resultados do ensaio de tração expressos em MPa foram: Grupo A- $7,69 \pm 1,40$; Grupo B- $7,86 \pm 2,66$; Grupo C- $8,56 \pm 2,97$, Grupo D- $7,99 \pm 2,12$; Grupo E- $11,46 \pm 1,96$; Grupo F- $12,97 \pm 2,86$, Grupo G- $11,73 \pm 3,01$ e Grupo H- $13,04 \pm$

3,57. Não houve diferença estatística significativa entre 10 minutos e 24 horas ($p < 0,05$) para todos os grupos testados e os sistemas adesivos autocondicionantes foram estatisticamente superiores aos demais sistemas adesivos ($p < 0,05$). O padrão de fratura predominante para os grupos de ScotchBond Multi-Us o e Single Bond foi coesivo no adesivo/ Camada híbrida e nos grupos dos sistemas autocondicionantes foi coesiva em dentina. Os sistemas adesivos convencionais ScotchBond Multi-Us o e Single Bond, e os sistemas autocondicionantes Clearfil Liner Bond 2V e Clearfil SE Bond, apresentaram zonas de interdifusão resina/ dentina com características morfológicas distintas, tanto em relação à espessura quanto na formação dos prolongamentos resinosos decorrentes da penetração do adesivo nos túbulos dentinários.

Palavras chave: Resistência à tração; Sistemas Adesivos; Dentina.

ABSTRACT

The purpose of this study was to evaluate the tensile bond strength of conventional dentin adhesive systems and self-etching primers at 10 minute and 24 hours. Flat dentin surfaces were prepared on labial surface of 120 bovine lower incisor teeth and a 4-mm-diameter bonding area was demarcated on each prepared surface with adhesive vinyl tape. In the following groups were applied the dentin systems and the composite resin Z 100: Groups A and B – ScotchBond Multi-Purpose Plus and Z 100; Groups C and D – Single Bond; Groups E and F- Clearfil Liner Bond 2V and Groups G and H – Clearfil SE Bond. In the groups A, B, C and D all dentin was etched with 35% phosphoric acid, washed and the excess of water was removed. A resin composite rod was positioned on the bonding area and cured for 20 s at the three points of the interface to perform the tensile bond strength (TBS). The TBS was tested at 10 minute to groups A, C, E and G. The groups B, D, F and H were stored in distilled water at 37°C and the TBS was performed after 24 h. An Instron testing machine was used with a cross-head speed of 0,5 mm/min for the tensile test. After the TBS, the fracture pattern was observed by SEM. The results were analysed by ANOVA and Tukey's test ($p < 0,05$). The TBS results expressed by MPa were: Group A- 7.69 ± 1.40 ; Group B- 7.86 ± 2.66 ; Group C- 8.56 ± 2.97 , Group D- 7.99 ± 2.12 ; Group E- 11.46 ± 1.96 ; Group F- 12.97 ± 2.86 , Group G- 11.73 ± 3.01 and Group H- 13.04 ± 3.57 . There was no statistically significant difference among the 10 min and 24h groups. The more frequently fracture pattern was cohesive on the adhesive system for the A,

B, C and D; and the Groups E, F, G and H showed cohesive fracture of dentin. The TBS of all dentin bonding systems were similar at 10 min and 24 h and the self etching primers showed the highest values of TBS. The conventional adhesive systems, ScotchBond Multi-Use Plus and Single Bond, and the self etching primers, Clearfil Liner Bond 2V and Clearfil SE Bond, showed distinct morphological characteristics at resin dentin interdiffusion zones about their thickness and resin tags created because of the infiltration of the adhesive resin into the dentin tubules.

Key words: Tensile strength; Dentin bonding systems, Dentin.

1 - INTRODUÇÃO

Atualmente a odontologia restauradora tem como objetivo a preservação da estrutura dental. Com isso, o uso das resinas compostas tem sido amplamente aceito para as restaurações de dentes anteriores e posteriores.

Desenvolvidas por BOWEN em 1963, as resinas compostas apresentam potencialidade de união com a estrutura dental. O tratamento do esmalte dental com ácido fosfórico proposto por BUONOCORE em 1955, propiciou a união mecânica entre o substrato dental e a resina restauradora por meio de agentes resinosos fluidos hidrófobos. Posteriormente foi verificado que a aplicação de soluções ácidas sobre a dentina também poderia proporcionar eficiência no processo de união (BUONOCORE *et al.*, 1956; FUSAYAMA *et al.*, 1979).

O conhecimento das características morfológicas da dentina que se apresenta como um complexo hidratado e de composição heterogênea, propiciou o desenvolvimento de monômeros hidrófilos e hidrófobos em concentrações balanceadas para a aplicação sobre a dentina previamente condicionada com ácido fosfórico. A interdifusão dos monômeros para o interior da rede colágena desmineralizada e posterior polimerização do agente adesivo resultou na formação de uma barreira híbrida formada pelas fibras colágenas circundadas por resina e cristais de hidroxiapatia, sendo esta resistente à penetração de ácidos, fluidos e toxinas e que tem mostrado efetividade na redução da microinfiltração marginal, além de ser considerada a principal forma de retenção das resinas restauradoras

(NAKABAYASHI *et al.*, 1982; NAKABAYASHI *et al.*, 1991; PERDIGÃO & LOPES, 1999; PERDIGÃO *et al.*, 2000).

Inicialmente, a concentração balanceada dos monômeros hidrófilos e hidrófobos estava contida em dois frascos definidos como *primer* e adesivo. No frasco contendo o *primer* existe o monômero hidrófilo em maior concentração em relação ao hidrófobo, exatamente para aumentar a energia de superfície das fibras colágenas, neste momento, sustentadas pela água intersticial existente. O *primer* é difundido para o interior da dentina com o auxílio de um solvente (álcool ou acetona) cuja função é combinar com a umidade e volatilizar-se momentos antes da aplicação do adesivo. No frasco contendo o agente adesivo, a concentração de monômero hidrófobo é maior que aquela do monômero hidrófilo por causa de sua função de assegurar a total interdifusão do monômero para o interior da região desmineralizada (DE GOES, 1997).

Recentemente, as concentrações de monômeros hidrófilos e hidrófobos foram modificadas para serem contidas em um único frasco, mas com o objetivo de exercer a função de *primer* e adesivo ao mesmo tempo. Dessa forma, inicialmente são materiais altamente fluidos e voláteis (*primer*) e tornam-se mais espessos após a evaporação do solvente (adesivo). Assim, o monômero hidrófilo auxilia na difusão e o adesivo assegura a formação de uma razoável espessura de resina polimerizada e uma camada superficial de resina não polimerizada cuja função é promover a adaptação do material restaurador (DE GOES, 1997).

Um novo conceito em sistema adesivo tem sido estabelecido para união em dentina, denominado autocondicionante, é composto por monômeros ácidos

fosfatados contidos em concentração balanceada em três frascos (*primers* ácidos A e B e adesivo) e mais recentemente foram alterados para que o *primer* ácido e o adesivo fossem contidos em apenas dois frascos. O sistema autocondicionante não remove completamente a *smear layer* e é baseado no condicionamento simultâneo de esmalte e dentina para formar uma continuidade no substrato, o qual incorpora os *smear plugs* que tornam-se impregnados pela resina e ficam incorporados ao prolongamento resinoso (WATANABE *et al.*, 1994; PERDIGÃO & LOPES, 1999; HARADA *et al.*, 2000).

Embora os dois sistemas autocondicionantes apresentem-se simplificados para facilitar os procedimentos técnicos, a eliminação das fases lavagem do ácido fosfórico e remoção do excesso de água da superfície da dentina parece dar aos sistemas autocondicionantes uma vantagem em relação à técnica de aplicação dos sistemas convencionais (FERRARI *et al.*, 1996; PERDIGÃO & LOPES, 1999).

A maioria dos estudos tem avaliado os sistemas adesivos através da mensuração da resistência de união em 24 horas; entretanto, a resistência precoce de união à dentina é extremamente importante para suportar as tensões decorrentes da contração de polimerização da resina composta imediatamente após a polimerização da mesma (DAVIDSON *et al.*, 1984; BURROW *et al.*, 1994; PRICE & HALL, 1999). Assim, previne-se a formação de fendas na interface da restauração que podem levar à infiltração marginal de bactérias e seus subprodutos podendo ocorrer agressão pulpar, pigmentação marginal e cáries recorrentes (BRÄNNSTRÖM, 1986).

Considerando que a união à dentina deve estar completa após 10 minutos decorridos da polimerização da interface dentina/resina (NAKABAYASHI *et al.*, 1991), o objetivo deste estudo foi avaliar a resistência de união de sistemas adesivos sobre a dentina aos 10 minutos e 24 horas após a polimerização.

2 - REVISÃO DA LITERATURA

BUONOCORE, em 1955, verificou que a adesão de discos de resina acrílica, com cinco milímetros de diâmetro, à superfície de esmalte, era maior quando este era condicionado com ácido fosfórico a 85% por 30 segundos. Esse aumento na adesão das superfícies do esmalte poderia, segundo o autor, ser devido a diversos fatores, tais como: aumento da área de superfície devido ao condicionamento ácido; exposição da porção orgânica do esmalte na qual o acrílico poderia aderir; formação de uma nova superfície devido à precipitação de outras substâncias; exposição da superfície de esmalte mais reativa e favorável ao processo de adesão.

BUONOCORE *et al.*, em 1956, realizaram um estudo sobre a adesão de resina acrílica à superfície de dentina associando a aplicação de adesivo e condicionamento com ácido clorídrico a 7%. Dentes humanos extraídos foram incluídos em resina acrílica e desgastados até a obtenção de superfícies planas de dentina que foi delimitada. Alguns espécimes receberam a aplicação de uma camada de adesivo e sobre esta região foi confeccionado um cilindro de resina acrílica. Outros espécimes receberam a aplicação de ácido clorídrico a 7% por um minuto sobre a superfície dentinária, adesivo e resina acrílica. As amostras foram armazenadas em água e o ensaio de tração foi realizado um hora após a

confecção dos corpos-de-prova e em intervalos ao longo de três meses. Os autores verificaram que o valor para a resistência de união foi aproximadamente o dobro após o condicionamento ácido da superfície da dentina. Os autores concluíram que a união foi devida a uma combinação química entre um dos constituintes do adesivo e a matéria orgânica da dentina e que o tempo de imersão afetava adversamente a resistência de união.

BOWEN, em 1963, realizou um estudo cujo objetivo foi verificar as propriedades dos polímeros usados para restaurações odontológicas. Partículas vítreas de sílica com formato irregular e dimensões em torno de 150 μ receberam o tratamento com uma solução de vinil-silano e a adição de hidróxido de sódio e peróxido de benzoíla. Como aglutinante foi utilizado um líquido, produto da reação de adição do bis(4-hidroxifenil) dimetilmetano e glicidilmetacrilato. A reação de adição entre o bis-fenol e o glicidilmetacrilato foi catalisada com 0,5% de N,N-dimetil-p-toluidina a 60°C. O produto da reação foi lavado com solução de hidróxido de sódio a 5% e com água para remover o excesso de bisfenol. Foi adicionado 10% de metilmetacrilato e 10% de tetraetilenoglicoldimetacrilato para redução da viscosidade, 0,01% de hidroquinona para estabilizar o produto e 0,5% de N,N-dimetil-p-toluidina para adequar o tempo de presa. Essa solução é conhecida como Bis-GMA (Bisfenol A Glicidilmetacrilato). Através da mistura do pó de sílica com esta solução de Bis-GMA, obteve-se um material com 70% de sílica em peso, o que corresponde a 55% de sílica em volume e que propiciou em redução na contração de polimerização e no coeficiente de expansão térmica, um

aumento da resistência à compressão e do módulo de elasticidade e uma baixa solubilidade e desintegração em água, quando comparado ao material onde foi adicionado sílica sem tratamento.

FUSAYAMA *et al.*, em 1979, desenvolveram um dispositivo para ensaio de tração e avaliaram as propriedades de adesão do Clearfil Bond System-F (Kuraray) comparando-as com as das resinas Adaptic Total System (Johnson&Johnson), Concise Enamel Bond (3M) e Palakav. As superfícies de esmalte de incisivos centrais superiores as superfícies de dentina de molares humanos extraídos foram desgastadas até se obter uma superfície plana e em seguida os dentes foram armazenados em água e secos imediatamente antes do uso; foram então condicionadas com ácido fosfórico a 40% por 60 segundos e novamente lavadas e secas. Uma matriz cilíndrica com cinco milímetros de diâmetro e quatro milímetros de altura foi posicionada sobre a superfície e preenchida com os materiais testados. Antes da polimerização, uma alça foi inserida no interior da resina. A maioria dos corpos-de-prova foi armazenada em água a 37°C após dez minutos de sua confecção e submetida ao ensaio de tração após uma semana, um mês ou três meses. Os autores concluíram que a resina Clearfil promoveu um aumento significativo na união com o esmalte e o condicionamento ácido do esmalte e da dentina aumentou os valores de resistência de união.

NAKABAYASHI *et al.*, em 1982, testaram a eficiência de uma resina à base de 4-META na união ao tecido dentinário, previamente condicionado com uma solução de ácido cítrico a 10% e cloreto férrico a 3%. Constataram que os monômeros com os grupos hidrófobos e hidrófilos, tais como o 4-META (metacriloetil trimelitato anidrido) infiltraram-se no tecido mineralizado, polimerizando *in situ* e melhorando a união com o substrato dentinário. O exame ao microscópio eletrônico de varredura sugeriu que os monômeros resinosos infiltraram-se na rede de fibras colágenas e após polimerizarem, produziram retenção micromecânica da resina na superfície dentinária. Os autores denominaram esta interdifusão de resina/dentina infiltrada de camada híbrida e concluíram que tais monômeros representam um novo conceito de materiais biocompatíveis para o uso na união dentinária.

DAVIDSON *et al.*, em 1984, estudaram a influência da tensão de contração gerada durante o processo de polimerização de resinas compostas. Foram utilizados dois modelos, linear e tridimensional. O modelo linear consistiu de um dispositivo acoplado a um tensilômetro. A força de contração foi mensurada continuamente e a verificação e o aumento na resistência de união foi medida em diferentes intervalos de tempo desde o início da aplicação da resina composta sobre a superfície dentinária plana. Neste modelo linear, a união suportou à tensão de contração de polimerização, provavelmente devido ao processo de relaxamento que pode ocorrer quando esta configuração é utilizada. No modelo tridimensional, a resina composta estava aderida a uma ou mais paredes

dentinárias, limitando o processo de relaxamento que não foi capaz de compensar as tensões decorrentes do processo de polimerização e que foram suficientes para romper a união à dentina. Deste modo, os autores concluíram que é necessário o desenvolvimento de sistemas adesivos dentinários com resistência de união que deve ser maior do que as tensões geradas pela contração de polimerização da resina composta e que a configuração da cavidade deve ser observada para se obter um selamento marginal adequado da interface dentina/resina.

