

**ALYSSON NORIYUKI KAJISHIMA KONNO**

Cirurgião – Dentista

*ESTUDO DE METODOLOGIAS UTILIZADAS NA  
AVALIAÇÃO DA RESISTÊNCIA MECÂNICA DA UNIÃO  
COMPÓSITO-DENTINA*

*Tese apresentada à Faculdade de Odontologia  
de Piracicaba, da Universidade Estadual de  
Campinas, para obtenção do **TÍTULO DE  
DOUTOR EM MATERIAIS  
DENTÁRIOS.***

Piracicaba – SP

**2005**

**ALYSSON NORIYUKI KAJISHIMA KONNO**

Cirurgião – Dentista

*ESTUDO DE METODOLOGIAS UTILIZADAS NA  
AVALIAÇÃO DA RESISTÊNCIA MECÂNICA DA  
UNIÃO COMPÓSITO-DENTINA*

*Tese apresentada à Faculdade de Odontologia  
de Piracicaba, da Universidade Estadual de  
Campinas, para obtenção do **TÍTULO DE  
DOUTOR EM MATERIAIS  
DENTÁRIOS.***

Orientador: Prof. Dr. Mário Alexandre Coelho Sinhoreti

Banca Examinadora:

Prof. Dr. Mário Alexandre Coelho Sinhoreti

Prof. Dr. Estevão Tomomitsu Kimpara

Prof. Dr. Eduardo Miyashita

Prof. Dr. Simonides Consani

Prof. Dr. Lourenço Correr Sobrinho

Piracicaba – SP

**2005**

***Dedico este trabalho***

***A Deus.***

***Aos meus pais, Nilton e Sanae pelo esforço e dedicação exclusiva sempre buscando o meu sucesso .***

***A meu irmão, Wolney pelo companheirismo de todos os momentos.***

## ***Agradecimentos Especiais***

***Ao Prof. Mário Alexandre Coelho Sinhoreti, Associado-Doutor da Área Materiais Dentários da Faculdade de Odontologia de Piracicaba, da Universidade Estadual de Campinas, antes de tudo um amigo, competente orientador cujo pensamento é sempre guiado para a evolução dos seus discípulos;***

***Ao Prof. Dr. Lourenço Correr Sobrinho, Titular da Área Materiais Dentários da Faculdade de Odontologia de Piracicaba, da Universidade Estadual de Campinas, sempre presente, acreditando e colaborando na minha docência.***

## ***Agradecimentos***

*À Direção da Faculdade de Odontologia de Piracicaba, da Universidade Estadual de Campinas, nas pessoas do seu Diretor Prof. Dr. **Thales de Rocha Mattos Filho** e do Diretor Associado Prof. Dr. **Mario Fernando de Goes**;*

*À Coordenadoria Geral de Pós-Graduação da Faculdade de Odontologia de Piracicaba – UNICAMP, na pessoa de seu Coordenador, Prof. Dr. **Pedro Luiz Rosalen***

*À **Fundação e Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES)**, pelo auxílio financeiro que possibilitou a realização desse estudo;*

*Aos Profs. da Área Materiais Dentários da Faculdade de Odontologia de Piracicaba, da Universidade Estadual de Campinas, Dr. **Simonides Consani** e Dr. **Mario Fernando de Goes**, pela amizade e ensinamentos durante o Curso;*

*Aos professores do curso de Especialização em Prótese Dentária – EAP/APCD-Central, na pessoa do Prof. Dr. **Eduardo Miyashita** pelo constante incentivo e apoio à realização do curso de Pós-Graduação, nível Doutorado;*

À coordenação do Centro Técnico Educacional – APCD Central nas pessoas da sua diretora profa. **Valéria Cristina Alves de Almeida e Oliveira**, coordenadora geral Profa. **Cristiane Fernandes Saes Lobas** e coordenadora do curso Técnico em Higiene Dental Profa. **Márcia Monteiro Rita**;

Ao Técnico especializado da Área Materiais Dentários da Faculdade de Odontologia de Piracicaba – UNICAMP, Engenheiro **Marcos Blanco Cangiani**, principalmente por toda a amizade e paciência e pela ajuda na confecção e planejamento dos ensaios mecânicos;

A Sra. **Selma A. Barbosa Segalla**, técnica da Área Materiais Dentários da Faculdade de Odontologia de Piracicaba - UNICAMP, pela amizade e atenção prestadas durante o Curso de Pós-Graduação;

Aos técnicos especializados responsáveis pela área de microscopia eletrônica de varredura, **Adriano Luís Martins** e **Eliene Aparecida Orsini Narvaes Romani**, pelo auxílio na obtenção das imagens obtidas ao microscópio eletrônico de varredura;

Aos colegas do Curso de Pós-Graduação **Flávio, Henrique, André, João, Paulinho, Gilberto, Márcia, Johnson, Rafael, Andresa, Ana Maria, Marcos Japiassu, Janaína, Danilo, Murilo, Luciana, Mônica, Américo, Ricardo, Tango, Luís Felipe, Vinicius e Cíntia**, pela amizade;

*Ao Profs. **Ricardo Recena Quevedo** e **Marcelo Racuia** do curso de Materiais Dentários do curso técnico em Higiene Dentária CTE/APCD por toda a ajuda na docência mas principalmente pela amizade;*

*Aos colegas do curso de especialização em prótese dentária EAP/APCD Central, Daniela, Cris Emiko, Mayumi, Fábio, Chrisinha, Marcelo Brihy, Carlão, Zé, e Paulo, pela amizade e apoio;*

*Aos colegas Emerson, Tadashi, Zé, Sérgio e Eduardo pela convivência e amizade nos anos de graduação;*

*A todos que indiretamente contribuíram para a realização deste trabalho.*

Meus sinceros agradecimentos

# SUMÁRIO

Resumo	p.01
Abstract	p.03
1 – Introdução	p.05
2 - Revisão da literatura	p.09
3 – Proposição	p.39
4 – Materiais e método	p.41
4.1 – Materiais	p.41
4.2 – Método	p.43
4.2.1 – Confeção dos corpos-de-prova	p.43
4.2.2 – Ensaio de resistência ao cisalhamento	p.45
4.2.2.1 - Confeção corpo-de-prova	p.45
4.2.2.2 - Ensaio mecânico	p.48
4.2.3 – Ensaio de resistência à tração	p.50
4.2.3.1 - Confeção corpo-de-prova	p.50
4.2.3.2 - Ensaio mecânico	p.52
4.2.4 – Ensaio de resistência ao Micro-cisalhamento	p.54
4.2.4.1 - Confeção corpo-de-prova	p.54
4.2.4.2 - Ensaio mecânico	p.55
4.2.5 – Ensaio de resistência à Micro-tração	p.56
4.2.5.1 - Confeção corpo-de-prova	p.56
4.2.5.2 - Ensaio mecânico	p.59
4.2.6 – Observação da região de fratura ao microscópio eletrônico de varredura	p.60
5 – Resultados	p.61
5.1 – Ensaio de resistência ao cisalhamento	p.61
5.2 – Ensaio de resistência à tração	p.63
5.3 – Ensaio de resistência ao micro-cisalhamento	p.65
5.4 – Ensaio de resistência à micro-tração	p.67
5.6 - Observação da região de fratura ao microscópio eletrônico de varredura	p.69
6 - Discussão	p.77
7 – Conclusão	p.85
8 – Referências	p.87
9 – Apêndice	p.93