BRÄNNSTRÖM, em 1986, relatou que a infecção bacteriana sob o material restaurador é uma grande ameaça para a polpa dental, logo após o procedimento restaurador ter sido concluído. Assim, acreditava que o principal problema biológico na dentística restauradora é o crescimento bacteriano sob as restaurações. A atividade bacteriana pode resultar em aumento de sensibilidade e inflamação pulpar, além de cáries secundárias. Concluindo o autor recomendou que para reduzir a sensibilidade pós operatória é necessário haver um bom selamento marginal para evitar a penetração de fluidos na interface substrato/material restaurador.

NAKABAYASHI *et al.*, em 1991, verificaram em seu estudo, através da utilização de microscopia eletrônica de varredura, a formação da chamada "camada híbrida" em dentina e esmalte, utilizando adesivos contendo 4-META em sua composição. Os exames microscópicos no esmalte revelaram um achado

surpreendente, segundo os autores. De acordo com a teoria normalmente aceita da formação dos prolongamentos resinosos, o tratamento prévio do esmalte com ácido fosfórico cria retenções mecânicas pela dissolução do material interprismático; o adesivo penetra nas retenções microscópicas e cria união mecânica com o esmalte. Neste estudo, os autores observaram que, além disso, há uma penetração do adesivo ao redor dos prismas, encapsulando-os. Uma análise química desta interface mostrou que os prolongamentos resinosos são formados puramente de resina e que no final destes, há presença de uma delgada camada, onde a resina impregna o material interprismático, formando uma mistura de resina e esmalte. Esta zona de transição foi designada de "camada híbrida" em esmalte, que mostrou-se resistente à dissolução ácida com o ácido clorídrico e talvez, segundo os autores parece conferir uma certa resistência à cárie. Já na dentina, o 4-META, inicialmente mostrou-se ineficaz, pois o ácido fosfórico utilizado como condicionador de esmalte e dentina, desnaturava o colágeno dentinário. Os autores utilizaram o tratamento prévio da dentina com a solução chamada 10-3 (ácido cítrico 10% e oxalato férrico 3%). Com isso, a resistência de união aumentou 200%. A formação de prolongamentos resinosos dentro dos túbulos dentinários foi idêntica, tanto quando foi usado o ácido fosfórico como quando se usou a solução 10-3, de tal forma que quando a solução 10-3 foi usada, notou-se a formação de uma zona intermediária constituída por dentina e resina, chamada também de "camada híbrida". Os autores concluíram que quando a hibridização ocorre, a resistência de união aumenta significativamente, seja em

esmalte ou dentina. Além disso, forma-se um selamento da dentina e do esmalte, prevenindo a hipersensibilidade e cáries secundárias.

ERICKSON , em 1992, verificou a importância dos *primers* no processo de união à estrutura dental. Os mesmos contém moléculas com grupos funcionais hidrófilos e hidrófobos e se apresentam dissolvidos em água, etanol ou acetona. Os *primers* apresentam a capacidade de alterar a energia de superfície da dentina, que no caso da *smear layer* é ao redor de 42 dinas/cm e quando é realizado o condicionamento ácido, esta é reduzida para 29 dinas/cm. Como o adesivo apresenta energia livre de superfície em torno de 40 dinas/cm, é necessário a ação de uma substância para recuperar a energia livre de superfície da dentina, sendo esta uma função do *primer*. Deste modo, a energia livre de superfície da dentina e do adesivo se equivalem, o que possibilita um maior escoamento do monômero hidrófobo e sua penetração para o interior dos túbulos dentinários e porosidades microscópicas causadas pelo condicionamento ácido.

VAN MEERBEEK *et al.*, em 1993, verificaram a dureza e o módulo de elasticidade da área de união dentina/ resina de quatro sistemas adesivos. Através de uma técnica de nanoindentação controlada por computador, identações triangulares foram realizadas dentro da área de união. A carga e o deslocamento do identador foram monitorados continuamente durante a seqüência de carregamento e não carregamento, para que a dureza e o módulo de elasticidade pudessem ser computados como em função da geometria do identador e da carga

aplicada. A dureza da zona de interdifusão resina/ dentina foi significativamente menor do que a dentina inalterada. Um gradiente de módulo de elasticidade foi observado a partir da dentina a uma zona de interdifusão mais elástica e da camada de adesivo à resina composta restauradora. O gradiente foi mais substancial nos sistemas que produziram camadas de adesivo mais espessas ou naquelas em que foi aplicada uma camada de resina composta de baixa viscosidade como camada intermediária entre o sistema adesivo e a resina composta restauradora. Os autores concluíram que tais áreas devem apresentar capacidade para liberar as tensões da resina composta que sofreu o processo de contração de polimerização, fator que pode ser considerado adequado para conservação da união, melhorando a integridade marginal e possibilitando maior retenção da restauração.

BURROW *et al.*, em 1994, avaliaram a resistência de união à tração de sistemas adesivos após um minuto, dez minutos e 24 horas da polimerização da resina. Para este estudo foram utilizados dois sistemas adesivos experimentais (GM e HE) e os adesivos Photobond, PAAMA 2 (PA), New Bond (NB), Superbond D-liner (SD) e Liner Bond (LB). Incisivos inferiores bovinos tiveram as superfícies vestibulares desgastadas de modo a se obter uma superfície plana em que a área de união foi delimitada em quatro milímetros e os sistemas adesivos foram aplicados de acordo com as instruções dos fabricantes. Um cilindro de resina foi previamente confeccionado e continha uma alça na extremidade superior para possibilitar o ensaio de tração. Após a aplicação dos sistemas adesivos uma fina

camada da resina Photo Clearfil Bright foi usada para unir o cilindro à superfície dentinária e fotoativada por 20 segundos em três lados da interface. O ensaio de tração foi realizado em máquina de ensaio universal na velocidade de 2mm/minuto. Os corpos-de-prova foram armazenados a 37°C por 24 horas para posterior realização do ensaio de tração. Após o ensaio alguns exemplares dos diferentes tipos de fratura foram preparados para determinação do modo de fratura. Todos os grupos apresentaram um aumento nos valores de resistência de união com o aumento do tempo de um minuto para 24 horas. Os grupos PA e PB produziram resultados similares nos três períodos de tempos testados. NB produziu os valores mais baixos de resistência de união, mas não houve diferença estatística com os diferentes tempos, assim como o grupo SD que produziu os maiores valores de resistência. Quanto ao modo de fratura houve predominância de falhas adesivas na interface resina/dentina quando os valores de resistência de união se situaram abaixo de 10 MPa. Os autores concluíram que todos os materiais testados apresentaram valores de resistência de união inferiores a 20 MPa que é referido como necessário para se obter restaurações isentas de fendas na interface.

WATANABE et al., em 1994, realizaram um estudo para verificar a penetração de um sistema adesivo experimental através da *smear layer* na dentina subjacente para formar a camada híbrida, As superfícies dentinárias de dentes bovinos receberam a aplicação de uma solução composta por 0,5% de canforoquinona, 0,5% de NPG, 5% de fenil-P em 94% de TEGMA, sendo que as

soluções de tratamento prévio foram compostas de 0, 5, 10, 20, 30 ou 40% de fenil-P em 30% de HEMA. Dez microlitros de uma das soluções foi aplicada sobre a dentina por 60 segundos e o excesso foi removido com jato de ar, seguido da aplicação do adesivo e fotopolimerizado por 60 segundos. Em seguida a resina composta Clearfil Brighth (Kuraray) foi aplicada e as amostras foram armazenadas a 37°C por 24 horas. As amostras foram submetidas ao ensaio de tração que foi realizado em máquina de ensaio universal na velocidade de 1mm/minuto. Os resultados obtidos demonstraram maior valor de resistência de união com a solução de 20% de fenil-P. A solução de 20% de fenil-P em 30% de HEMA demonstrou ao exame por TEM que ocorreu desmineralização da superfície dentinária pela dissolução parcial dos cristais minerais a partir do colágeno circundante. Quando aplicado sobre a *smear layer*, ocorreu desmineralização da mesma e incorporação desta com a resina aplicada, criando uma camada híbrida de pouca espessura. Foi observada a presença de *smear plugs* infiltrados pela resina. Os autores concluíram que o *primer* autocondicionante oferece vantagens sobre os sistemas adesivos convencionais devido à sua eficiência e simplificação da técnica de aplicação.

FERRARI *et al.*, em 1996, realizaram um estudo *in vivo* e *in vitro* e verificaram a formação de prolongamentos resinosos e dos ramos laterais. Os sistemas adesivos foram aplicados em superfícies dentinárias planas preparadas nas faces vestibulares de dentes humanos vitais com comprometimento periodontal, aleatoriamente divididos em quatro grupos: Grupo1 - Prime & Bond

2.0 (Dentsply); Grupo 2 – Scotchbond Multi-Purpose (3M); Grupo 3 – Clearfil Liner Bond 2 (Kuraray) aplicado por 30 segundos e Grupo 4 - Clearfil Liner Bond 2 aplicado por 60 segundos. Os dentes foram extraídos imediatamente após a aplicação dos sistemas adesivos. O mesmo procedimento foi realizado *in vitro* em dentes molares humanos extraídos. Os dentes foram seccionados ao meio para visualização da camada híbrida e morfologia dos prolongamentos resinosos através de microscopia eletrônica de varredura. Em muitas regiões dos Grupos 1, 2 e 4 foram observados prolongamentos resinosos em forma de cone invertido com ramos laterais. Em contraste, os prolongamentos resinosos encontrados no Grupo 3 foram mais estreitos e não preencheram os orifícios tubulares completamente e os ramos laterais raramente foram encontrados. Os comprimentos dos prolongamentos resinosos de resina observados nos dentes do Grupo 1 e 2 foram mais longos do que os encontrados nos do grupo 3 e 4. A morfologia da camada híbrida foi similar nos grupos *in vivo* e *in vitro*. Os autores concluíram que o Prime & Bond 2.0 e o Scotchbond Multi-Purpose são efetivos clinicamente quando aplicados segundo as recomendações dos fabricantes e que os sistemas autocondicionantes oferecem vantagem em relação aos sistemas adesivos anteriores devido à simplificação da técnica de aplicação e a efetividade para o processo de união à dentina.

DE GOES, em 1997, relacionou alguns fatores que influenciam diretamente o processo de união, dentre os quais podem ser citados, as diferenças morfológicas dos substratos sobre os quais são aplicados, esmalte ou

dentina; a capacidade de umedecimento do substrato pelo adesivo; viscosidade do adesivo, união micromecânica e união química. O autor também considerou neste estudo aspectos relacionados ao condicionamento ácido do esmalte, formação da *smear layer* e relatou um breve histórico sobre o desenvolvimento dos sistemas adesivos.

PERDIGÃO *et al.*, em 1997, conduziu um estudo para determinar a resistência de união à dentina quando foram utilizados sistemas adesivos de frasco único, além da observação por MEV das camadas híbridas formadas. A hipótese a ser testada foi que os sistemas que apresentavam água como solvente, apresentariam os menores valores de resistência de união e menor penetração na dentina, do que aqueles que estavam dissolvidos em solventes orgânicos. Foram utilizados quarenta molares humanos extraídos que tiveram as superfícies dentinárias desgastadas e foram distribuídos ao acaso em 4 grupos de dez dentes cada: Grupo 1- Single Bond (3M); Grupo 2- Prime & Bond 2.1; Grupo 3- Syntac Single- Component (Vivadent) e Grupo 4 – Tenure Quik with Fluoride (Den-Mat). Os sistemas adesivos foram aplicados de acordo com as instruções dos fabricantes e seguidos da aplicação da resina composta Z100 (3M) às superfícies tratadas. Após 24 horas da união, as amostras foram termocicladas e a resistência de união ao cisalhamento foi realizado em máquina de ensaio universal na velocidade de 0,5cm/minuto. Foram preparadas amostras para observação da camada híbrida sob MEV. Os valores em ordem decrescente de resistência foram: Single Bond (15,3 MPa), Syntac Single- Component (9,9 MPa), Prime & Bond 2.1

(7,3 MPa) e Tenure Quik with Fluoride (2,5 MPa). Todos os sistemas adesivos penetraram na dentina, hibridizando-a. Single Bond formou a camada mais espessa de adesivo no topo da camada híbrida. O sistema adesivo Tenure Quik não infiltrou completamente na dentina desmineralizada, o que resultou em fendas largas em todos os espécimes observados. Prime & Bond formou os menores prolongamentos, enquanto que Syntac Single Component formou os prolongamentos resinosos mais longos.

VERSLUIS *et al.*, em 1997, questionaram a relação entre a ocorrência de fraturas coesivas em dentina e valores obtidos de ensaios de resistência de união ao cisalhamento. Os autores desenvolveram um programa de simulação de falhas que estava acoplado um sistema para a análise de elemento finito. Um outro experimento paralelo foi conduzido para se analisar o tipo de fratura ocorrido sob exame em MEV. Os autores concluíram que em muitos casos o arrancamento da dentina é em parte devido à mecânica do teste utilizado e não significa necessariamente que o material apresentou uma resistência adesiva superior ou então que a resistência coesiva da dentina foi diminuída. Além disso, os autores enfatizaram a necessidade de se desenvolver novas tecnologias para a avaliação das interfaces biológicas.

HAYAKAWA *et al.*, em 1998, avaliaram a eficácia de um *primer* autocondicionante na adesão de resina composta ao esmalte e dentina. Neste estudo, dois tipos de *primers* autocondicionantes contendo diferentes ésteres de

ácido fosfórico, fenil-P e 10- metacrilóiloxidecil di-hidrogênio fosfato (MDP), HEMA e água foram preparados e a influência da concentração destes e a variação no tempo de aplicação foi avaliado através da mensuração da resistência de união à tração entre a resina composta e o substrato dental e por observações por microscopia eletrônica de varredura. Incisivos inferiores bovinos foram extraídos e congelados a -70°C . Superfícies planas de esmalte e dentina foram preparadas através do desgaste com lixas d'água de granulação 800 e 1000. A dentina ou esmalte foi tratado com os *primers* experimentais por 15, 30 ou 60 segundos. Um anel de silicone de 3,2mm de diâmetro e 2mm de altura foi posicionado sobre a superfície de dentina. Foi aplicado o sistema adesivo Clearfil Photobond e fotopolimerizado por 10 segundos. O anel foi preenchido com a resina Clearfil AP-X e fotopolimerizada por 40 segundos. Os corpos-de-prova foram armazenados em água a 37°C por 24 horas e o ensaio de tração foi realizado em máquina de ensaio universal à velocidade de 2mm/minuto. As superfícies tratadas com o primer foram observadas em MEV, assim como foi verificada a presença de camada híbrida. O tratamento da dentina com a solução de MDP a 30% por 15 segundos aumentou significativamente a resistência de união comparada com as soluções de fenil-P a 5, 10 e 20% por 15 segundos. A *smear layer* foi parcialmente removida pelo *primer* autocondicionante e foram observadas camadas híbridas de espessura de cerca de 1,0 a $1,5\mu\text{m}$. Os autores concluíram que o *primer* contendo fenil-P ou MDP apresentou boa adesão à dentina e indica ser um material promissor para uso em odontologia.

PRATI et al., em 1998, avaliaram a morfologia da interface dentina/resina e a resistência de união ao cisalhamento do sistema adesivo de frasco único Single Bond (3M), de múltiplos passos, Scotchbond Multi-Purpose (3M) e com *primer* autocondicionante, Clearfil Liner Bond 2 (Kuraray). Foram preparadas cavidades Classe I e V em terceiros molares humanos extraídos. Os sistemas adesivos foram aplicados de acordo com as instruções dos fabricantes e em seguida foi feita a restauração com resina composta. Os corpos-de-prova foram submetidos ao ensaio de cisalhamento em máquina de ensaio universal na velocidade de 1mm/minuto. A resistência de união ao cisalhamento foi de 16,6 MPa para Single Bond, 14,3 MPa para o Clearfil Liner Bond 2, não sendo estatisticamente diferentes entre si, e de 19,0 MPa para o Scotchbond Multi-Purpose, sendo estatisticamente superior aos dois adesivos anteriormente citados. O adesivo Clearfil Liner Bond 2 apesar de apresentar uma limitada espessura de camada híbrida exibiu alto valor de resistência de união. Os autores concluíram que a resistência de união não se relaciona com a espessura e morfologia da camada híbrida.

PERDIGÃO & LOPES, em 1999, publicaram um trabalho revisando os conceitos mais recentes sobre a união à dentina . Iniciaram esta revisão pelos conceitos iniciais de adesão ao esmalte estabelecidos por Buonocore, os autores relataram a grande demanda de tratamentos estéticos restauradores e não

restauradores bem como a freqüente utilização de produtos à base de fluoretos, que transformou completamente a prática da odontologia restauradora. A união à dentina ainda representa um desafio, visto vários fatores, como por exemplo, as diferenças morfológicas existentes na dentina. Diante das características de umidade apresentadas por este substrato, alguns sistemas adesivos devem ser aplicados sobre a superfície úmida para que seja obtida uma adequada interdifusão dos monômeros para o interior das fibras colágenas. Os autores citam que os conceitos de união são provenientes de observações clínicas e através de estudos laboratoriais, como os testes que avaliam a resistência de união, mas não se obtém informação completa sobre o comportamento dos sistemas adesivos aplicados ao substrato.

PRICE & HALL, em 1999, avaliaram a resistência de união ao cisalhamento de sistemas adesivos em 10 minutos e 24 horas. Foram utilizados seis sistemas adesivos One-Step (OS), PermaQuik (PQ), Prime&Bond 2.1 (PB), ScotchBond Multi-Use (SBMP), Single Bond (SB) e Tenure Quik com Flúor (TQ) e 120 molares humanos extraídos, que foram armazenados em solução aquosa de cloramina a 0,5%. Após a armazenagem os dentes foram lavados em água corrente por 24 horas, incluídos em resina acrílica e novamente armazenados em água destilada por um a três dias. As superfícies vestibulares foram desgastadas de modo a se obter uma superfície plana sobre a qual os sistemas adesivos foram aplicados de acordo com as instruções dos fabricantes. Para cada sistema adesivo, 20 cilindros de resina foram confeccionados e com área de união à

dentina de cerca de 13mm². Após a aplicação dos sistemas adesivos, uma camada de 2,5mm de espessura de resina composta Z100 (3M) foi usada para unir o cilindro à superfície dentinária e fotopolimerizada por 60 segundos. O ensaio de cisalhamento foi realizado em máquina de ensaio universal na velocidade de 2mm/minuto. Os valores médios de resistência ao cisalhamento aos 10 minutos foram: OS= 16,4; PQ= 14,3; SB= 14,0; PB= 12,7; TQ= 10,7; e SBMU= 9,3 MPa. Os valores médios de resistência ao cisalhamento em 24 horas foram: OS= 23,3; PQ= 20,8; SB= 20,3; PB= 19,4; TQ= 11,2; e SBMU= 10,0 MPa. Com relação aos resultados obtidos, os autores verificaram que os sistemas adesivos OS, PQ, PB e SB apresentaram aumento nos valores de resistência de união em 24 horas. Quanto aos tipos de fraturas encontrados após o ensaio, foi observada predominância de fraturas dentinárias para os grupos em que foram utilizados OS, PQ e SB. Os adesivos que apresentaram maiores valores de resistência ao cisalhamento apresentaram maior penetração de resina nos ramos dentinários laterais. Finalmente, os autores concluíram que os valores de resistência ao cisalhamento foram menores que 17 MPa e que os valores de resistência aos 10 minutos foram menores do que em 24 horas.

BRAGA *et al.*, em 2000, realizaram um estudo para determinar a resistência de união à tração de sistemas adesivos dentinários que continham ou não carga na sua composição. Neste estudo foram utilizados cinquenta incisivos de bovinos que tiveram as superfícies vestibular desgastadas com lixa de granulação 100 até que a superfície dentinária fosse exposta. Os fragmentos de

dentina foram incluídos em tubos de PVC e resina autopolimerizante e polidos com lixas de granulação 200 e 600. Os sistemas adesivos utilizados foram Prime & Bond NT, Prime & Bond 2.1, OptiBond Solo e Single Bond. Sobre a superfície dentinária foi posicionada uma fita adesiva contendo perfuração circular de 3,0 mm de diâmetro. Após o condicionamento com ácido fosfórico a 37% e aplicação do sistema adesivo um cone de resina composta foi construído sobre a superfície da dentina. O ensaio de tração foi realizado após o armazenamento dos corpos-de-prova em água destilada a 37°C por 24 horas. O modo de fratura foi observado através do exame em estereomicroscópio em aumento de 10 X. A análise estatística de Weibull revelou diferenças significativas nos valores de resistência de união entre Single Bond e Prime & Bond NT dual cure e entre Single Bond e Prime & Bond 2.1. Houve predominância de falhas coesivas na dentina nos grupos de Single Bond e Prime & Bond NT e para os demais sistemas as falhas foram predominantemente adesivas.

HARADA *et al.*, em 2000, avaliaram as propriedades adesivas do sistema adesivo autocondicionante Clearfil SE Bond sobre diferentes substratos como o esmalte, dentina, porcelana e liga de ouro-prata-paládio. Os resultados obtidos foram comparados com os sistemas adesivos autocondicionantes que foram lançados previamente, como Clearfil Liner Bond II e Clearfil Liner Bond 2V. Para o ensaio de tração foram utilizados dentes bovinos jovens recentemente extraídos, onde tanto o esmalte como a dentina foram utilizados como substrato. Neste estudo também foi empregado ensaio de microtração com dentes humanos.

Os resultados obtidos através do ensaio de tração quando foi utilizado o sistema Clearfil SE Bond em dentina bovina foi de 19,6 MPa e não houve diferença estatisticamente significativa entre os demais sistemas adesivos testados. Todos corpos-de-prova exibiram fraturas coesivas na dentina. Por outro lado, os resultados obtidos pelo teste de microtração quando Clearfil SE Bond foi utilizado sobre a dentina humana, foram significativamente maiores (47 MPa) do que Liner Bond II (34,7 MPa) e a predominância de falhas foi adesiva na interface dentina/resina. Os autores concluíram que o sistema autocondicionante Clearfil SE Bond apresenta propriedades adesivas satisfatórias tanto ao esmalte como à dentina, além do que o procedimento de aplicação é extremamente simplificado, reduzindo-se a sensibilidade técnica.

Devido às diferenças encontradas na profundidade de desmineralização causada pelos diferentes condicionadores ácidos encontrados no mercado, **PERDIGÃO *et al.***, em 2000, conduziram um estudo para avaliar a resistência de união ao cisalhamento de três sistemas adesivos de frasco único e a extensão de desmineralização causada na dentina intertubular. Foram utilizados 90 incisivos inferiores bovinos extraídos e armazenados por uma semana antes do uso em solução de 0,5% de cloramina. As superfícies vestibulares foram desgastadas sob refrigeração à água com lixas de carvão de silício de granulações 120, 240 e 600. Os dentes foram aleatoriamente divididos em 9 grupos. Nos Grupos 1A, 1B e 1C a dentina foi condicionada por 15 segundos respectivamente com ácido fosfórico a 37,5% (Kerr gel Etchant- KE), ácido fosfórico a 35% (ScotchBond Etching Gel- SE)

e ácido fosfórico a 35% (Ultraetch- UE) e em todos foi utilizado OptiBond SOLO (Kerr) que foi aplicado de acordo com as instruções do fabricante. Nos grupos 2A, 2B e 2C, a dentina foi condicionada por 15 segundos respectivamente com KE, SE e UE e em todos foi utilizado Permaquik (Ultradent) que foi aplicado de acordo com as instruções do fabricante. Nos Grupos 3A, 3B e 3C, a dentina foi condicionada por 15 segundos respectivamente com KE, SE e UE e em todos foi utilizado Single Bond (3M) de acordo com as instruções do fabricante. Após a aplicação dos sistemas adesivos foi confeccionado um cilindro de resina para permitir o ensaio de cisalhamento. As amostras armazenadas em água destilada a 37°C por 24 horas, foram termocicladas e o ensaio foi realizado em máquina de ensaio universal na velocidade de 5mm/minuto. Cada uma das nove combinações de ácidos e sistemas adesivos foi preparada em discos de dentina para exame da camada híbrida por meio de MET. As médias de resistência de união ao cisalhamento não foram estatisticamente diferentes entre si para nenhuma das combinações usadas neste estudo. Todos os grupos demonstraram penetração da resina nos túbulos dentinários e a formação de zona de interdifusão resina/dentina. A espessura da camada híbrida variou de acordo com o ácido usado, sendo que para SE variou de 2,8 a 3,4µm, para KE de 4,3 a 5,4µm e para EU de 2,1 a 2,5µm. Os autores concluíram que não houve relação entre a espessura da camada híbrida e o valor de resistência de união ao cisalhamento.

TANUMIHARJA et al., em 2000, avaliaram a resistência de união à microtração de sete sistemas adesivos dentinários (Solid Bond, EBS Multi, Permaquik, One Coat Bond, Gluma One Bond , Prime & Bond NT/NRC e Clearfil Liner Bond 2V) e seus respectivos modos de fratura. Para este estudo foram usados 28 terceiros molares humanos que foram armazenados em soro fisiológico contendo cristais de timol e usados após uma semana da exodontia. Os dentes foram divididos aleatoriamente em sete grupos e designados para o uso utilizando um dos sete adesivos testados. A superfície oclusal foi desgastada em recortador de gesso provido de refrigeração à água, e em seguida, com lixa de carbeto de silício de granulação 600. Os sistemas adesivos foram usados de acordo com as instruções dos fabricantes. Para todos os sistemas foram aplicados 3 incrementos da resina Silux Plus produzindo uma espessura de quatro milímetros. Os corpos-de-prova foram armazenados em água a 37°C por 24 horas. Foram obtidas três ou quatro amostras em forma de barras que posteriormente tiveram seus diâmetros ajustados para $1,2 \pm 0,02\text{mm}$. O ensaio de microtração foi realizado na velocidade de 1mm/minuto até que ocorresse a fratura da união. As superfícies fraturadas foram examinadas em microscópio eletrônico de varredura em aumento de 60X para confirmação do modo de fratura. As médias de valores de resistência dos sistemas adesivos Clearfil Liner Bond 2V e Permaquik foram respectivamente de $36,0 \pm 8,1\text{ MPa}$ e $30,8 \pm 8,5\text{ MPa}$ não apresentando diferença estatística entre si e foram os maiores valores obtidos dentre todos os materiais testados que também não apresentaram diferença estatística entre si. A microscopia eletrônica de

varredura das amostras analisadas não mostrou diferenças significantes entre Solid Bond, EBS- Multi e One Coat Bond, os quais diferiram significantemente de Permaquik, Prime & Bond NT/NRC e Clearfil Liner Bond 2V. Os autores concluíram que os sistemas adesivos Clearfil Liner Bond 2V e Permaquik apresentaram a técnica mais simples de aplicação e foram os adesivos que apresentaram maiores valores de resistência de união.

3 – PROPOSIÇÃO

Considerando a importância da resistência precoce da união de sistemas adesivos sobre a dentina, o objetivo desse estudo foi avaliar a resistência de união à tração de sistemas adesivos nos tempos de 10 minutos e 24 horas pós-polimerização. Adicionalmente, identificar o padrão de fratura ocorrido após o ensaio mecânico e a morfologia de região da interface dentina/resina.

4- MATERIAL E MÉTODO

4.1- MATERIAL

Para a realização deste estudo foram utilizados quatro sistemas adesivos e uma resina composta. Os materiais utilizados e seus respectivos fabricantes e lotes, estão dispostos na TAB.1. A composição dos sistemas adesivos e resina composta estão descritas nas TAB. 2 e 3.