## RESUMO

O propósito desse estudo foi avaliar a resistência da união dentina-compósito restaurador dos sistemas adesivos Clearfil SE Bond (CSEB) e Adper Single Bond (SB), através de 4 tipos de ensaios mecânicos: cisalhamento, tração, micro-cisalhamento e micro-tração. Para tanto, foram utilizados 52 incisivos bovinos que tiveram as coroas incluídas em resina de poliéster em tubos de PVC de 2cm de diâmetro interno, cujas faces vestibulares ficavam expostas em 1mm para que fosse permitido desgaste com lixas de granulação 180 e 400 sob refrigeração a água para expor o tecido dentinário. Para o ensaio de cisalhamento (CIS), foi delimitada uma área circular de 4mm de diâmetro na qual foram aplicados os sistemas adesivos. Um cilindro de compósito restaurador (Z250) de diâmetro igual ao diâmetro da área de união e altura de 5mm foi construído para o ensaio mecânico. O carregamento foi realizado à velocidade de 0,5mm/ min. com o uso de uma tira metálica de 5mm de largura que envolvia todo o corpo-de-prova. Para o ensaio de tração (TR), o corpo-de-prova foi confeccionado com o uso de uma matriz metálica na qual um orifício interno de formato tronco-cônico com base maior de 6mm e menor de 4mm foi preenchido com compósito restaurador (Z250) e aderido na superfície pela base menor. O ensaio mecânico foi realizado à velocidade de 0,5mm/ min e o carregamento foi realizado com o uso de um dispositivo metálico que envolvia o corpo-de-prova. Os corpos-de-prova para micro-cisalhamento ( $\mu$ -CIS) foram realizados com o uso de tubos de Tygon (TGY-030) com diâmetro interno de 0,7mm e altura de 0,4mm na qual foi inserido compósito restaurador (Filtek Flow). O carregamento foi realizado com fio ortodôntico de 0,3mm de diâmetro que envolveu o cilindro de compósito próximo à área de união, à velocidade de 0,5mm/ min. O teste de micro-tração ( $\mu$ -TR) foi realizado com o uso de corpos-de-prova, nos quais se realizou um bloco de compósito restaurador (Z250) com 5mm de altura aderido à superfície dentinária e após seccionados de modo a obter corpos-de-prova em forma de palito com área seccional de 1mm<sup>2</sup>. No

ensaio mecânico, realizado à velocidade de 0,5mm/ min, esses corpos-de-prova eram fixados em dispositivo metálico ligado á máquina de teste com o uso de cola de cianoacrilato (Super Bonder Gel). Os resultados mostram que o sistema CSEB apresentou valores de resistência maiores e estatisticamente diferentes ( $p>0,05$ ) quando comparados ao sistema Adper Single Bond (CSEB/ CIS=6,35MPa; SB/ CIS=3,02MPa; CSEB/ TR=12,43MPa; SB/ TR=7,11MPa; CSEB/  $\mu$ -CIS=36,52MPa; SB/  $\mu$ -CIS=26,39MPa; CSEB/  $\mu$ -TR=30,10MPa; SB/  $\mu$ -TR=21,08MPa). O sistema CSEB apresentou falhas mistas/ coesivas em dentina em todos os tipos de ensaio mecânico. O sistema SB apresentou falhas adesivas na maioria dos ensaios mecânicos.

## ABSTRACT

The aim of this study was to evaluate the dentin-restorative composite strength of 2 adhesive systems Clearfil SE Bond (CSEB) and Single Bond (SB) using 4 different tests: Shear, Tensile, Micro-shear and Micro-tensile tests. 52 bovine incisors were used in this study which were cut and embedded in PVC tubes (20mm internal diameter, 40mm height) with polyester resin. Buccal surfaces were flattened with sandpaper grit number 180 and 400 under water refrigeration. For the shear bond (SH) strength tests, a circular area of 5mm in diameter was delimited and adhesive systems were applied according to the manufacturers' instructions. A composite cylinder (Z250) of 4mm diameter and 5mm height were built in the area. The loading occurred on Instron testing machine at crosshead speed of 0.5mm/ min. using a metallic tape which evolved the cylinder. The tensile test (TEN) were run used samples made with use of a conical shape - metallic mould with 6mm and 4mm in diameter on the edges. The smaller edge was positioned on the surface and a composite put in its internal portion. The loading were carried out at crosshead speed of 0.5mm using a metallic device which evolved the sample. The microshear tests ( $\mu$ -SH) were carried out using composite samples of 0.7mm in internal diameter in 0,4mm height, built by the use of Tygon tubes (TGY-030). Loading were carried out at crosshead speed of 0.5mm using an orthodontic wire loop (0.3mm). The micro-tensile tests ( $\mu$ -TEN) were run using sticks with 1mm<sup>2</sup> of cross sectional area. These sticks were adhered to an testing device using cyanoacrylate glue (Super Bonder Gel) and tested using an Instron testing machine at crosshead speed of 0.5mm/ min. Data showed that CSEB bonding system had higher values with statistical significance for all tests compared to SB bonding system ( $p > 0.05$ ) (CSEB/ SH=6.35MPa; SB/ SH=3.02MPa; CSEB/ TEN=12.43MPa; SB/ TEN=7.11MPa; CSEB/  $\mu$ -SH=36.52MPa; SB/  $\mu$ -SH=26.39MPa; CSEB/  $\mu$ -TEN=30.10MPa; SB/  $\mu$ -

TEN=21.08MPa). The CSEB showed cohesive and mixed failure for all tests. SB bonding system showed adhesive failure for the most tests.

# 1 – INTRODUÇÃO

A retenção dos materiais restauradores estéticos à estrutura dental sempre foi motivo de estudos. Durante a primeira metade do século passado, a união do cimento de silicato e das resinas acrílicas era feita através de retenções mecânicas na cavidade ou através da confecção de cavidades retentivas. Em 1955, entretanto, em um trabalho inovador à época, BUONOCORE verificou que, ao produzir micro retenções mecânicas no esmalte, e posteriormente em dentina (BRUDEVOLD, BUONOCORE & WILEMAN, 1956) através da aplicação de ácido fosfórico, a resistência de união das resinas acrílicas restauradoras aumentava. Esse princípio continua atual no que podemos chamar hoje de “Odontologia adesiva”.

Devido às diferenças morfológicas, o desenvolvimento de sistemas adesivos para esmalte e dentina seguiram rumos diferentes. O uso do condicionamento ácido em esmalte sempre foi uma unanimidade. Entretanto, devido à natureza hidrófoba dos primeiros sistemas adesivos para dentina, houve questionamentos à época quanto à efetividade da união. Apenas em 1979, FUSAYAMA introduziu o uso do *primer* hidrófilo, o que permitiu relativo sucesso da união com a dentina.

Em 1993, WATANABE, NAKABAYASHI & PASHLEY realizaram um estudo introduzindo o conceito de sistemas adesivos “auto-condicionantes” suprimindo o condicionamento com ácido fosfórico substituindo-o pela utilização de *primers* mais ácidos que os utilizados até então. A maneira de atuação do sistema adesivo é diferente uma vez que a camada de lama dentinária era modificada e não removida. Entretanto, o padrão de falhas mistas e coesivas em um dos substratos aumentou consideravelmente comparado aos sistemas onde se utiliza o condicionamento ácido.

Diversos estudos são realizados para a avaliação da efetividade da união dentina compósitos restauradores. De acordo com RETIEF *et al.*(1986) e BARKMEIER & COOLEY (1992), os testes clínicos são considerados os mais confiáveis para o estudo do comportamento dos adesivos dentinários, embora os testes laboratoriais também apresentem reconhecido mérito na avaliação desses materiais, pela rapidez e permissão de estudos impossíveis de serem realizados diretamente *in vivo*, como por exemplo, resistência de união aos tecidos dentais.

Um problema crônico no que se refere às pesquisas da área de união, é a falta de padronização entre os estudos realizados, impossibilitando a comparação de resultados entre os mais diversos pesquisadores. A ISO (International Organization for Standardization) preconiza desde 1991 alguns tipos de testes mecânicos, incluindo-se aí os ensaios de tração e cisalhamento. Entretanto, a eficácia desses testes é colocada em questão quando se analisa a área de fratura apresentada.

SINHORETI *et al.* (2001), mostraram que o teste de cisalhamento preconizado pela ISO, apresenta um complexo de esforços mecânicos como clivagem, tração e compressão na área de união e não apenas o esforço de cisalhamento. OSHIMA (2001) também encontrou algumas dificuldades no que diz respeito ao teste de tração indicado pela ISO. Falhas coesivas no substrato dental e grande coeficiente de variação são comuns entre os resultados obtidos.