TABELA 1
Materiais, fabricante e lotes utilizados no estudo

Material	Fabricante	Lote
ScotchBond Multi-Uso Plus	3M Dental Products Division, St. Paul, MN, USA	01039
Single Bond	3M Dental Products Division, St. Paul, MN, USA	09028
Clearfil Liner Bond 2V	Kuraray Co., Ltd, Osaka, Japan	51201
Clearfil SE Bond	Kuraray Co., Ltd, Osaka, Japan	51153
Z 100	3M Dental Products Division, St. Paul, MN, USA	8MR

TABELA 2

Descrição da composição dos materiais utilizados no estudo

Sistema Adesivo	Composição	
*Scotchbond Multi-Use Plus	<i>Primer:</i> HEMA, Ácido polialcenólico,	Adesivo: Bis-GMA, HEMA
*Single Bond	HEMA Bis-GMA, água, etanol, dimetacrilato, fotoiniciador, ácido polialcenólico, ácido politacônico	
**Clearfil Liner Bond 2V	Primers A e B MDP, HEMA, dimetacrilato hidrófilo, di-canforoquinona, N,N-dietanol p-toluidina, água.	Adesivo A MDP, Bis-GMA, HEMA dimetacrilato hidrófobo, di- canforoquinona, N,N-dietanol-p-toluidina, Sílica coloidal silanizada
**Clearfil SE Bond	<i>Primer:</i> MDP, HEMA, dimetacrilato hidrófilo, di-canforoquinona, N,N dietanol p-toluidina, água	Adesivo: MDP, Bis-GMA, HEMA dimetacrilato hidrófobo di- canforoquinona, N,N dietanol- p-toluidina, Sílica coloidal silanizada

* Perfil Técnico do produto (3M)

** Informações do fabricante (bula)

TABELA 3

Descrição da composição da resina composta utilizada no estudo

Resina Composta	Composição
*Z 100	Bis-GMA, TEGDMA, partículas de zircônio/ sílica com tamanho médio de 0,6µm

* Perfil Técnico do produto (3M)

4.2 – MÉTODO

4.2.1 – Preparação das amostras

Foram utilizados neste estudo, 120 incisivos inferiores extraídos de bovinos jovens e congelados à temperatura de -10°C até o momento do experimento, cujo período não foi superior a um mês. No momento da realização do experimento, os dentes foram descongelados e limpos em água corrente com auxílio de estilete. A seguir, com auxílio de uma politriz (Arotec S.A. Indústria e Comércio), as superfícies vestibulares dos dentes foram desgastadas com lixas d'água de carbeto de silício de granulação 220, 400 e 600 (Carborundum Abrasivos Ltda.), respectivamente, sob refrigeração à água, para obtenção de uma superfície plana em dentina. Em seguida, as raízes foram removidas no nível da junção cimento-esmalte usando disco de carborundum. Após este procedimento, os dentes foram lavados e secos com papel absorvente e a superfície dentinária foi examinada em lupa estereoscópica (Carl Zeiss, Alemanha) para assegurar que restos de esmalte não estivessem presentes.

4.2.2.- Confeção dos cilindros de resina para o ensaio de tração.

Foram confeccionados quinze cilindros de resina composta (Z 100) através da utilização de tubos plásticos transparentes (Poliplast Ltda.) com 4mm de diâmetro e 2cm de altura. A resina foi aplicada em incrementos de 2mm com o auxílio de uma espátula Thompson número 3 e foram fotoativados por 40 segundos. Na porção central superior da extremidade livre do cilindro, antes da inserção dos incrementos finais de resina composta, foi posicionada uma alça confeccionada com fio ortodôntico 0,7 (Labordent Ltda.) para servir como uma forma auxiliar para adaptação do corpo-de-prova no mordente da máquina de ensaio universal no momento do ensaio de tração. Em seguida, o cilindro foi inserido em uma matriz metálica bipartida (FIG.1) contendo um orifício circular de 4mm de diâmetro interno e fixado por meio de parafusos laterais para que a superfície da extremidade livre do cilindro fosse planificada por meio de desgaste com lixa d'água de carbeto de silício de granulação 220 (Carborundum Abrasivos Ltda.). Em seguida, foram submetidos a limpeza em água destilada sob ultra-som durante 10 minutos.

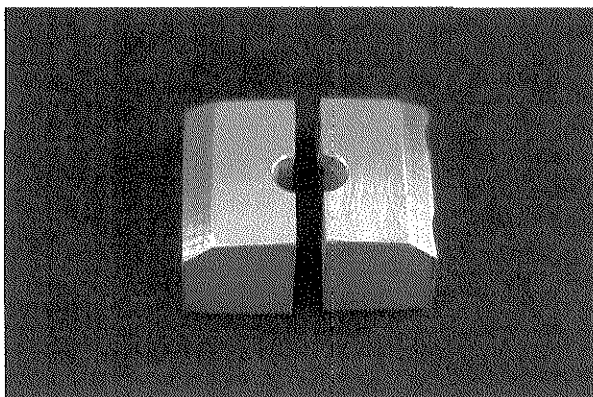


FIGURA 1 – Matriz bipartida em aço inoxidável

4.2.3.- Preparação dos corpos-de-prova para o ensaio de tração

Para cada grupo contendo 15 dentes, a superfície vestibular previamente desgastada foi delimitada com uma fita adesiva (Contact) contendo um orifício central medindo 4mm de diâmetro. Na superfície dentinária delimitada foram aplicados os sistemas adesivos de acordo com as instruções recomendadas pelos respectivos fabricantes e apresentados nas TAB.4 e 5.

TABELA 4

Seqüência de aplicação dos materiais ScotchBond Multi-Use Plus e Single Bond

Scotchbond Multi-Use Plus	Single Bond
1. O ácido fosfórico a 35% foi aplicado sobre a dentina por 15 segundos	1. O ácido fosfórico a 35% foi aplicado sobre a dentina por 15 segundos
2. Foi realizada lavagem e remoção do excesso de água com discos de filtro de papel	2 Foi realizada lavagem e remoção do excesso de água com discos de filtro de papel
3. O <i>primer</i> foi aplicado e suave jato de ar por 5 segundos	3. Duas camadas do material foram aplicadas seguido de suave jato de ar
4. Uma camada de adesivo foi aplicada e em seguida suave jato de ar	4. Foi realizada a fotoativação por 10 segundos
5.Foi realizada a fotoativação por 10 segundos	

TABELA 5

Seqüência de aplicação dos materiais Clearfil Liner Bond 2V e Clearfil SE Bond

Clearfil Liner Bond 2V	Clearfil Se Bond
1. Foi misturada uma gota do <i>primer</i> A e uma gota do <i>primer</i> B no casulo e foi aplicada sobre a dentina e aguardado 30 segundos	1. Foi aplicado o <i>primer</i> sobre a dentina e aguardar 20 segundos
2. Foi aplicado um suave jato de ar	2. Foi aplicado um suave jato de ar
3. Foi aplicado o adesivo A e em seguida suave jato de ar	3. Foi aplicado o adesivo e em seguida suave jato de ar
4. Foi realizada a fotoativação por 20 segundos	4. Foi realizada a fotoativação por 20 segundos

Sobre o adesivo polimerizado foi aplicado uma camada de 2mm de resina composta Z 100. Neste momento, na extremidade do cilindro confeccionado em resina, previamente tratado com ácido fosfórico a 35% e silanizado, foi aplicado o adesivo específico para cada material. Logo após a polimerização, o cilindro foi posicionado sobre a área da dentina determinada para união de modo que o longo eixo do cilindro ficasse perpendicular à superfície dentinária (FIG. 2).

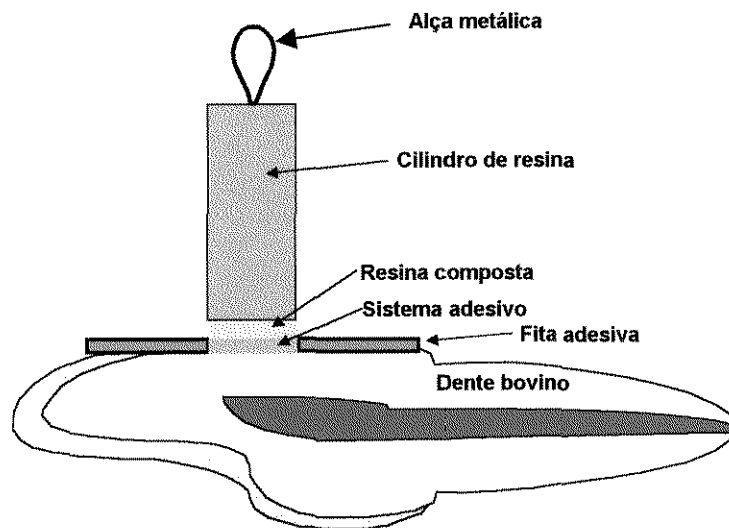


FIGURA 2 – Corpo-de-prova para o ensaio de tração

A fotoativação foi realizada durante 20 segundos em três posições na interface do cilindro. A unidade fotoativadora utilizada foi aparelho XL 2500 (3M) com intensidade de luz aferida em $600\text{mW}/\text{cm}^2$ conforme a leitura do radiômetro Demetron (modelo 100, Demetron). Os respectivos grupos para os sistemas adesivos utilizados e tempo decorrido após a união estão apresentados na TAB. 6.

TABELA 6

Divisão dos Grupos experimentais de acordo com os sistemas adesivos utilizados e tempo decorrido após a união.

Grupo	Sistema adesivo/Tempo
A (SBMUP 10 minutos)	ScotchBond Multi-Usso Plus / Tração após 10 minutos da união
B (SBMUP 24h)	ScotchBond Multi-Usso Plus / Tração após 24 horas da união
C (SB 10 minutos)	Single Bond / Tração após 10 minutos da união
D (SB 24h)	Single Bond / Tração após 24 horas da união
E (CLB 2V 10 minutos)	Clearfil Liner Bond 2V / Tração após 10 minutos da união
F (CLB 2V 24h)	Clearfil Liner Bond 2V / Tração após 24 horas da união
G (CSEB 10 minutos)	Clearfil SE Bond / Tração após 10 minutos da união
H (CSEB 24h)	Clearfil SE Bond / Tração após 24 horas da união

Os grupos A, C, E e G foram submetidos ao ensaio de tração aos 10 minutos decorridos a partir do início da polimerização e os grupos B, D, F e H foram armazenados em água destilada a 37° C durante 24h.

Decorrido o tempo de espera, 10 minutos ou 24h, os corpos-de-prova foram submetidos ao ensaio de tração em uma máquina de ensaio universal Instron (Instron Corporation, modelo 4411, Canton, MA) sob velocidade de 0,5mm/minuto. Para a realização do ensaio, uma garra metálica (FIG. 3-a) possuindo rolamento axial (FIG.3-b), foi fixada à haste metálica do dispositivo de tração (FIG. 3-c) acoplada ao mordente inferior da máquina de ensaio (FIG. 3-d). O corpo-de-prova foi

apoiado nesta garra metálica de modo que a alça do cilindro pudesse ser conectada, permitindo o ensaio de tração.

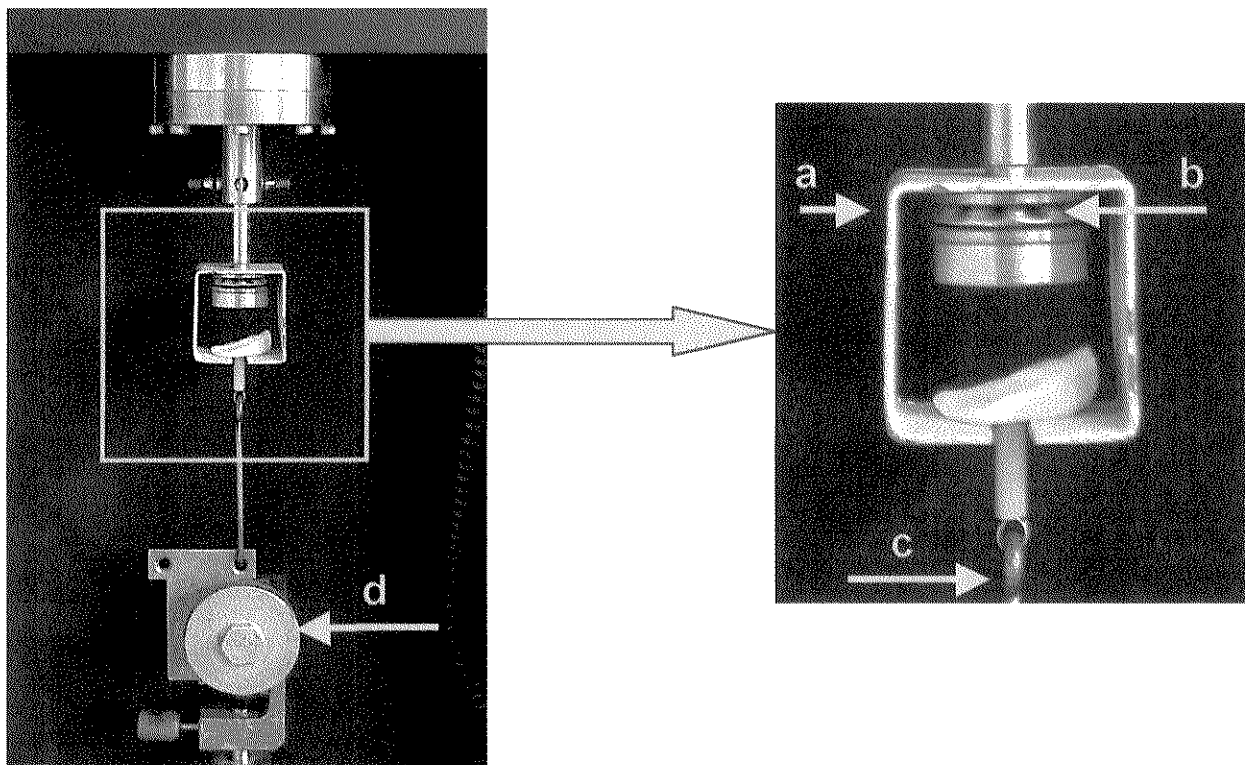


FIGURA 3 – Corpo-de-prova posicionado na máquina de ensaio universal para a realização do ensaio de tração (a- garra metálica; b- rolamento axial ; c- haste metálica; d- mordente inferior).

A resistência à tração foi calculada pela seguinte fórmula:

$$R_t = (F \times 9,807N) \div A$$

onde R_t é a Resistência de união à tração expressa em MPa; F , a força aplicada (Kgf); e A , a área de união (mm^2). Os valores obtidos em MPa foram submetidos à análise estatística.

Após o ensaio os cilindros de resina foram inseridos novamente na matriz de aço inoxidável (FIG. 1) e planificados através de desgaste com lixa de carbeto de silício de granulação 220 (Carborundum Abrasivos Ltda.), sob refrigeração à água, para remoção de resíduos do adesivo e/ou resina composta, para que fosse possível a utilização do cilindro em outro espécime.