SANO *et al.* (1994) recomendaram a utilização de testes com área de união reduzida de 0,5 a 1mm<sup>2</sup>, conhecidos por micro-tração. Como proposto por GRIFFITH, em 1920, quanto menor a área, menor a probabilidade de se encontrar defeitos na área de união. Sendo assim, os valores de união quando comparados a testes mecânicos realizados em áreas de união maiores, são significativamente maiores. Assim, em 2002, MCDONOUGH *et al.*, recomendaram a utilização do teste de micro-cisalhamento, uma modificação do teste *microbond*, primeiramente

utilizado para avaliar a união de partículas de vidro silanizadas à polímeros, como uma nova possibilidade para testar mecanicamente a área de união dentina-sistemas adesivos.

## 2 – REVISÃO DA LITERATURA

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

Em 1956, BRUDEVOLD, BUONOCORE & WILEMAN relataram as propriedades de uma resina capaz de se unir à superfície da dentina humana. Eles utilizaram dentes humanos que foram incluídos em resina acrílica e desgastados até obter uma superfície plana de dentina sobre a qual colocaram uma folha de alumínio, delimitando a área a ser avaliada. Esta área foi coberta com uma camada de resina com 1,0 a 1,5 mm de espessura e, em seguida, polimerizada. A resistência de união da resina foi obtida pela medida da força aplicada num ângulo reto sobre a superfície da dentina, até a ruptura. Eles observaram que o adesivo de resina acrílica se uniu fortemente à superfície dentinária. A força de união foi praticamente duplicada pelo ataque ácido da dentina, antes da aplicação do adesivo resinoso, e mostrou ter boa resistência após imersão em água. Para a superfície dentinária sem tratamento, a união foi de 28 kgf/ cm<sup>2</sup>, reduzindo para 15 kgf/ cm<sup>2</sup> após 3 meses de imersão em água. Já para as superfícies tratadas com condicionador ácido, a resistência de união inicial foi de 53 kgf/ cm<sup>2</sup> e reduziu para 28 kgf/ cm<sup>2</sup> após 5 meses de imersão em água. Os autores sugeriram que esta união é devida a uma combinação química entre um dos constituintes do adesivo e a

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

FUSAYAMA *et al.*, em 1979, desenvolveram um novo equipamento para ensaio de tração e avaliaram as propriedades adesivas do Clearfil Bond System-F, comparando-as com as das resinas Adaptic Total System e Concise Enamel Bond. As superfícies do esmalte e dentina de incisivos centrais superiores e oclusal de molares humanos foram preparadas por desgaste até a obtenção de uma superfície plana. Os dentes foram estocados em água e secos imediatamente antes do uso. As superfícies foram condicionadas com ácido fosfórico a 40%, por 60 segundos e, em seguida, lavadas e secas. A aplicação dos materiais sobre as superfícies preparadas seguiu as instruções do fabricante. A maioria das amostras foi imersa em água a 37°C, 10 minutos após a restauração e armazenada por uma semana, um mês e três meses, antes de ser submetida ao ensaio de tração. Os autores concluíram que a resina Clearfil produziu um aumento significativo na adesão com o esmalte e dentina sendo superior aos outros materiais estudados. Além disso, o condicionamento ácido sobre a superfície do esmalte e dentina aumentou consideravelmente a resistência de união, sendo que no esmalte a adesão aumentou gradualmente com o tempo, quando as amostras foram armazenadas em água.

Em 1982, NAKABAYASHI, KOJIMA & MASUHARA estudaram a efetividade do 4-META na adesão de bastões de resina acrílica em esmalte e dentina. O condicionamento das superfícies dentais a serem aderidas com solução de 10% de ácido cítrico e 3% de cloreto férrico antes dos procedimentos de união, provou ser efetivo. Tanto os monômeros com grupos hidrófilos quanto com grupos hidrófobos promoveram infiltração no tecido dental, polimerizando-se *in situ* obtendo bons valores de resistência à tração, cuja média dos valores em dentina condicionada foi de 18 MPa. Os estudos ao MEV sugeriram que os monômeros

possuem afinidade com o tecido dental e que a adesão não foi conseguida através da retenção nos túbulos como considerado previamente.

Em vista da dificuldade constante de se conseguir dentes humanos para a realização de testes de adesão, NAKAMICHI, IWAKU & FUSAYAMA realizaram, em 1983, um estudo comparando a utilização de dentes humanos e bovinos como substrato para esses testes. Foram utilizados molares humanos e incisivos inferiores bovinos. As superfícies para teste eram conseguidas através do desgaste da face vestibular dos dentes bovinos e oclusal dos dentes humanos. Para avaliar a resistência de união, o teste eleito foi a tração. Foram utilizados como materiais restauradores o cimento de poliacarboxilato, o cimento de ionômero de vidro, o cimento de fosfato de zinco e sistemas adesivos para a união de compósitos restauradores. Superfícies de esmalte e dentina foram testados. Os resultados indicaram que não houve diferença estatística significativa entre os dentes humanos e bovinos em relação aos valores de resistência de união, sendo que quando foi utilizado o dente bovino como substrato, os valores foram levemente mais baixos.

Em 1986, RETIEF *et al.* estudaram a resistência de união de quatro agentes de adesão à dentina através de ensaios de tração e avaliaram o efeito dos procedimentos restauradores na interface resina-dentina. Foram usados no experimento 72 dentes incisivos centrais permanentes, cujas faces vestibulares foram desgastadas com lixa de carbeto de silício de granulação nº600 até expor a dentina. Os seguintes sistemas adesivos foram avaliados: Scotchbond, aplicado sobre superfície da dentina não tratada, e o compósito P10 (A); Scotchbond, aplicado sobre a dentina condicionada com ácido cítrico, e o P 10 (B); J&J. Dentin Bonding Agent aplicado sobre a dentina não tratada, e o compósito Adaptic (D); Creation Bonding System aplicado sobre a dentina condicionada com Den-Mat Cavity Cleanser, e o compósito Spectrabond (E); Dentin-Adhesive System aplicado

sobre a dentina tratada com Vivadent Dentin Conditioner, e o compósito Isopast (F). Os resultados em (MN.m<sup>-2</sup>) na ordem decrescente foram: D=3,0; B=0,9; F=0,1; A=0,1; E=0. De acordo com os resultados os autores concluíram que os sistemas de união à dentina denominados de primeira e segunda geração apresentavam baixos valores de resistência à união em estudos "in vitro" e que não obteriam sucesso nas situações clínicas.

VAN NOORT *et al.* realizaram em 1989 um estudo no qual foram avaliados através da análise de elemento finito, os métodos de tração e cisalhamento para avaliação da resistência da união dentina – resina. Observou-se que para ambos os testes, não existem distribuição uniforme de tensões, sendo que o método, posição e aplicação das mesmas podem alterar o início da propagação da fratura, sendo que ela pode não se iniciar na região da união. Para o teste de tração, blocos com altura maior que 3mm podem assegurar que a falha se inicie na região de união. No teste de cisalhamento, quanto mais distante o ponto de aplicação da tensão em relação à região de união, maior o momento de flexão, resultando não somente em tensões de cisalhamento, mas sim de tração e compressão. As tensões são sensíveis à geometria do carregamento, forma e tamanho do aderente e seu módulo de elasticidade relativo.

Em 1991, a ISO desenvolveu uma norma específica para os testes de adesão à estrutura dental com o objetivo de padronizá-los. Este documento descreve varios tipos de testes como o de formação de fenda na interface dente restauração, microinfiltração, qualidade dos materiais, uso clínico e resistência de união. Entre os testes de resistência de união está o teste de tração e o de cisalhamento. Com relação ao teste de cisalhamento, a norma descreve um aparelho constituído parte por uma luva metálica que aloja a amostra e parte por uma chapa metálica com 5 mm de espessura, fixada paralelamente à luva metálica que possui três orifícios com diâmetro de 3, 5 e 10 mm, utilizados de acordo com o

tamanho da amostra. Cada orifício possui uma angulação de 45° e a parte que faz a punção na amostra é plana e com 1 mm de largura, formando um ângulo reto. Além disso, a preparação das amostras, estocagem dos dentes, tratamento estatístico dos resultados, estão sendo também padronizados para facilitar a comparação direta dos valores alcançados por diferentes pesquisadores. Segundo a norma, a termociclagem deve ser realizada 24 horas após a confecção dos corpos de prova, através de banhos entre  $5\pm 2^{\circ}\text{C}$  e  $55\pm 2^{\circ}\text{C}$  com duração de 20 segundos cada.