4.2.3. – Análise da região de fratura e camada híbrida sob Microscopia Eletrônica de Varredura

Após a realização dos ensaios de resistência à tração, as superfícies dos dentes de cada grupo foram revestidas com liga de ouro-paládio, sob alto vácuo (Balzers–SCD 050, Germany), para observação em Microscopia Eletrônica de Varredura (LEO 435 VP, USA e JEOL, USA), com o objetivo de se verificar o tipo de falha ocorrida e a morfologia da região fraturada. A classificação estipulada para o tipo de falha foi a seguinte: 1: adesiva – Deslocamento do agente de união da superfície dentinária; 2: coesiva no adesivo/Camada Híbrida – Fratura no corpo da união adesivo/ camada híbrida; e 3: coesiva na dentina – Fratura no corpo da dentina.

Adicionalmente foram preparados três dentes da mesma forma como foi estabelecido para cada sistema adesivo para observação da interface dentina/resina composta. Assim, após a preparação foram seccionados com auxílio de um disco de diamante de dupla face acoplado a uma máquina para corte (South Bay Technology, California) sob refrigeração à água. As secções obtidas foram polidas em discos de feltro e pasta diamantada (Metadi II- Buehler, USA) com 6, 3, 1 e 1/4 μm , respectivamente. Entre cada granulação da pasta diamantada, as secções foram submetidas a limpeza em água destilada sob ultra-som durante 10 minutos.

Posteriormente as seções foram desmineralizadas com solução de ácido fosfórico a 50% (peso/volume) por 3 segundos e desproteinizadas em NaOCL a 1% por 10 minutos. As seções desidratadas foram dispostas individualmente em porta-amostras metálicos para a realização da cobertura com liga de ouro-paládio. A observação foi feita através de Microscopia Eletrônica de Varredura, onde foram verificadas características morfológicas como a espessura da zona de interdifusão dentina/ resina e a formação de prolongamentos resinosos para o interior do espaço criado pelos túbulos dentinários.

5 – RESULTADOS

5.1 - Ensaio de resistência à tração

O delineamento experimental utilizado neste estudo foi o de inteiramente ao acaso. Os valores obtidos no ensaio de resistência à tração entre a superfície dentinária e a resina composta, dentro dos vários tratamentos estão registrados nas TAB. 11 a 18 (ANEXOS). Os valores originais foram submetidos à análise de variância segundo esquema fatorial 4 X 2 (Material X Tempo) para os diversos grupos. De acordo com a TAB. 7, o fator material apresentou diferença estatisticamente significativa em nível de 5% de significância e os desdobramentos foram submetidos ao teste de Tukey. Os resultados estão apresentados na TAB. 8 e ilustrados na FIG. 4.

TABELA 7

Análise de variância para os valores de resistência à tração da união obtida entre a estrutura dentinária e sistemas adesivos empregando os diversos tratamentos

CAUSA DA VARIAÇÃO	G.L.	S.Q.	Q.M.	VALOR F	PROB.>F
MATERIAL	3	552,5680091	184,1893364	26,1131	0,00001
TEMPO	1	11,0772780	11,0772780	1,5705	0,21016
MAT*TEM	3	21,6166805	7,2055602	1,0216	0,38696
RESÍDUO	112	789,9937685	7,0535158		
TOTAL	119				

MÉDIA GERAL = 10,166500

COEFICIENTE DE VARIAÇÃO = 26,123%

TABELA 8

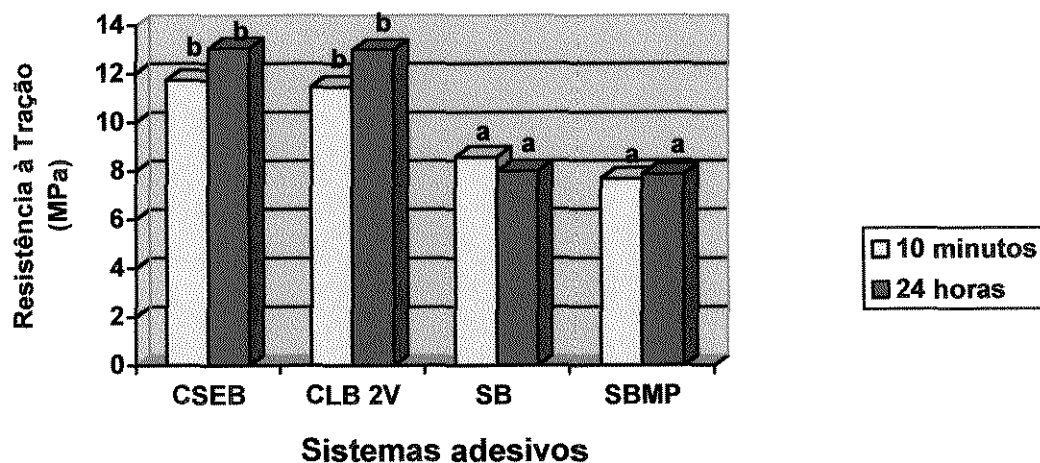
Médias originais de resistência à tração após a utilização dos sistemas adesivos nos períodos de 10 minutos e 24 horas (MPa) após polimerização.

MATERIAL	TEMPO	
	10 minutos	24 horas
SBMUP	7,69 (1,40) a A	7,86 (2,66) a A
SB	8,56 (2,98) a A	7,99 (2,13) a A
CLB 2V	11,46 (1,96) b B	12,97 (2,86) b B
CSEB	11,73 (3,01) b B	13,04 (3,57) b B

* Médias seguidas por letras minúsculas distintas na linha diferem entre si em nível de 5% de significância pelo Teste de Tukey

* Médias seguidas por letras maiúsculas distintas na coluna diferem entre si em nível de 5% de significância pelo Teste de Tukey

() Desvio Padrão



* Médias seguidas por letras distintas diferem entre si em nível de 5% (Teste de Tukey)

FIGURA 4 – Ilustração gráfica dos valores médios de resistência de união à tração (MPa) aos 10 minutos e 24 horas após polimerização.

De acordo com a TAB. 8 e FIG. 4, os valores médios de resistência de união não apresentaram diferença estatística significativa ($p < 0,05$), aos 10 minutos e 24 horas para todos os sistemas adesivos utilizados neste estudo. Também foi verificado que os valores médios de resistência de união registrados para os sistemas adesivos autocondicionantes Clearfil Liner Bond 2V e Clearfil SE Bond foram estatisticamente superiores ($p < 0,05$) em relação aos demais sistemas adesivos.

5.2 – Características morfológicas das superfícies fraturadas após o ensaio de tração

Na avaliação do tipo de fratura por meio da MEV, as fotomicrografias mostraram predominância de ocorrência de fratura do tipo coesiva no adesivo/camada híbrida para os Grupos onde foram avaliados os sistemas ScotchBond Multi-Usó e Single Bond aos 10 minutos e 24 horas (FIG. 5). Entretanto, três corpos-de-prova do sistema adesivo Single Bond apresentaram fratura coesiva em dentina no período de 10 minutos (FIG. 7) e no período de 24 horas. O sistema ScotchBond Multi-Usó apresentou este tipo de fratura também em três corpos-de-prova no período de 24 horas. Para os sistemas autocondicionantes Clearfil Liner Bond 2V e Clearfil SE Bond foi verificada a predominância de fraturas coesivas em dentina aos 10 minutos e 24 horas (FIG. 6). O Clearfil Liner Bond 2V também apresentou dois corpos-de-prova com fratura do tipo coesiva no adesivo/camada híbrida no período de 10 minutos e 24 horas de avaliação. Para o Clearfil SE seis corpos-de-prova apresentaram este padrão no período de 10 minutos e apenas um em 24 horas. A incidência do tipo de fratura em cada corpo-de-prova está descrita nas TAB. 9 e 10.

TABELA 9

Incidência dos tipos de fraturas nos Grupos avaliados aos 10 minutos

	Adesiva	Coesiva Adesivo/Camada Híbrida	Coesiva em dentina
SBMU (Grupo A)	0	15	0
SB (Grupo C)	0	12	03
CLB 2V (Grupo E)	0	02	13
CSEB (Grupo G)	0	06	09

TABELA 10

Incidência dos tipos de fraturas nos Grupos avaliados em 24 horas

	Adesiva	Coesiva Adesivo/Camada Híbrida	Coesiva em dentina
SBMU (Grupo B)	0	12	03
SB (Grupo D)	0	12	03
CLB 2V (Grupo F)	0	02	13
CSEB (Grupo H)	0	01	14

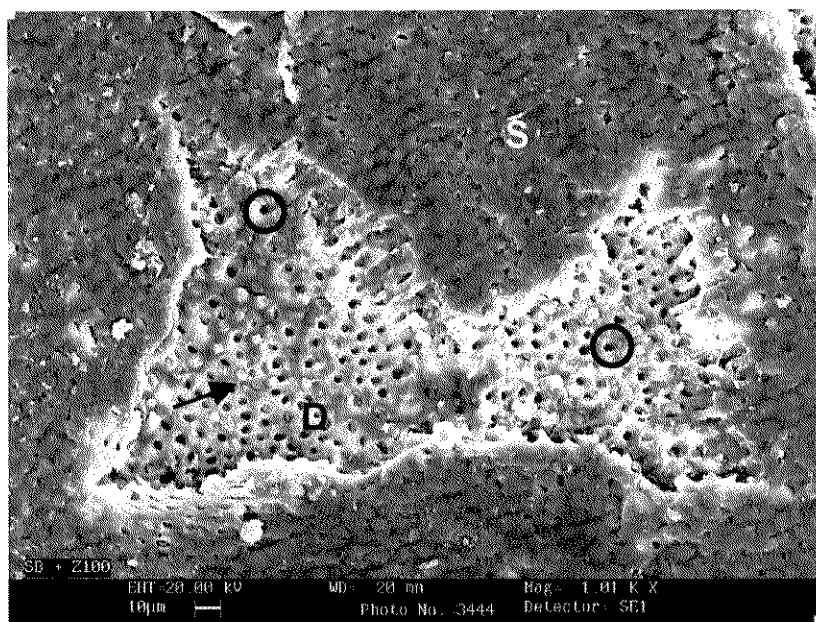


FIGURA 5 - Fotomicrografia ilustrando padrão de fratura do tipo coesiva no adesivo/Camada Híbrida predominante para os sistemas adesivos ScotchBond Multi-Uso e Single Bond nos períodos de 10 minutos e 24 horas. Notar que na área de fratura a dentina possui túbulos dentinários abertos (círculos) e preenchidos pelo adesivo (seta escura). S – adesivo; D – dentina.

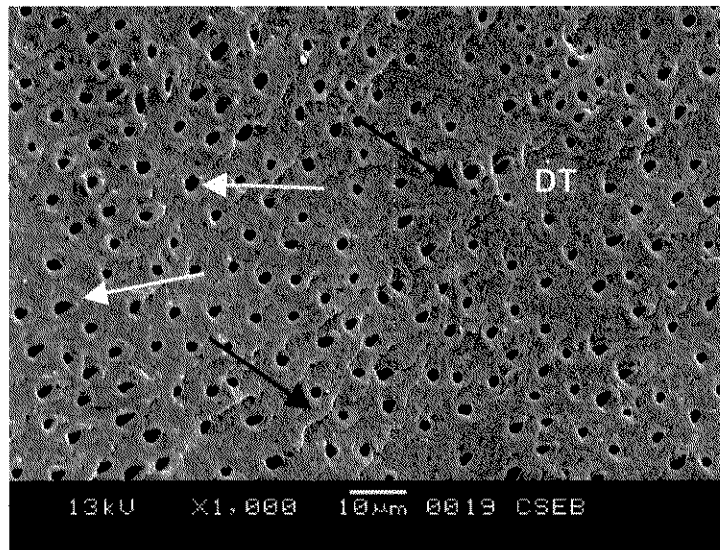


FIGURA 6 – Fotomicrografia evidenciando padrão de fratura coesiva em dentina ocorrida para os sistemas Clearfil Liner Bond 2V e Clearfil SE Bond. Notar que a região de ocorrência da fratura apresenta-se à semelhança de camadas estratificadas (setas). Túbulos dentinários abertos (seta clara); Dentina intertubular (DT).

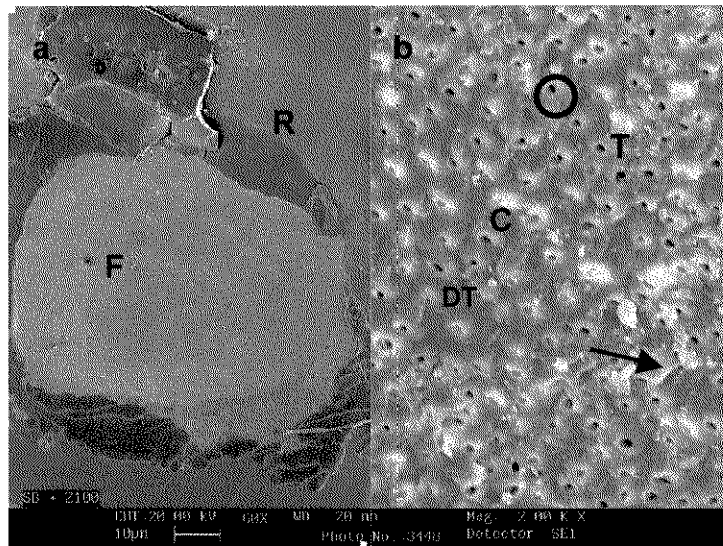


FIGURA 7 a e b - Fotomicrografias ilustrando fratura do tipo coesiva na dentina para o sistema adesivo Single Bond avaliado no período de 10 minutos. FIGURA a - região de fratura na área de união (F); Remanescente dental (R). FIGURA b – área de união em maior aumento mostrando a fratura coesiva em dentina (C); Túbulo dentinário (círculo); Dentina intertubular (DT); Resíduos do sistema adesivo (seta escura)

5.3 - Análise morfológica da Camada Híbrida

A observação das fotomicrografias na interface dentina/ resina demonstrou que houve interdifusão do monômero hidrófobo para o interior da rede de colágeno desmineralizada e conseqüente formação da camada híbrida.

Os sistemas adesivos ScotchBond Multi- Uso e Single Bond formaram camada de interdifusão de adesivo no interior da região desmineralizada pelo ácido fosfórico com espessura que variou entre 8 e 11 μ m. Também pode ser observado prolongamentos resinosos longos e cônicos decorrentes da penetração do adesivo no interior dos túbulos dentinários, além da presença de ramificações laterais (FIG. 8 e 9). No caso dos sistemas adesivos autocondicionantes, Clearfil Liner Bond 2V e Clearfil SE Bond formaram camadas de interdifusão do adesivo com menor espessura e que variou entre 1,5 a 3 μ m. Neste caso, os prolongamentos resinosos formados foram menores e com formato cilíndrico (FIG. 10 e 11).