Em 1991, RETIEF, descreveu em seu estudo alguns aspectos sobre a necessidade de se padronizar os testes de adesão em laboratório. Ele verificou que para avaliar os valores de resistência de união, muitos fatores exercem influência marcante nos resultados, como tipo e face do dente, tempo de estocagem, meio de imersão, preparação da superfície e tipo de teste utilizado. No entanto, as forças exercidas clinicamente sobre as restaurações ou sobre o dente são de natureza complexas e nem tração ou cisalhamento simulam as forças intraorais. Quando uma resina composta unida a uma superfície plana é carregada em tração ou cisalhamento, a distribuição através da interface de união é extremamente irregular. O autor verificou ainda que variáveis dentro de um mesmo teste afetam os valores de resistência de união. Quando o carregamento foi feito com uma ponta de base retangular de 1,8 mm, os valores foram cerca de 40% inferiores aos valores alcançados quando um cinzel com ponta de 0,5 mm de largura foi usado. A ponta de base retangular aplicou um carregamento com forças em balanço e o cinzel um carregamento de “abrir à força”. O autor concluiu afirmando que por causa da grande variação nas metodologias dos testes, os resultados obtidos de diferentes laboratórios não podem ser comparados. Ainda, os resultados de adesão encontrados em testes de laboratório, não devem ser extrapolados para a clínica, e sim apenas como orientação.

Em 1991, VAN NOORT *et al.* realizaram um estudo para verificar o efeito da geometria da interface dentina-resina sobre os valores de resistência de união e a distribuição de esforços nesta interface utilizando análise de esforços por elemento finito. Para isso, foram utilizados 24 dentes molares humanos embutidos em resina de poliéster os quais tiveram suas faces oclusais desgastadas até se obter uma área plana de dentina. Em seguida foi aplicado o *primer* do sistema adesivo Scotchbond 2 (3M), de acordo com as instruções do fabricante. As amostras foram divididas em 2 grupos de 12 amostras cada. No primeiro grupo foi aplicado o adesivo do sistema Scotchbond 2 somente na área ensaiada e no segundo grupo, o adesivo foi aplicado em excesso nas margens. Em seguida, foram construídos cilindros de resina composta sobre a área tratada com 4 mm de diâmetro por 6 mm de altura utilizando uma matriz de teflon. As amostras foram armazenadas em água destilada por 24 horas a 37°C e tracionadas numa máquina de testes universal Lloyd. Os resultados mostraram que quando houve um excesso de adesivo, o valor médio foi estatisticamente superior em relação ao grupo que não tinha excesso. Os autores concluíram que uma extensão do adesivo além do cilindro de resina composta produz um valor de resistência de união à dentina artificialmente mais alto. Uma padronização nos testes de resistência de união seria necessária e urgente.

Em 1992, BARKMEIER & COOLEY descreveram os resultados de um simpósio a respeito da evolução dos sistemas adesivos em estudos feitos em laboratório. De acordo com os autores, a união dos materiais resinosos sobre a superfície do esmalte condicionado com ácido está clinicamente demonstrada nos procedimentos preventivos, restauradores e ortodônticos. A união da resina sobre o esmalte dental condicionado tem mostrado excelente evolução na resistência à união e virtual eliminação da microinfiltração marginal. No entanto a união à dentina tem sido mais um desafio. A primeira geração dos sistemas adesivos à

dentina não produziu alta resistência de união ou preveniu a microinfiltração marginal em estudos de laboratório. As novas gerações de sistemas adesivos, geralmente usam um condicionador de dentina para modificar ou remover a *smear layer* e uma subsequente aplicação do agente de união. Os novos sistemas adesivos têm mostrado resistência à união que se aproxima aos valores de união ao esmalte. A resistência de união tem melhorado com a evolução dos sistemas de união à dentina e a microinfiltração na margem de cimento-dentina tem reduzido significativamente. Os autores concluíram que embora os ensaios de laboratório dos sistemas adesivos proporcionem um mecanismo para separar e comparar sistemas desenvolvidos recentemente, procedimentos clínicos são essenciais para documentar o desempenho clínico por longo período.

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

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

ØILO, em 1993, relatou em seu estudo fatores que podem afetar os valores de resistência de união em estudos laboratoriais, como o tipo de ensaio utilizado, tempo de estocagem das amostras, tipo e qualidade do substrato, e forma de manipulação do material. Quanto aos tipos de ensaios mais empregados, dois são os mais conhecidos e descritos na especificação da ISO. O primeiro é o ensaio de tração, no qual a força de trabalho é aplicada num ângulo de 90° (perpendicular) com a superfície do dente. O segundo é o ensaio de cisalhamento, no qual a força de trabalho é aplicada paralelamente à superfície do dente. Segundo o autor, comparando os dois ensaios, o ensaio de resistência ao cisalhamento, em alguns casos, exhibe resultados mais altos do que teste de resistência à tração, mas seguindo uma mesma classificação para os mesmos

produtos. Já para alguns casos, os valores são confusos devido à variabilidade de fatores que podem afetar a adesão como o tipo e os detalhes de cada ensaio, o tipo e a qualidade do esmalte e dentina, as condições de estocagem antes do ensaio e também a qualidade do material, bem como sua forma de manipulação. O autor conclui no seu estudo que uma padronização dos ensaios é necessária e urgente, para se obter valores comparáveis capazes de serem usados por cirurgiões-dentistas e futuramente ajudar no melhoramento dos sistemas adesivos.

Também em 1993, ØILO & AUSTRHEIM compararam o efeito de dois ensaios de resistência de união sobre esmalte e dentina: cisalhamento e tração. Também verificaram as condições de armazenagem das amostras sobre os valores de resistência de união. Para isto eles utilizaram 4 sistemas adesivos com as respectivas resinas compostas, divididos em 4 grupos: o Gluma / Pekafill (Bayer), o Scotchbond 2 / Silux Plus (3M), o Scotchbond Multi Purpose / Silux Plus (3M), e o Syntac / Heliomolar (Vivadent). As amostras foram confeccionadas a partir de dentes humanos do grupo dos terceiros molares, que tiveram suas superfícies bucais desgastadas com lixas de carbetto de silício de granulação 1000, até expor uma área plana de dentina com 4 mm de diâmetro. Em seguida foram aplicados os sistemas adesivos em cada grupo, e logo após, cada grupo foi subdividido em três subgrupos. No primeiro, foi feito o ensaio de tração após estocagem de 24 horas; no segundo, foi feito o ensaio de cisalhamento após estocagem de 24 horas; e no terceiro subgrupo foi feito o ensaio de cisalhamento após termociclagem. Sobre a superfície das amostras de cada grupo, foram confeccionados cilindros de resina composta a partir de moldes plásticos com formatos específicos para cada ensaio. Após o tempo de estocagem ou termociclagem, as amostras foram levadas a uma máquina de ensaios universal até a fratura das amostras. Os resultados obtidos foram analisados através do teste de múltipla escolha LSD, em nível de 5% de significância, e mostraram que não houve diferença estatisticamente significativa

entre os dois tipos de ensaios usados com o tempo de estocagem de 24 horas. Além disso, foi observado que o valor de resistência de união ao cisalhamento não foi alterado para o produto Gluma, quando houve a termociclagem, o que não ocorreu para os produtos Scotchbond Multi-Purpose e Syntac, que tiveram resultados mais altos, e o Scotchbond 2, que obteve resultados mais baixos quando houve a termociclagem. Foram feitas também observações em MEV, e ficou claro que conforme os valores de resistência foram aumentando, as falhas coesivas na dentina também aumentaram em quantidade. Neste estudo, os autores concluíram que tanto o ensaio de resistência a tração e ao cisalhamento, parecem apresentar valores de comparável magnitude e são ensaios igualmente representativos para um estudo *in vitro* dos sistemas adesivos.

Em 1993, WATANABE, NAKABAYASHI & PASHLEY estudaram a durabilidade a longo prazo de um sistema experimental composto por 5 % em peso de *Phenyl-P*, agindo como monômero promotor de difusão, 0,5% em peso de canforoquinona e 0,5 % em peso de N-fenilglicina diluídos em TEGDMA. Após polimerização do agente de união, foi construído um cilindro de resina composta que foi fotopolimerizado por 60 segundos. As amostras foram armazenadas em água a 37°C por 1 dia, 6 meses e 1 ano. Os resultados de resistência a tração foram de 6,7 MPa em 1 dia de armazenagem, 4,1 MPa após 6 meses e 2,8 após 1 ano. Observações das interfaces após o ensaio de tração sugeriram que o longo período de imersão enfraqueceu a união entre a resina fotopolimerizada e a camada de *smear layer* retida porque houve difusão insuficiente do adesivo na camada de *smear layer*.

SANO *et al.* em 1994 avaliaram a relação entre a área de superfície para união e o teste de tração, criando assim o teste de micro-tração. Foram utilizados 20 molares humanos extraídos. O tecido dentinário foi exposto através de um corte realizado com em cortadeira com disco diamantado (Isomet, Buehler) sob

refrigeração a água. Os dentes foram polidos com lixas granulação 600 e então tratado com um dos 3 tipos de materiais utilizado no teste (Scotchbond Multi Purpose, Clearfil Liner Bond 2 e Vitremer). Então foi construído um bloco de material restaurador (compósito restaurador ou ionômero de vidro). Fatias de 0,5 a 3mm de espessura obtida através de cortes realizados ao longo eixo do dente foram obtidas e então com o uso de uma ponta diamantada superfina foi realizada uma modelação criando um “estrangulamento” na região da união com aproximadamente 0,5 x 0,5mm a 3 x 3mm de área seccional. Os corpos-de-prova foram então posicionados em máquina de teste (Dancor-Multi-T) e colados com cola a base de cianoacrilato. O teste foi realizado á velocidade de 1mm/ min. Houve relação inversa entre a resistência de união e área de união de superfície. Houve falhas coesivas em dentina nos grupos onde se utilizaram sistemas adesivos. Para o grupo no qual ionômero de vidro foi utilizado, as falhas foram adesivas.

DE HOFF, ANUSAVICE & WANG realizaram em 1995 analisando através de análise de elemento finito o teste de cisalhamento. Foram simulados o carregamento com cinzel e fio ortodôntico. Algumas conclusões puderam ser consideradas tais como: os valores de tensão utilizados são baseados em médias que são subestimadas devido a grande concentração de tensões próximo ao local de carregamento; o uso de fio ao invés de cinzel é preferível, visto que reduz a concentrações de tensões próximo a interface; os testes não consideram fatores críticos tais como dependência de tempo, distribuição de falhas e instabilidade de trincas; e muitas falhas clínicas ocorrerem mediante cargas cíclicas.

DELLA BONA & VAN NOORT, em 1995, verificaram o efeito da distribuição de esforços durante a realização dos testes de resistência ao cisalhamento sobre porcelana, utilizando a análise de esforços de elemento finito, bem como o tipo de falha ocorrida, quando uma variedade de arranjos nos testes

foi utilizada. Para isso, foram confeccionadas amostras de porcelana e resina composta que foram incluídas em resina acrílica. Sobre estas superfícies foram construídos cilindros de resina composta ou porcelana de acordo com o tratamento realizado, ou seja, no grupo A, foram construídos cilindros de resina composta sobre a base de porcelana; no grupo B, a base era de resina composta e o cilindro de porcelana; e no grupo C, tanto a base quanto o cilindro foram construídos com resina composta. Para o ensaio de cisalhamento foi utilizada uma máquina de testes universal Lloyd M5K e o carregamento nos cilindros foi realizado com um cinzel posicionado o mais próximo possível da interface base-cilindro. Paralelamente, neste estudo, os autores também verificaram a resistência de união à tração para os mesmos materiais. Pelos resultados eles observaram que os valores de resistência ao cisalhamento para as amostras do grupo A foi inferior estatisticamente aos valores dos grupos B e C. Quanto ao tipo de falha ocorrida, metade das amostras do grupo A tiveram falha coesiva na base de porcelana e a outra metade falha adesiva. No grupo B, 80% das falhas foram coesivas na base de resina composta e os 20% restantes foram falhas adesivas. No grupo C, 100% das amostras tiveram falha coesiva na base de resina composta. Já no teste de tração, as falhas sempre foram adesivas e isso levou os autores a concluir que o teste de tração seria o mais indicado, já que o teste de cisalhamento pareceu ser inadequado para mensurar a resistência de união da interface porcelana-resina composta. Pequenas variações neste tipo de teste como geometria da amostra, ponto de carregamento e tipo de carregamento, fornecem valores de resistência de união diferentes, fato este atribuído à não uniformidade dos esforços induzidos na interface durante o carregamento. Segundo ainda os autores, o teste de tração teria um arranjo menos complexo e mais apropriado para se avaliar a resistência de união da interface porcelana-resina composta.

KITASAKO *et al.* (1995) estudaram os testes de cisalhamento e tração preconizados pela ISO TR 11405 para avaliação da união compósito para cimentação – dentina / esmalte. Foram utilizados sistemas com e sem condicionamento ácido. Diferentes resultados foram encontrados quando se comparou os métodos de avaliação. O tipo de falha encontrado no teste de cisalhamento era caracterizado por apresentar remanescente de compósito em forma de “meia-lua” na superfície enquanto no caso do teste de tração, o remanescente permaneceu na periferia da superfície. Também, a avaliação ao MEV mostrou diferenças significativas entre os métodos avaliados. No caso do teste de tração, os prolongamentos resinosos fraturam na superfície enquanto que no teste de cisalhamento, os mesmos foram cisalhados ou tracionados dos túbulos dentinários.

PASHLEY *et al.* realizaram uma revisão de literatura em 1995 nos quais vários assuntos relacionados aos testes de união foram citados, sendo que os métodos de teste ocuparam certa importância. Nesse artigo, é colocado o porquê de áreas menores apresentarem maiores valores de união. De acordo com a teoria de defeito de GRIFFITH (1920), a resistência à tração de materiais frágeis diminui quando se aumenta a área de união. Amostras maiores parecem conter mais defeitos que amostras menores. O mesmo pode ser verdadeiro em áreas de união à dentina. A zona de união não é uniforme microscopicamente, contendo bolhas de ar, separações de fase, rugosidade superficial e espessura não uniforme de película de adesivo.

DRUMMOND *et al.* (1996) realizaram um estudo avaliando os testes de cisalhamento convencional e push out. Utilizando o método de elemento finito, observou-se que o método de cisalhamento convencional apresentou distribuição de tensões não uniforme, sendo que tensões de tração foram encontradas logo abaixo do ponto de contato do carregamento com grande extensão em dentina.

Todas as outras regiões encontravam-se sob compressão. No teste de push out, todas as tensões paralelas à superfície dentinária foram compressivas e a máxima tensão de cisalhamento ocorreu imediatamente abaixo da superfície.

Os efeitos da área de união em esmalte dental e compósitos restauradores foram estudados por SHONO *et al.* 1997. Fatias da parte vestibular e lingual foram obtidas através de corte utilizando um disco diamantado. As irregularidades foram removidas utilizando lixas granulação 240. Foram utilizados dois sistemas de união, Clearfil Liner Bond 2V e Scotchbond Multi-purpose, aplicados de acordo com as recomendações dos fabricantes e aplicados o compósito restaurador Clearfil AP-X com altura 4mm. As amostras foram então cortadas de modo serial em forma de ampulheta de forma a obter corpos de prova com áreas de união de 0,5mm<sup>2</sup>; 1,0mm<sup>2</sup>; 1,5mm<sup>2</sup>; 2,0mm<sup>2</sup> e 2,5mm<sup>2</sup> com estragulamento localizado na área de união. O teste mecânico foi realizado em dispositivo Bencor Multi-T (Danville Engineering) acoplado a máquina de teste (Instron) à velocidade de 1mm/ min. Após o teste, todas as amostras foram analisadas ao microscópio eletrônico de varredura para se avaliar o padrão de falha. Observou-se que quanto menor a área de união, maior é a resistência de união. As falhas do sistema adesivo Liner Bond 2 foram adesivas e para o Scotchbond Multi-purpose foram coesivas em resina ou mistas entre coesivas e adesivas.