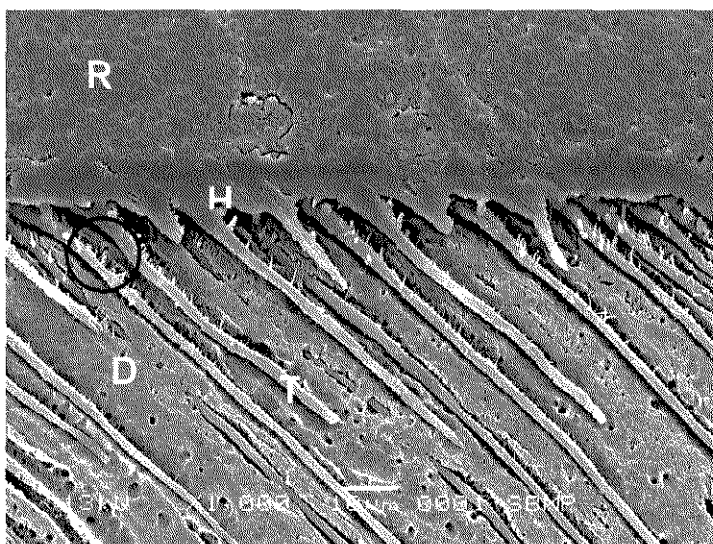


FIGURA 8 – Fotomicrografia evidenciando a interface resina/ dentina desmineralizada e desproteinizada após o tratamento com ScotchBond Multi-Us onde pode ser verificada a formação de prolongamentos resinosos longos e a infiltração de resina no espaço criado dentro pelos túbulos laterais secundários (círculo) - R- Resina Composta Z 100;H- Zona de interdifusão resina/ dentina ou Camada Híbrida; T- Prolongamentos resinosos; D- Dentina

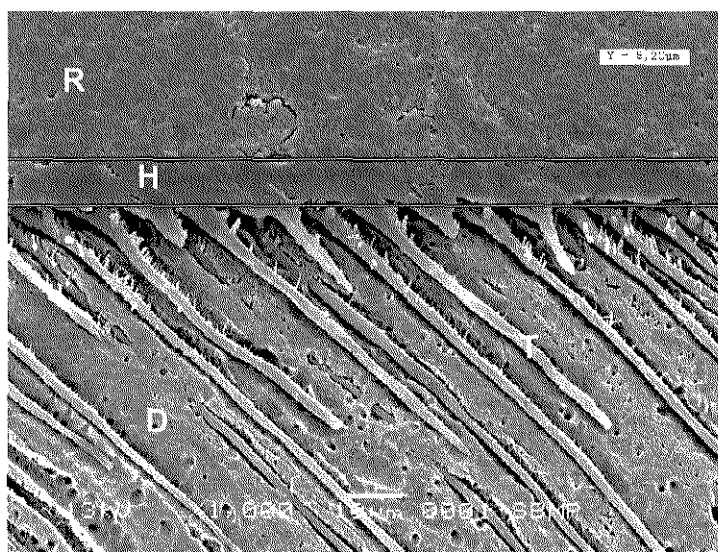


FIGURA 9 – Fotomicrografia evidenciando a interface resina/ dentina desmineralizada e desproteinizada após o tratamento com ScotchBond Multi-Us onde pode ser verificada a espessura da camada híbrida (8,2µm) - R- Resina Composta Z 100;H- Zona de interdifusão resina/ dentina ou Camada Híbrida; T- Prolongamentos resinosos; D- Dentina.

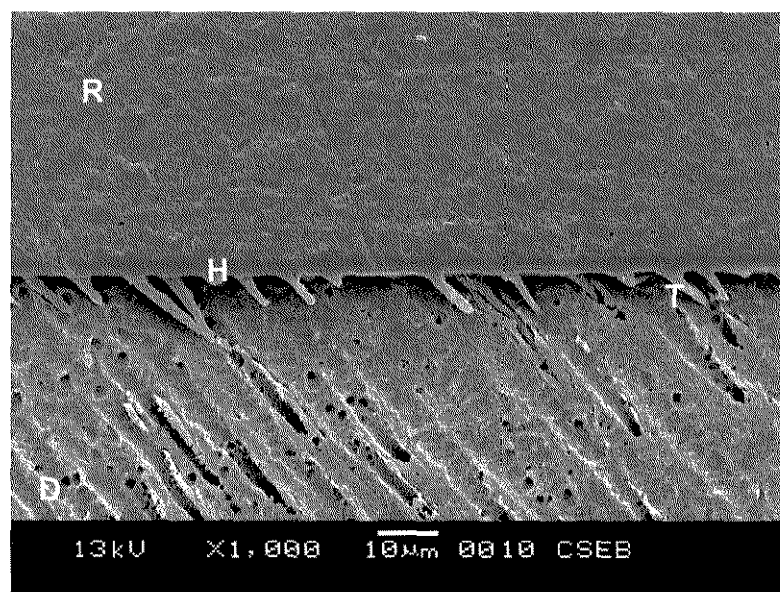


FIGURA 10 – Fotomicrografia mostrando a interface resina/ dentina desmineralizada e desproteínizada após o tratamento com Clearfil Liner Bond 2V, onde pode ser observado que há a formação de prolongamentos resinosos com menor comprimento e com maior diâmetro penetrando o interior dos túbulos dentinários - R- Resina Composta Z100; H -Zona de interdifusão resina/ dentina ou Camada Híbrida; T-Prolongamento resinoso; D - Dentina

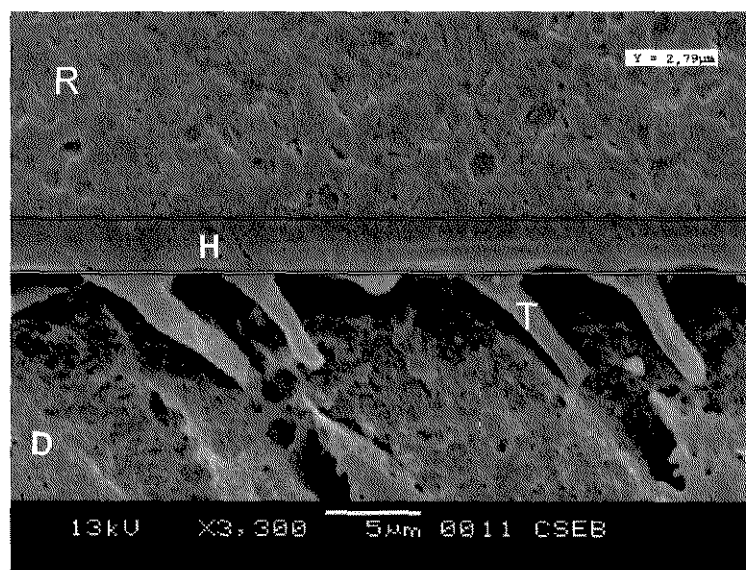


FIGURA 11 – Fotomicrografia mostrando a interface resina/ dentina desmineralizada e desproteínizada após o tratamento com Clearfil Liner Bond 2V, onde pode ser observada a espessura da camada híbrida (2,79µm) e a formação de prolongamentos resinosos com menor comprimento R- Resina Composta Z100; H -Camada Híbrida; T- Prolongamento resinoso; D - Dentina.

6 - DISCUSSÃO

Em consequência da incorporação dos conceitos da odontologia adesiva, na prática diária de procedimentos clínicos restauradores, tem se tornado cada vez mais freqüente a utilização de sistemas adesivos. Assim, os fabricantes de produtos odontológicos têm lançado novos sistemas adesivos que apresentam técnicas simplificadas na sua utilização sem alterar a composição básica.

De maneira geral, a dentina é previamente desmineralizada com ácido fosfórico em concentrações que variam entre 30 e 40% para criar condições para a interdifusão do adesivo para o interior da rede colágena. Neste momento em que as fibras colágenas estão suportadas pela água, o *primer* contendo monômeros hidrófilos e solvente deve ser aplicado para modificar a região com a remoção parcial momentânea da água entre as fibras do colágeno e ao mesmo tempo aumentar a energia de superfície da proteína e, assim facilitar o escoamento da resina adesiva para o interior dos túbulos dentinários e das microporosidades causadas pelo condicionamento ácido (ERICKSON, 1992). Os sistemas adesivos contidos em dois frascos têm mostrado bom desempenho em relação à resistência de união (PRATI *et al.*, 1998). Entretanto, tem sido questionada a eficiência dos sistemas contidos em um único frasco, principalmente em relação a capacidade de umedecimento. Como estes sistemas utilizam um balanceamento nas

concentrações entre os monômeros hidrófilos e hidrófobos de tal forma que no início o sistema seja mais fluido para exercer a função do *primer* e em seguida apresente uma maior viscosidade para a função de adesivo, qualquer alteração entre essas duas fases pode reduzir a capacidade de umedecimento e difusão do monômero para o interior da região desmineralizada, gerando assim deficiência na união (PRATI *et al.*, 1998).

Neste estudo os sistemas adesivos ScotchBond Multi- Uso cuja formulação utiliza dois frascos para o procedimento de união e o sistema Single Bond que contém a composição básica em um único frasco não apresentaram diferença estatisticamente significativa nos valores de resistência de união à tração quando foram comparados entre si (TAB. 8 e FIG. 4). Portanto, ficou demonstrada a capacidade de umedecimento e difusão dos monômeros para as duas formas de apresentação dos adesivos, e que a alteração no balanceamento das concentrações entre os monômeros hidrófilos e hidrófobos para um único frasco não prejudicou o desempenho do material. Isto também ficou claro na avaliação do tipo de ocorrência de fratura na região de união, onde para os dois sistemas adesivos foi observada prevalência de fratura coesiva no adesivo/camada híbrida.

Por outro lado, a capacidade de desmineralização da superfície dentinária por meio da utilização de um éster do ácido fosfórico incorporado a monômeros hidrófilos e hidrófobos formou a base para o conceito dos sistemas autocondicionantes. Neste estudo, o sistema Clearfil Liner Bond 2V e o Clearfil SE Bond apresentaram valores de resistência de união que não diferiram

estatisticamente entre si (TAB. 8). Novamente o balanceamento das concentrações monoméricas contidas em dois frascos foram mantidas quando contidas em um único frasco, sem alteração do desempenho. Isto também foi verificado no tipo fratura obtido para estes sistemas adesivos, que apresentaram prevalência de fratura coesiva na dentina (TAB. 9 e 10). Assim, partindo da hipótese de que a composição química de um material odontológico pode, de certa maneira, predizer o seu comportamento frente a um mesmo tratamento, isto talvez possa explicar a inexistência de diferença estatística significativa entre os sistemas autocondicionantes Clearfil Liner Bond 2V e Clearfil SE Bond e entre os sistemas convencionais Scotchbond Multi Uso e Single Bond. Além disso, o tipo de fratura no corpo da dentina ou no adesivo/camada híbrida, quando os espécimes foram sujeitos aos esforços de tração, pode ser um indicativo de que a resistência de união ficou próxima do limite necessário para prevenir a falha na união.

Segundo NAKABAYASHI *et al.* (1991) a efetiva união entre o sistema adesivo e a dentina deve estar estabelecida nos primeiros 10 minutos após o início da polimerização da interface resina/dentina por causa dos efeitos causados pela contração de polimerização da resina composta. A tensão gerada pela contração de polimerização da resina pode romper a interface entre a restauração e dentina produzindo fendas e como consequência infiltração marginal (DAVIDSON *et al.*, 1984). O presente estudo demonstrou que tanto os sistemas adesivos ScotchBond Multi-Uso e Single Bond como Clearfil Liner Bond 2V e Clearfil SE Bond apresentaram valores de resistência de união que não diferiram

estatisticamente quando foram avaliados aos 10 minutos e 24 horas após a polimerização (TAB.8). Isto é um indicativo de que a interface resina/dentina pode resistir às tensões decorrentes da contração de polimerização da resina composta e ao mesmo tempo ser capaz de suportar as forças mastigatórias, mesmo aquelas induzidas no momento em que é realizado o ajuste oclusal, independente do sistema utilizado.

Independentemente do tempo decorrido após a união, os sistemas autocondicionantes apresentaram predominância de fraturas coesivas na dentina (TAB. 9 e TAB. 10). VERSLUIS *et al.* (1997) e BRAGA *et al.* (2000) afirmaram que as fraturas coesivas em dentina estão relacionadas às características friáveis dos materiais envolvidos no estudo e devido a não uniformidade de distribuições de tensões durante o ensaio mecânico, onde a elevada concentração de tensões pode iniciar uma fratura coesiva a partir de trincas formadas na dentina. Como a utilização de ensaio de tração possibilita maior uniformidade de distribuições de tensões durante o ensaio mecânico, a predominância de fraturas coesivas em dentina para os sistemas autocondicionantes parece não ter sido em função da metodologia empregada neste estudo, mas provavelmente foi em decorrência da capacidade de umedecimento e interação com a superfície dentinária do monômero MDP, conforme verificado por estudos prévios de HAYAKAWA *et al.*, 1998; HARADA *et al.*, 2000; TANUMIHARJA *et al.*, 2000). Este componente é um monômero ácido, que não remove completamente a *smear layer* mas é capaz de desmineralizar a dentina. Além disso, causa dissolução mínima dos *smear plugs*, produzindo abertura limitada dos túbulos dentinários o que reduz a permeabilidade

dentinária (PERDIGÃO & LOPES, 1999; HARADA *et al.*, 2000). Dessa forma, a rede de colágeno se torna permeável para a infiltração do monômero hidrófilo e formação da camada híbrida que geralmente se apresenta com menor espessura (PERDIGÃO & LOPES, 1999). As fotomicrografias da região de interface entre dentina-adesivo confirmaram, neste estudo, a menor espessura da camada híbrida. Os sistemas autocondicionantes Clearfil Liner Bond 2V e Clearfil SE Bond apresentaram camada híbrida com espessura entre 1,5 a 3 μ m (FIG. 10 e 11). Por causa desta espessura delgada, a deformação na interface adesivo/ dentina é menor e não consegue absorver os esforços mecânicos decorrentes do processo de mastigação. Com isto não consegue equilibrar as diferenças entre o módulo de elasticidade da dentina e do material restaurador. A consequência foi a ocorrência de rompimento no corpo da dentina.