VERSLUIS *et al.* , em 1997, realizaram um estudo para verificar a localização da falha ocorrida na união compósito - dentina após o teste de cisalhamento, utilizando a análise de esforços de elemento finito. Para isso, eles utilizaram dentes bovinos embutidos em resina de poliéster que foram desgastados até se obter uma área plana de dentina, a qual foi delimitada com uma fita adesiva com 3 mm de diâmetro. Após foram construídos cilindros de resina composta (P-50, 3M) com 4 mm de diâmetro por 6 mm de altura utilizando uma

matriz de teflon. Eles foram unidos à dentina com o sistema adesivo Scotchbond Multi-Purpose (3M), deixando uma espessura do adesivo de 100, 50, 25 ou 12,5  $\mu\text{m}$ . Foram também utilizados dois tipos de condicionadores ácidos na dentina, ou seja, o ácido maleico a 10% e o ácido fosfórico a 35%. As amostras foram armazenadas em água destilada por 24 horas a 37°C e testadas com um cinzel posicionado numa máquina de testes universal MTS, com a velocidade variando em 1,2 ou 0,5 mm/ min.. Pelos resultados, os autores verificaram que não houve diferença estatística significativa entre as duas velocidades e os dois condicionadores ácidos. Quando a velocidade de 1,2 mm/ min. foi utilizada, cerca de 44,5% das amostras tiveram falha adesiva. O restante teve falha coesiva de três modos, ou seja, 27,1% falha coesiva na dentina, 21,2% no compósito e 7,2% no adesivo. Através da análise de esforços de elemento finito, os autores observaram que há uma alta concentração de esforços nos testes usuais de união à dentina nas diversas posições de carregamento, cujas resultantes podem gerar trincas que divergem para a dentina ou para o compósito, deixando a interface sem ser testada. Por isso, pode-se verificar que a dentina ou compósito muitas vezes se fraturam devido a biomecânica dos testes utilizados e não devido à resistência do adesivo. Concluem afirmando, que é clara a necessidade de uma nova tecnologia para se avaliar as interfaces encontradas em Odontologia.

CARDOSO, BRAGA & CARRILHO, em 1998 realizaram um estudo propondo a avaliação dos testes de micro-tração, cisalhamento e tração realizando união de dentina humana e 3 sistemas adesivos (Single Bond, Scotch Bond Multi-Uso e Etch & Prime 3.0). Para tanto, foram utilizados 30 molares humanos com superfícies de dentina expostas. Os sistemas adesivos foram aplicados da forma recomendada pelo fabricante. Para os testes de tração e cisalhamento, foi construído um corpo-de-prova de compósito restaurador (Z100, 3M Dental Products) de forma cônica com 3mm de altura e 3mm na superfície menor, a qual

foi fixada à superfície dental. Para o teste de tração, foi adaptado um grampo metálico de modo abraçar o cone de compósito restaurador; foram utilizados também conectores semi-rígidos para assegurar que a tensão fosse aplicada apenas no longo eixo do corpo-de-prova. O teste de cisalhamento foi realizado com cinzel com extremidade perpendicular ao longo eixo do corpo-de-prova. Para a realização do teste de micro-tração, foram realizadas restaurações com o mesmo compósito restaurador da situação anteriormente descrita com 5mm de altura. Após o procedimento restaurador, foram cortados bastões de 10mm de altura com 0,25mm<sup>2</sup> de área de união. Esses bastões foram submetidos ao teste de tração à velocidade de 0,5mm/ min. Os resultados mostraram que não houve diferença estatística entre os sistemas utilizados quando foi realizado o teste de micro-tração. Para o teste de cisalhamento foi encontrada diferença estatística entre os grupos Single Bond e Etch & Prime 3.0 com Scotchbond Multi uso não apresentando diferença estatística em relação a Single Bond. Para os testes de tração, diferenças foram encontradas entre Single Bond e Etch & Prime 3.0; Scotchbond Multi uso não apresentou diferença estatística entre os grupos. A comparação entre os testes mostrou que o teste de micro-tração apresentou os maiores valores de união comparados aos testes de tração e cisalhamento, o qual não diferiu estatisticamente. O coeficiente de variação foi menor no teste de micro-tração, comparado aos testes de tração e cisalhamento.

PHRUKKANON, BURROW & TYAS em 1998 realizaram um estudo no qual se avaliou o efeito da área de união na resistência entre resina e dentina. Foram utilizados 60 molares humanos, divididos em grupos, segundo o sistema adesivo utilizado (Scotchbond Multi Purpose Plus, Optibond FL, Optibond Solo e One Step). Cada grupo foi dividido em subgrupos os quais a área de união era diferente (1,2mm, 1,4mm ou 2,0mm). Após exposição de dentina, foram construídos blocos de compósito restaurador de 9mm de comprimento, 3mm de

largura e 5mm de altura. A região da união, cilíndrica, foi obtida através de desgaste com ponta diamantada montada em alta-rotação. O teste de cisalhamento foi realizado em máquina de teste universal e o carregamento, realizado por meio de cinzel à velocidade de 1mm/ min. O teste de tração foi realizado através de garras os quais envolviam parte superior do corpo-de-prova com formato de ampulheta. A velocidade também era de 1mm/ min. Após os ensaios mecânicos, a área de união foi observada ao microscópio eletrônico de varredura com o intuito de se observar o modo de falha. Os resultados dos corpos-de-prova com 1,2mm de diâmetro não apresentaram diferença estatística comparados aos de 1,4mm de diâmetro e foram maiores que os com área de 2,0mm de diâmetro. Resultados estatisticamente diferentes entre os testes de cisalhamento e tração foram encontrados apenas entre os grupos com 1,2mm e 2,0mm de diâmetro. Não houve interação entre uma combinação entre área de união e modo de teste nos valores de resistência de união dos 4 sistemas adesivos testados. O coeficiente de correlação entre a média de resistência de união de cada sistema adesivo e área de união foi alta. Nas amostras de 2,0mm de diâmetro falhas complexas foram encontradas. Nos grupos de tração, não foram encontradas falhas coesivas em dentina ou resina; entretanto, nos grupos de cisalhamento, falha coesiva parcial em dentina e totalmente coesiva em dentina foi encontrada, mas o padrão foi totalmente diferente aos grupos onde a tração foi realizada. Nos testes de tração, os prolongamentos resinosos fraturaram perto ou na superfície de dentina. Entretanto, no teste de cisalhamento, os prolongamentos resinosos fraturaram ao lado dos túbulos e pareceram distorcidos.

ZHANG *et al.*, em 1998, avaliaram as conseqüências que os condicionadores ácidos usados em odontologia realizavam na matriz dentinária desmineralizada. Foi utilizado o método de micro-tração, no qual a parte média das amostras foi desmineralizada completamente com EDTA 0,5M (pH 7,0). A

análise das curvas de tensão possibilitou a interpretação do módulo de elasticidade. Os resultados foram analisados através da análise de variância e teste de Neuman-Keuls ao nível de significância de 95%. A exposição de 1 a 2 minutos aos ácidos, não permitiu a visualização de possíveis efeitos na resistência a tração. Exposições de 10 minutos ao ácido nítrico a 2,5% e 17,5% reduziram os valores de resistência a tração quando comparado ao grupo controle imerso em solução salina tamponada. A exposição ao ácido cítrico 10% contendo 3% de cloreto férrico, ácido cítrico 10% ácido fosfórico 37% ou ácido nítrico 17,5% contendo 3% de cloreto férrico por 10 minutos, não alterou os valores de resistência à tração da matriz dentinária desmineralizada.

SANO *et al.*, em 1999, avaliaram a durabilidade *in vivo* do sistema Clearfil Liner Bond 2 (Kuraray, Japão). Para tanto, foi utilizado um macaco (*Macaca fuscata*) no qual preparos para restaurações classe V com dimensionadas em 3 x 4 x 1,5 mm foram confeccionadas e restauradas em 3 diferentes períodos: imediatamente, 180 dias e 360 dias antes do sacrifício do animal. O esmalte e a dentina expostas foram tratados com o sistema adesivo e então restauradas com o compósito Clearfil Photo Posterior (Kuraray, Japão). Após o sacrifício do animal, os dentes restaurados foram cirurgicamente removidos e então as superfícies das restaurações de compósito foram condicionadas com ácido fosfórico 35%, silanizadas com Clearfil Porcelain Bond Activator (Kuraray, Japão) e então o adesivo Clearfil Photo Bond (Kuraray, Japão) foi aplicado. Em seguida, camadas de compósito foram aplicadas incrementalmente até a altura de 5 mm. Os corpos de prova foram então armazenados por 24 h e então cortados perpendicularmente à superfície em forma de ampulheta para que o teste de micro-tração fosse realizado. As superfícies fraturadas foram observadas ao MEV. Os resultados indicaram que não houve diferença estatística na resistência de união entre os períodos testados; porém a análise da superfície indicou uma maior porosidade no

padrão de fibras colágenas e na camada resinosa no topo da camada híbrida no período de 6 meses quando comparado com 1 dia.

SHONO *et al.*, em 1999, realizaram um estudo avaliando a durabilidade da união resina - dentina dos sistemas adesivos Mac Bond (Tokuso Corporation, Japão), One Step (Bisco, EUA) e Clearfil Liner Bond (Kuraray, Japão). Para a realização do teste de resistência de união, foi eleito o teste de micro-tração. Dos trinta molares humanos utilizados, em metade deles, o preparo das amostras foi realizado logo abaixo da junção amelo-dentinária (dentina superficial); na outra, os preparos foram realizados a 0,5mm do corno pulpar mais alto (dentina profunda). O grupo controle consistiu em pares de resina composta pré-polimerizadas unidas com o adesivo One Step. Os corpos-de-prova foram seccionados em forma de bastões com dimensões de 1 X 1 X 8 mm e então armazenados em solução estéril de 0,85% de NaCl contendo penicilina (10000 unidades/ mL), estreptomicina (10µg/ mL) e algumas gotas de NaOH 10N e fenol vermelho como indicador de pH 7,0. Após período de armazenagem (1 dia e 90 dias), realizou-se o teste de micro-tração em máquina de ensaio universal Instron à velocidade de 1mm/ min com célula de carga de 49N. Após, as superfícies fraturadas foram observadas ao MEV. Os resultados indicaram que no grupo Mac Bond / dentina superficial / 90 dias, houve queda na resistência de união (19,8MPa) para o valor de 1 dia (40,6MPa) . Em dentina profunda, os valores caíram de 28 MPa para 8,3 MPa após 90 dias. O grupo One Step / dentina superficial forneceu os menores valores em dentina superficial em 24h (19,9 MPa) porém não diferiram estatisticamente após 90 dias (20,2MPa). Em dentina profunda, o sistema One Step comportou-se semelhantemente ao grupo Mac Bond com valores de 26 MPa em 24h caindo para 5,9 MPa após 90 dias. O grupo Clearfil Liner Bond 2 / dentina superficial obteve valores de 26MPa em 24h não diferindo estatisticamente após 90 dias (23,1 MPa). Em dentina profunda, os valores caíram de 23 MPa para 6 MPa após 90 dias. Os

grupos controles obtiveram valores similares em 1 dia (36,1MPa) e 90 dias (37,1MPa), indicando que o ponto mais fraco da união foi a dentina.

SUDSANGIAM & VAN NOORT, em 1999, afirmam que os testes de resistência de união, embora não perfeitos, têm auxiliado no desenvolvimento e melhoramento dos sistemas adesivos e técnicas restauradoras. Entretanto, esses testes estariam na dependência do método usado e os valores obtidos deveriam ser cuidadosamente interpretados, pois os fatores que levam uma interface adesiva a resistir à fratura são complexos e não podem simplesmente ser correlacionados com valores numéricos. Ainda segundo os autores, novos métodos de teste deveriam ser desenvolvidos para auxiliar os pesquisadores no avanço dos sistemas adesivos.

Novos sistemas adesivos têm apresentado maior quantidade de falhas coesivas em dentina quando se avalia a resistência da união dentina – compósito restaurador. Devido a essa problemática, TANTBIROJN *et al.* em 2000, apresentaram o método de avaliação da união através do teste de tenacidade da união. Foram avaliados seis sistemas de união através do teste de cisalhamento e do teste de tenacidade, onde a fratura é iniciada em local pré-determinado. Foram encontradas poucas diferenças entre os dois testes. Entretanto em sistemas adesivos com maior quantidade de falhas coesivas em dentina quando se utiliza o teste de cisalhamento, a diferença quando se utiliza o método de tenacidade, foi notadamente significativa. Os autores sugerem que quando da utilização de sistemas adesivos de alta eficácia, o método de tenacidade é preferível para existir distinção entre eles.

KOIBUCHI, YASUDA & NAKABAYASHI (2001) avaliaram através do teste de micro-tração o efeito da lama dentinária obtida através de dois tipos de granulação de lixas na resistência de união. O estudo apresentou dois grupos distintos, em um deles os procedimentos de união foram realizados em lama

dentinária obtida através de desgaste superficial com lixas de granulação 180 e no outro, a lama dentinária era obtida através de lixas de granulação 600. Os resultados mostram que houve diferença estatística entre os grupos sendo que o grupo no qual a união foi realizada em lama dentinária obtida com granulação 600 obteve maiores valores. Os autores sugerem que existe dificuldade em reforçar a lama dentinária ao mesmo nível que a dentina hibridizada, entretanto é necessário cuidado em colocar um julgamento final antes de avaliações clínicas.

MCDONOUGH, ANTONUCCI & DUNKERS (2001) criaram o teste *microbond* para avaliar a união entre fibras de vidro e polímeros. O teste consiste em avaliar a tensão necessária para fraturar a união de micro-gotas de resina em fibras silanizadas. Para tanto, foram fibras de 16µm de diâmetro foram unidas a compósitos experimentalmente preparados. Esse corpo-de-prova era levado à máquina de teste e tracionado de forma que um anteparo impedia o movimento da micro-gota, enquanto as fibras se movimentavam. A tensão necessária para a fratura, era calculada por  $t = F / (\pi DL)$  onde F é o carregamento aplicado, D é o diâmetro da fibra e L, o comprimento da gota.

OSHIMA em 2001 avaliou, a influência de quatro métodos de tração sobre a resistência da união esmalte-resina composta. O método do Grupo A, empregou a matriz preconizada pela ISO TR 11405 e serviu como padrão para comparação com os demais aparatos utilizados. O método do Grupo B, empregou uma matriz com uma travessa metálica em uma das extremidades. Os métodos dos Grupos C e D empregaram matrizes com uma ou duas juntas universais articuladas. Foram utilizados 60 terceiros molares humanos hígidos e recém-extraídos, divididos em 4 grupos, os quais tiveram as raízes seccionadas e as coroas remanescentes separadas ao meio obtendo-se duas metades (face vestibular e face lingual). Em seguida, as porções assim obtidas foram incluídas com resina acrílica ativada quimicamente em tubos plásticos, e lixadas até se obter uma superfície

plana em esmalte de pelo menos 4 mm de diâmetro. Em seguida, as superfícies de esmalte foram tratadas com o sistema adesivo Single Bond (3M), de acordo com as instruções do fabricante. Após este procedimento, a resina composta Z250 (3M) foi inserido no interior de um molde acrílico com formato de tubo, contendo 3 mm de diâmetro interno, firmemente adaptado à superfície tratada e fotoativado com um aparelho XL3000 (3M). Todos os procedimentos de união foram realizados utilizando a matriz preconizada pela ISO. Os corpos-de-prova assim obtidos foram armazenados a 37°C e 100% de umidade relativa, durante 1 hora, e posteriormente armazenados em água destilada a 37°C, por 23 horas. Após este período as amostras foram tracionadas por um dos métodos propostos em uma máquina de ensaio universal Instron, a uma velocidade de 0,5 mm/ min., até a ruptura. Os resultados obtidos foram transformados em MPa, e submetidos à análise de variância e ao teste de Tukey ( $p < 0,05$ ). Todas as amostras foram observadas em M.E.V para verificação dos tipos de falha ocorridos em cada um dos grupos. Os resultados mostraram que a metodologia de tração empregada influenciou de maneira significativa nos valores de resistência de união encontrados e no coeficiente de variação de cada grupo. As fotomicrografias demonstraram que para o grupo D, as falhas foram sempre do tipo coesiva na resina composta. Já para os demais grupos (A, B e C), o tipo de falha predominante foi do tipo mista a qual era caracterizada por fratura coesiva na resina composta/ coesiva na camada de adesivo ou em algumas situações, coesiva no substrato dental (Grupo A). Ainda para esses grupos (A, B e C), ocorreram falhas somente coesivas na resina composta, porém em número menor.