No caso dos sistemas ScotchBond Multi-Usado e Single Bond, a espessura da camada híbrida variou entre 8 e 11 μ m (FIG. 8 e 9). Essa maior espessura em relação aos sistemas autocondicionantes conferiu à interface de união maior capacidade de deformação para compensar as diferenças entre os valores de módulo de elasticidade da dentina e material restaurador. Isto resultou na predominância de fraturas coesivas em adesivo/ camada híbrida nos ensaios de tração. VAN MEERBEEK *et al.* (1993) e PERDIGÃO *et al.* (1997) também demonstraram a formação de camadas híbridas com maior espessura quando avaliaram os sistemas adesivos ScotchBond Multi-Usado e Single Bond e que a

maior espessura tem a capacidade de absorver os esforços induzidos durante o ensaio mecânico.

Do mesmo modo que ocorreu com os sistemas autocondicionantes, verificou-se que não houve diferença estatística significativa aos 10 minutos e 24 horas entre os valores de resistência de união entre os sistemas adesivos ScotchBond Multi-Usado e Single Bond. No caso do sistema ScotchBond Multi-Usado isto foi verificado por PRICE & HALL (1999). Entretanto, PRICE & HALL (1999) quando avaliaram o Single Bond verificaram aumento significativo no valor de resistência de união ao cisalhamento no período de 24 horas. Justificaram esse resultado citando o maior desenvolvimento da reação química para aumentar o valor de união entre o adesivo e a camada híbrida na superfície dentinária e a resina. Citaram ainda a mudança do padrão de fratura ocorrido aos 10 minutos em relação às 24 horas, onde observaram um aumento do número de fraturas mistas e coesivas no adesivo para o período de 24 horas. No entanto, neste estudo, tanto o sistema adesivo Single Bond, como o ScotchBond Multi-Usado apresentaram predominância de fraturas do tipo coesiva no adesivo/ camada híbrida (TAB. 9 e 10), independentemente do tempo decorrido após a união, e os valores de resistência não apresentaram diferença estatisticamente significativa entre si. Esta discordância nos resultados parece estar relacionada com o tipo de ensaio mecânico utilizado nos dois estudos. Enquanto PRICE & HALL (1999) avaliaram a resistência de união pelo ensaio de cisalhamento, este estudo utilizou o ensaio de tração. A diferença entre os dois tipos de ensaios mecânicos está na uniformidade da distribuição das tensões produzida durante o ensaio de tração,

enquanto que no cisalhamento existe sempre a formação de um momento fletor e um processo de clivagem que antecede a desunião entre o substrato dentinário e o adesivo (VERSLUIS *et al.*, 1997).

De maneira geral este estudo demonstrou que a espessura da camada híbrida não é um fator determinante para os valores de resistência de união, mas é importante no processo de absorção dos esforços de tensão induzidos durante a mastigação. Além disso, a alteração na concentração dos monômeros hidrófilos e hidrófobos para serem contidos em um único frasco e simplificar a técnica de aplicação, não prejudicou o desempenho dos adesivos convencionais ou autocondicionantes. Adicionalmente, a resistência de união entre os adesivos avaliados atingiu o seu limite no período de 10 minutos, o que assegura a qualidade de união imediatamente após o procedimento restaurador.

7 - CONCLUSÃO

1 – Os valores médios de resistência de união à tração dos sistemas adesivos não diferiram estatisticamente entre si ($p < 0,05$) em 10 minutos e 24 horas.

2 - Os sistemas adesivos autocondicionantes, Clearfil Liner Bond 2V e Clearfil SE Bond, apresentaram os maiores valores de resistência de união, sendo estatisticamente superiores ($p < 0,05$) aos grupos de Single Bond e ScotchBond Multi-Use Plus nos períodos de 10 minutos e 24 horas.

3- As fotomicrografias realizadas na interface fraturada revelaram predominância de fraturas coesivas em adesivo/ Camada Híbrida para os grupos dos sistemas adesivos ScotchBond Multi- Use Plus e Single Bond aos 10 minutos e 24 horas. Nos grupos de Clearfil Liner Bond 2V e Clearfil SE Bond houve predominância de fraturas coesivas em dentina para os dois períodos.

4- Os sistemas adesivos convencionais ScotchBond Multi-Use e Single Bond, e os sistemas autocondicionantes Clearfil Liner Bond 2V e Clearfil SE Bond, apresentaram zonas de interdifusão resina/ dentina com características morfológicas distintas, tanto em relação à espessura quanto na formação dos prolongamentos resinosos decorrentes da penetração do adesivo nos espaços relativos aos túbulos dentinários.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS*

- BOWEN, R.L. Properties of silica-reinforced polymer for dental restorations. **J. Am. dent. Ass.**, Chicago, v.66, n.1, p.57-64, Jan. 1963.
- BRAGA, R.R., CESAR, P.F., GONZAGA, C.C. Tensile bond strength of filled and unfilled adhesives to dentin. **Am. J. Dent.**, San Antonio, v.13, n.3, p.73-76, Apr. 2000.
- BRÄNNSTRÖM, M. The cause of postrestorative sensivity and its prevention. **J. End.**, Baltimore, v. 12, n. 10, p.475 – 481, Oct. 1986.
- BUONOCORE, M.G. A simple method of increasing the adhesion of acrylic filling materials to enamel surfaces. **J. dent. Res.**, Washington, v.34, n.6, p.849-853, Dec. 1955.
- _____, WILEMAN, M.S., BRUDEVOLD, F. A report on a resin composition capable of bonding to human dentin surfaces. **J. dent. Res.**, Washington, v.35, n.6, p.846-851, Dec. 1956.
- BURROW, M.F. *et al.* Early tensile bond strengths of several enamel and dentin bonding systems. **J. dent. Res.**, Washington, v.73, n.2, p.522-528, Feb. 1994.
- DAVIDSON, C.L., DE GEE, A.J., FEILZER, A. The competition between the composite-dentin bond strength and the polymerization contraction stress. **J. dent. Res.**, Washington, v.63, n.12, p.1396-1399, Dec. 1984.

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

- ERICKSON, R.L. Surface interactions of dentin adhesive materials. **Operative Dent.**, Seattle, v.20, n.5, p.81-94, July 1992.
- FERRARI, M. *et al.* Dentin infiltration by three adhesive systems in clinical and laboratory conditions. **Am. J. Dent.**, San Antonio, v.9, n.6, p.240-244, Dec. 1996.
- FUSAYAMA, T. *et al.* Non-pressure adhesion of a new adhesive restorative resin. **J. dent. Res.**, Washington, v.58, n.4, p.1364-1370, Apr. 1979.
- DE GOES, M.F. Evolução dos sistemas adesivos da 1ª. à 5ª geração. **Dent. Gaúcho**, São Paulo, v.4, n.3, 1997. [Guia de Compras]
- HARADA, N. *et al.* Tensile bond strength of a newly developed one-bottle self etching resin bonding system to various dental substrates. **Dent. Japan**, Tokyo, v.36, n.1, p.47-53, Mar. 2000.
- HAYAKAWA, T. *et al.* Influence of self-etching primer treatment on the adhesion of resin composite to polished dentin and enamel. **Dent. Mat.**, Washington, v.14, n.2, p.99-105, Mar. 1998.
- NAKABAYASHI, N., KOJIMA, K., MASUHARA, E. The promotion of adhesion by the infiltration of monomers into tooth substrates. **J. Biomed. Mater. Res.**, New York, v.16, n.2, p.265-273, Apr. 1982.
- NAKABAYASHI, N., NAKAMURA, M., YASUDA, N. Hybrid layer as a dentin-bonding mechanism. **J. esthet. Dent.**, Ontario, v.3, n.4, p.133-138, July/Aug. 1991.

PERDIGÃO, J., RAMOS, J., LAMBRECHTS, P. *In vitro* interfacial relationship between human dentin and one-bottle dental adhesives. **Dent. Mat.**, Washington, v.13, n.4, p.218-227, July 1997.

_____, LOPES, M. Dentin bonding – questions for the new millennium. **J. Adhes. Dent.**, Berlin, v.1, n.3, p.191-209, July 1999.

_____, *et al.* The effect of depth of dentin demineralization on bond strengths and morphology of hybrid layer. **Operative Dent.**, Seattle, v.20, n.3, p.186-194, May/June 2000.

PRATI, C. *et al.* Resin infiltrated dentin layer formation of new bonding systems. **Operative Dent.**, Seattle, v.20, n.4, p.185-194, July/Aug. 1995.

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

TANUMIHARJA, M., BURROW, M. F., TYAS, M. J. Microtensile bond strengths of seven dentin adhesive systems. **Dent. Mat.**, Washington, Oxford, v.16, n. 5, p.180- 187, May 2000. -

VAN MEERBEEK, B. *et al.* Assessment by nano-indentation of the hardness and elasticity of the resin-dentin bonding area. **J. dent. Res.**, Washington, v.72, n.10, p.1434-1442, Oct. 1993

VERSLUIS, A. *et al.* Why do shear bond tests pull out dentin? **J. dent. Res.**, Washington, v.76, n.6, p.1298-1307, June 1997.

WATANABE, I. *et al.* Bonding to ground dentin by a phenyl-P self-etching primer. **J. dent. Res.**, Washington, v.73, n.6, p.1212-1220, June 1994.

ANEXOS

TABELA 11

Resultados dos ensaios de tração em MPa e tipo de fratura ocorrida para o Material ScotchBond Multi-Usa aos 10 minutos

Amostra	MPa	Tipo de Fratura
1	04,7863	Coesiva no adesivo/Camada Híbrida
2	06,3480	Coesiva no adesivo/Camada Híbrida
3	08,8700	Coesiva no adesivo/Camada Híbrida
4	09,8928	Coesiva no adesivo/Camada Híbrida
5	09,8928	Coesiva no adesivo/Camada Híbrida
6	06,9804	Coesiva no adesivo/Camada Híbrida
7	08,3000	Coesiva no adesivo/Camada Híbrida
8	07,3474	Coesiva no adesivo/Camada Híbrida
9	08,2453	Coesiva no adesivo/Camada Híbrida
10	08,4561	Coesiva no adesivo/Camada Híbrida
11	06,7852	Coesiva no adesivo/Camada Híbrida
12	06,6056	Coesiva no adesivo/Camada Híbrida
13	08,5811	Coesiva no adesivo/Camada Híbrida
14	06,4573	Coesiva no adesivo/Camada Híbrida
15	07,8862	Coesiva no adesivo/Camada Híbrida

TABELA 12

Resultados dos ensaios de tração em MPa para o Material ScotchBond Multi-Usa em 24 horas

Amostra	MPa	Tipo de Fratura
1	04,4350	Coesiva no adesivo/Camada Híbrida
2	09,9006	Coesiva no adesivo/Camada Híbrida
3	10,0334	Coesiva em dentina
4	13,1723	Coesiva em dentina
5	06,2152	Coesiva no adesivo/Camada Híbrida
6	11,4232	Coesiva em dentina
7	04,6302	Coesiva no adesivo/Camada Híbrida
8	07,3942	Coesiva no adesivo/Camada Híbrida
9	10,7283	Coesiva no adesivo/Camada Híbrida
10	07,7768	Coesiva no adesivo/Camada Híbrida
11	07,1522	Coesiva no adesivo/Camada Híbrida
12	05,6921	Coesiva no adesivo/Camada Híbrida
13	07,4489	Coesiva no adesivo/Camada Híbrida
14	07,5036	Coesiva no adesivo/Camada Híbrida
15	04,5443	Coesiva no adesivo/Camada Híbrida

TABELA 13

Resultados dos ensaios de tração em MPa para o Material Single Bond aos
10 minutos

Amostra	MPa	Tipo de Fratura
1	12,3602	Coesiva no adesivo/Camada Híbrida
2	04,5443	Coesiva no adesivo/Camada Híbrida
3	04,4584	Coesiva no adesivo/Camada Híbrida
4	06,7462	Coesiva no adesivo/Camada Híbrida
5	07,3942	Coesiva no adesivo/Camada Híbrida
6	09,1979	Coesiva em dentina
7	14,3513	Coesiva em dentina
8	12,7428	Coesiva no adesivo/Camada Híbrida
9	09,2838	Coesiva no adesivo/Camada Híbrida
10	07,1131	Coesiva no adesivo/Camada Híbrida
11	05,1924	Coesiva no adesivo/Camada Híbrida
12	09,6039	Coesiva no adesivo/Camada Híbrida
13	08,5420	Coesiva no adesivo/Camada Híbrida
14	10,1661	Coesiva em dentina
15	06,8008	Coesiva no adesivo/Camada Híbrida

TABELA 14

Resultados dos ensaios de tração em MPa para o Material Single Bond em
24 horas.

Amostra	MPa	Tipo de Fratura
1	09,2057	Coesiva no adesivo/Camada Híbrida
2	07,0663	Coesiva no adesivo/Camada Híbrida
3	04,8566	Coesiva no adesivo/Camada Híbrida
4	09,7289	Coesiva no adesivo/Camada Híbrida
5	07,8471	Coesiva no adesivo/Camada Híbrida
6	07,7768	Coesiva em dentina
7	04,8644	Coesiva no adesivo/Camada Híbrida
8	12,5632	Coesiva em dentina
9	08,7372	Coesiva no adesivo/Camada Híbrida
10	06,5588	Coesiva no adesivo/Camada Híbrida
11	05,4344	Coesiva no adesivo/Camada Híbrida
12	08,7997	Coesiva no adesivo/Camada Híbrida
13	08,7841	Coesiva no adesivo/Camada Híbrida
14	10,5565	Coesiva em dentina
15	07,2459	Coesiva no adesivo/Camada Híbrida

TABELA 15

Resultados dos ensaios de tração em MPa para o Material Clearfil Liner Bond 2V aos 10 minutos.

Amostra	MPa	Tipo de Fratura
1	13,2347	Coesiva em dentina
2	11,2358	Coesiva em dentina
3	12,5008	Coesiva em dentina
4	12,5320	Coesiva em dentina
5	10,2676	Coesiva em dentina
6	11,2046	Coesiva em dentina
7	11,5794	Coesiva em dentina
8	08,5811	Coesiva no adesivo/Camada Híbrida
9	11,7512	Coesiva em dentina
10	11,4049	Coesiva em dentina
11	09,2135	Coesiva em dentina
12	08,7372	Coesiva no adesivo/Camada Híbrida
13	14,0936	Coesiva em dentina
14	15,6084	Coesiva em dentina
15	10,0178	Coesiva em dentina

TABELA 16

Resultados dos ensaios de tração em MPa para o Material Clearfil Liner Bond 2V em 24 horas.

Amostra	MPa	Tipo de Fratura
1	15,5615	Coesiva em dentina
2	13,1566	Coesiva em dentina
3	08,9481	Coesiva em dentina
4	17,5995	Coesiva em dentina
5	09,8226	Coesiva em dentina
6	17,1544	Coesiva em dentina
7	09,6664	Coesiva em dentina
8	13,9531	Coesiva no adesivo/Camada Híbrida
9	13,5236	Coesiva em dentina
10	11,9230	Coesiva em dentina
11	16,5844	Coesiva em dentina
12	09,6508	Coesiva no adesivo/Camada Híbrida
13	14,0858	Coesiva em dentina
14	11,7356	Coesiva em dentina
15	11,3139	Coesiva em dentina

TABELA 17

Resultados dos ensaios de tração em MPa para o Material Clearfil SE Bond aos 10 minutos.

Amostra	MPa	Tipo de Fratura
1	13,28	Coesiva no adesivo/Camada Híbrida
2	15,55	Coesiva em dentina
3	09,86	Coesiva no adesivo/Camada Híbrida
4	15,73	Coesiva em dentina
5	08,39	Coesiva em dentina
6	09,39	Coesiva em dentina
7	15,33	Coesiva no adesivo/Camada Híbrida
8	11,78	Coesiva no adesivo/Camada Híbrida
9	10,97	Coesiva em dentina
10	07,02	Coesiva em dentina
11	11,13	Coesiva em dentina
12	14,59	Coesiva no adesivo/Camada Híbrida
13	15,10	Coesiva em dentina
14	07,62	Coesiva no adesivo/Camada Híbrida
15	10,32	Coesiva em dentina

TABELA 18

Resultados dos ensaios de tração em MPa para o Material Clearfil SE Bond em 24 horas.

Amostra	MPa	Tipo de Fratura
1	18,93	Coesiva em dentina
2	08,99	Coesiva em dentina
3	10,87	Coesiva em dentina
4	12,19	Coesiva em dentina
5	19,14	Coesiva em dentina
6	12,56	Coesiva em dentina
7	15,47	Coesiva em dentina
8	17,07	Coesiva em dentina
9	07,31	Coesiva no adesivo/Camada Híbrida
10	09,92	Coesiva em dentina
11	10,20	Coesiva em dentina
12	12,84	Coesiva em dentina
13	13,97	Coesiva em dentina
14	10,76	Coesiva em dentina
15	15,47	Coesiva em dentina

SANEST – SISTEMA DE ANÁLISE ESTATÍSTICA
 Autores: Elio Paulo Zonta – Amauri Almeida Machado
 Instituto Agrônomo de Campinas – IAC
 Análise da Variável Teste – Arquivo: Márcia

CÓDIGO DO PROJETO: TESE
RESPONSÁVEL: MÁRCIA

DELINEAMENTO EXPERIMENTAL: TRAÇÃO

OBSERVAÇÕES NÃO TRANSFORMADAS

NOME DOS FATORES

FATOR	NOME
A	MATERIAL
B	TEMPO

CAUSAS DA VARIÇÃO	G.L	S.Q	Q.M	VALOR F	PROB.>F
MATERIAL	3	552,5680091	184,1893364	26,1131	0,00001
TEMPO	1	11,0772780	11,0772780	1,5705	0,21016
MAT*TEMP	3	21,6166805	7,2055602	1,0216	0,38696
RESÍDUO	112	789,9937685	7,0535158		
TOTAL	119	1375,2557361			

MÉDIA GERAL = 10,166500
 COEFICIENTE DE VARIAÇÃO = 26,123%

TESTE DE TUKEY PARA MÉDIAS DE MATERIAL

NUM.ORDEM	NUM. TRAT.	NOME	NUM. REPET	MÉDIAS	MÉDIAS ORIGINAIS	5%	1%
1	4	SEBOND	30	12,391666	12,391666	a	A
2	3	LINERBON	30	12,216666	12,216666	a	A
3	1	SINGLE	30	8,279000	8,279000	b	B
4	2	SBMU	30	7,778666	7,778666	b	B

Médias seguidas por letras distintas diferem entre si ao nível de significância indicado.
 D.M.S. 5% = 1,78197 - D.M.S. 1% = 2,16745

TESTE DE TUKEY PARA MÉDIAS DE MATERIAL
DENTRO DE 10 MIN DO FATOR TEMPO

NUM.ORDEM	NUM. TRAT.	NOME	NUM. REPET	MÉDIAS	MÉDIAS ORIGINAIS	5%	1%
1	4	SEBOND	15	11,73733	11,73733	a	A
2	3	LINERBON	15	11,45933	11,45933	a	AB
3	1	SINGLE	15	8,562667	8,562667	b	BC
4	2	SBMU	15	7,691332	7,691332	b	C

TESTE DE TUKEY PARA MÉDIAS DE MATERIAL
DENTRO DE 24 HORAS DO FATOR TEMPO

NUM.ORDEM	NUM. TRAT.	NOME	NUM. REPET	MÉDIAS	MÉDIAS ORIGINAIS	5%	1%
1	4	SEBOND	15	13,04599	13,04599	a	A
2	3	LINERBON	15	12,97399	12,97399	a	A
3	1	SINGLE	15	7,995334	7,995334	b	B
4	2	SBMU	15	7,866000	7,866000	b	B

Médias seguidas por letras distintas diferem entre si ao nível de significância indicado.

D.M.S. 5% = 2,52008 - D.M.S. 1% = 3,06524

TESTE DE TUKEY PARA MÉDIAS DE TEMPO

NUM.ORDEM	NUM. TRAT.	NOME	NUM. REPET	MÉDIAS	MÉDIAS ORIGINAIS	5%	1%
1	2	24 HORAS	60	10,470333	10,470333	a	A
2	1	10 MIN	60	9,862666	9,862666	a	A

Médias seguidas por letras distintas diferem entre si ao nível de significância indicado.

D.M.S. 5% = 0,95695 - D.M.S. 1% = 1,26244

**TESTE DE TUKEY PARA MÉDIAS DE TEMPO
DENTRO DE SINGLE DO FATOR MATERIAL**

NUM.ORDEM	NUM. TRAT.	NOME	NUM. REPET	MÉDIAS	MÉDIAS ORIGINAIS	5%	1%
1	2	10 MIN	15	8,562667	8,562667	a	A
2	1	24 HORAS	15	7,995334	7,995334	a	A

**TESTE DE TUKEY PARA MÉDIAS DE TEMPO
DENTRO DE SBMU DO FATOR MATERIAL**

NUM.ORDEM	NUM. TRAT.	NOME	NUM. REPET	MÉDIAS	MÉDIAS ORIGINAIS	5%	1%
1	2	24 HORAS	15	7,866000	7,866000	a	A
2	1	10 MIN	15	7,691332	7,691332	a	A

**TESTE DE TUKEY PARA MÉDIAS DE TEMPO
DENTRO DE LINERBON DO FATOR MATERIAL**

NUM.ORDEM	NUM. TRAT.	NOME	NUM. REPET	MÉDIAS	MÉDIAS ORIGINAIS	5%	1%
1	2	24 HORAS	15	12,973999	12,973999	a	A
2	1	10 MIN	15	11,459333	11,459333	a	A

**TESTE DE TUKEY PARA MÉDIAS DE TEMPO
DENTRO DE SEBON DO FATOR MATERIAL**

NUM.ORDEM	NUM. TRAT.	NOME	NUM. REPET	MÉDIAS	MÉDIAS ORIGINAIS	5%	1%
1	2	24 HORAS	15	13,045999	13,045999	a	A
2	1	10 MIN	15	11,737333	11,737333	a	A

Médias seguidas por letras distintas diferem entre si ao nível de significância indicado.
D.M.S. 5% =1,91389 - D.M.S. 1% = 2,52488

**ANÁLISE FIXANDO O NÍVEL SBMU DO FATOR MATERIAL E NÍVEL 10
MINUTOS DO FATOR TEMPO**

ESTATÍSTICAS	TESTE
NUM. OBS	15
VALOR MIN.	4,780000
VALOR MAX.	9,890000
AMPLITUDE	5,110000
TOTAL	115,370003
MÉDIA	7,691333
VARIÂNCIA	1,973126
D. PADRÃO	1,404680
D. P. MEDIA	0,362687
COEF. VAR. %	18,263155
COEF. ASSIM.	-0,189022
COEF. CURT.	2,551147
MEDIANA	7,880000
QUARTIL INF.	6,600000
QUARTIL SUP	8,580000
IC 5% L.S.	8,467484
IC 5% L.I.	6,915184
IC 1% L.S.	8,772141
IC 1% L.I.	6,610527

ANÁLISE FIXANDO O NÍVEL SBMU DO FATOR MATERIAL E NÍVEL 24 HORAS DO FATOR TEMPO

ESTATÍSTICAS	TESTE
NUM. OBS	15
VALOR MIN.	4,430000
VALOR MAX.	13,170000
AMPLITUDE	8,740000
TOTAL	117,989998
MÉDIA	7,866000
VARIÂNCIA	7,114996
D. PADRÃO	2,667395
D. P. MEDIA	0,688718
COEF. VAR. %	33,910439
COEF. ASSIM.	0,425448
COEF. CURT.	2,204289
MEDIANA	7,440000
QUARTIL INF.	5,690000
QUARTIL SUP	10,030000
IC 5% L.S.	9,339858
IC 5% L.I.	6,392143
IC 1% L.S.	9,918381
IC 1% L.I.	5,813619

ANÁLISE FIXANDO O NÍVEL SINGLE DO FATOR MATERIAL E NÍVEL 10 MINUTOS DO FATOR TEMPO

ESTATÍSTICAS	TESTE
NUM. OBS	15
VALOR MIN.	4,450000
VALOR MAX.	14,350000
AMPLITUDE	9,900001
TOTAL	128,440002
MÉDIA	8,562667
VARIÂNCIA	8,877463
D. PADRÃO	2,979507
D. P. MEDIA	0,769305
COEF. VAR. %	34,796486
COEF. ASSIM.	0,385929
COEF. CURT.	2,278824
MEDIANA	8,540000
QUARTIL INF.	6,740000
QUARTIL SUP	10,160000
IC 5% L.S.	10,208981
IC 5% L.I.	10,855197
IC 1% L.S.	6,270137
IC 1% L.I.	10,855197

ANÁLISE FIXANDO O NÍVEL SINGLE DO FATOR MATERIAL E NÍVEL 24 HORAS DO FATOR TEMPO

ESTATÍSTICAS	TESTE
NUM. OBS	15
VALOR MIN.	4,850000
VALOR MAX.	12,560000
AMPLITUDE	7,710001
TOTAL	119,930000
MÉDIA	7,995333
VARIÂNCIA	4,534913
D. PADRÃO	2,129533
D. P. MEDIA	0,549843
COEF. VAR. %	26,634703
COEF. ASSIM.	0,282797
COEF. CURT.	2,724148
MEDIANA	7,840000
QUARTIL INF.	6,550000
QUARTIL SUP	9,20000
IC 5% L.S.	9,171998
IC 5% L.I.	6,818669
IC 1% L.S.	9,633866
IC 1% L.I.	6,356801

**ANÁLISE FIXANDO O NÍVEL LINERBON DO FATOR MATERIAL E NÍVEL
10 MINUTOS DO FATOR TEMPO**

ESTATÍSTICAS	TESTE
NUM. OBS	15
VALOR MIN.	8,580000
VALOR MAX.	15,600000
AMPLITUDE	7,020001
TOTAL	171,889999
MÉDIA	11,459333
VARIÂNCIA	3,856322
D. PADRÃO	1,963752
D. P. MEDIA	0,507039
COEF. VAR. %	17,136704
COEF. ASSIM.	0,358767
COEF. CURT.	2,627062
MEDIANA	11,400000
QUARTIL INF.	10,010000
QUARTIL SUP	12,530000
IC 5% L.S.	12,544396
IC 5% L.I.	10,374270
IC 1% L.S.	12,970308
IC 1% L.I.	9,948359

**ANÁLISE FIXANDO O NÍVEL LINERBON DO FATOR MATERIAL E NÍVEL
24 HORAS DO FATOR TEMPO**

ESTATÍSTICAS	TESTE
NUM. OBS	15
VALOR MIN.	8,940000
VALOR MAX.	17,590000
AMPLITUDE	8,650001
TOTAL	194,610001
MÉDIA	12,974000
VARIÂNCIA	8,187269
D. PADRÃO	2,861340
D. P. MEDIA	0,738795
COEF. VAR. %	22,054419
COEF. ASSIM.	0,189259
COEF. CURT.	1,817825
MEDIANA	13,150000
QUARTIL INF.	9,820000
QUARTIL SUP	15,560000
IC 5% L.S.	14,555021
IC 5% L.I.	11,392979
IC 1% L.S.	15,175609
IC 1% L.I.	10,772391

ANÁLISE FIXANDO O NÍVEL **SEBOND DO FATOR MATERIAL E NÍVEL
10 MINUTOS DO FATOR TEMPO**

ESTATÍSTICAS	TESTE
NUM. OBS	15
VALOR MIN.	7,020000
VALOR MAX.	15,730000
AMPLITUDE	8,709999
TOTAL	176,059998
MÉDIA	11,737333
VARIÂNCIA	9,115935
D. PADRÃO	3,019261
D. P. MEDIA	0,779570
COEF. VAR. %	25,723568
COEF. ASSIM	-0,013437
COEF. CURT.	1,645921
MEDIANA	11,130000
QUARTIL INF.	9,390000
QUARTIL SUP	15,100000
IC 5% L.S.	13,405613
IC 5% L.I.	10,069054
IC 1% L.S.	14,060452
IC 1% L.I.	9,414215

**ANÁLISE FIXANDO O NÍVEL SEBOND DO FATOR MATERIAL E NÍVEL
24 HORAS DO FATOR TEMPO**

ESTATÍSTICAS	TESTE
NUM. OBS	15
VALOR MIN.	7,310000
VALOR MAX.	19,139999
AMPLITUDE	11,830000
TOTAL	195,690002
MÉDIA	13,046000
VARIÂNCIA	12,768053
D. PADRÃO	3,573241
D. P. MEDIA	0,922607
COEF. VAR. %	27,389557
COEF. ASSIM.	0,311812
COEF. CURT.	2,100466
MEDIANA	12,560000
QUARTIL INF.	10,200000
QUARTIL SUP	15,470000
IC 5% L.S.	15,020378
IC 5% L.I.	11,071621
IC 1% L.S.	15,795368
IC 1% L.I.	10,296631