Em 2001, SINHORETI *et al.* compararam a influência dos sistemas de carregamento fio ortodôntico, fita de aço inoxidável e cinzel, usados em testes de união ao cisalhamento, para verificar a resistência na interface dentina-resina. Foram utilizados 48 dentes humanos divididos em 3 grupos, cujas raízes foram

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

MCDONOUGH *et al.*, em 2002 realizaram um estudo sobre a introdução de um teste *Microbond* modificado. Inicialmente criado para avaliar a resistência e durabilidade de vidro silanizado unido a interfaces poliméricas, pequenas áreas de união podem ser conseguidas. Foram testados os sistemas adesivos Clearfil Photo Bond e o sistema Clearfil Liner Bond 2V. Cilindros de compósito (Clearfil Protect

Liner-F) obtidos através de matrizes de tubos de Tygon (TGY-030, Small Parts Inc.) com diâmetro interno de 0,7mm de diâmetro e 0,4mm de altura foram unidos às fatias do substrato dental (esmalte e dentina). Para o teste mecânico, uma lâmina foi utilizada para se realizar o carregamento à velocidade de 0,5mm/ min. Os resultados mostram que nos grupos em que o sistema no qual foi utilizado o condicionamento ácido, houve diferença estatística entre os grupos. Nos grupos tratados com o sistema *self etch* não diferiram estatisticamente entre si, apresentando também valores de resistência de união estatisticamente superiores. Vários padrões de falha foram encontrados. Grandes áreas de falhas entre a dentina e o sistema adesivo foram encontradas com pequenas áreas de falha coesivas em dentina nos grupos onde foi utilizado condicionamento ácido. Entretanto nos grupos em que o sistema *self etch* foi utilizado, um complexo padrão de falha ocorreu: coesivas em dentina, na camada híbrida e falhas adesivas.

SHIMADA, YAMAGUCHI & TAGAMI publicaram um artigo em 2002 utilizando o método de micro-cisalhamento para avaliar a resistência de união do compósito resinoso para fixação Panavia Fluoro Cement com cerâmica dental sob diferentes tipos de tratamento superficial. Para tanto, foram utilizadas lâminas de cerâmica dental com 15mm de comprimento, 10mm de largura e 1mm de espessura. As amostras foram receberam tratamento superficial como se segue: Jateamento com óxido de alumínio; polimento com pasta diamantada; condicionamento com ácido fluorídrico por 5 segundos; condicionamento com ácido fluorídrico por 30 segundos, condicionamento com ácido fosfórico por 5 segundos e condicionamento com ácido fluorídrico por 60s. Após tratamento superficial foi aplicado o sistema adesivo Clearfil SE bond, metade das amostras foram silanizadas e a outra metade não. O compósito para cimentação Panavia Fluoro Cement (Kuraray) foi inserido em tubos de cateterismo (TGY-030, Small Parts, Inc.) com diâmetro interno de 0,75mm e 0,5mm de altura e unido á superfície

em questão. A realização do teste de microcislhamento procedeu-se em uma máquina de ensaio universal, no qual foi utilizado um fio com 0,20mm de espessura para se realizar o carregamento. Foram encontradas falhas coesivas em cerâmica quando foi utilizado o silano.

SHIMADA *et al.* em 2002 realizaram um estudo avaliando a resistência de união de sistemas adesivos ao esmalte decíduo e permanente. Para tanto, 32 molares permanentes e 32 molares decíduos foram utilizados. 60 fatias de esmalte foram obtidas da superfície vestibular através do uso de um disco diamantado sob baixa rotação e refrigeração a água. Após, todas essas fatias foram planificadas com o uso de lixa de carvão de silício granulação 280. Os sistemas adesivos utilizados foram Clearfil SE Bond e Single Bond, aplicados à superfície de esmalte de acordo com as recomendações do fabricante. Cilindros de Tygon com diâmetro interno de 0,8mm e 0,5mm de altura foram colocados sobre a superfície de esmalte, preenchidos com o compósito restaurador Clearfil AP-X e fotoativados. Após, foram armazenados por 1 hora para a remoção do cilindro de Tygon e deixados a 37°C por 24 horas. Os corpos-de-prova foram então acoplados ao dispositivo Bencor Multi T com o uso de cola de cianoacrilato (Zapit) e testados em máquina de teste universal (Ez-test – 500N, Shimadzu Co.) à velocidade de 0,5mm/ min. Não houve diferença estatística entre os sistemas adesivos utilizados nem para tipos de dente (decíduos ou permanentes). Não houve falha coesiva em esmalte e a maioria das falhas ocorreu na região de união.

SHIMADA, KIKUSHIMA E TAGAMI (2002) observaram a resistência de sistemas de união ao esmalte cervical. Para tanto, foram obtidos de 40 molares humanos, 40 fatias de esmalte vestibular os quais foram divididos em dois, obtendo-se assim regiões cervicais e do meio da coroa dental. A região de esmalte cervical estava 2mm acima da junção cemento-esmalte. Cada fatia tinha aproximadamente 1mm de espessura obtida através de cortes pelo uso de um

disco diamantado sob refrigeração a água. As superfícies de esmalte obtidas foram então aplainadas com lixas de carbetto de silício granulação 280. As fatias com as respectivas regiões de esmalte foram divididas de modo que cada região recebesse dois tratamentos com diferentes sistemas adesivos : Single Bond e Clearfil SE Bond. Para a confecção dos corpos-de-prova foi colocada sobre a superfície tubos de Tygon (R-3603) com diâmetro interno de 0,8mm e altura de 0,5mm. O compósito restaurador Clearfil AP-X foi colocado na luz do tubo e polimerizados de modo a obter cilindros de resina bem pequenos unidos à superfície dental. Os corpos-de-prova foram então armazenados a 37°C por 24 horas previamente à realização do teste mecânico., realizado em máquina Bencor Multi T. O carregamento foi realizado com fio ortodôntico com diâmetro de 0,2mm à velocidade de 1,0mm/ min. Todas as amostras fraturadas foram analisadas ao microscópio eletrônico de varredura. Os resultados indicam que não houve diferença entre os sistemas adesivos avaliado nas regiões de esmalte analisadas, entretanto, houve diferença entre as diferentes regiões. A grande maioria das falhas foi considerada adesiva.

SHIMADA & TAGAMI em 2003 testaram os efeitos do esmalte regional e orientação dos prismas na unia à resina. Para tanto, 192 molares humanos foram utilizados armazenados previamente em solução contendo 0,2g de *sodium azide* em 100mL de água. O esmalte da região de cúspide e do equador dental foi escolhido para o teste de micro-cisalhamento. Fatias em 1mm dessas regiões foram obtidas através de cortes horizontais, axiais e tangenciais totalizando 192 fatias. Esses fragmentos dentais foram então aplainados com lixas de carbetto de silício granulação 280. Foram utilizados 2 sistemas adesivos no teste: Single Bond e Clearfil SE bond. Para a confecção dos corpos-de-prova, foram utilizados tubos de Tygon (R-3603, Norton Performance Plastic Co,) com diâmetro interno de 0,8mm e altura de 0,5mm. Um compósito restaurador (Clearfil AP-X) foi colocado no

interior dos cilindros posicionados na superfície de esmalte e então fotoativados por 40 segundos. Para o teste mecânico, foi utilizado um fio ortodôntico com diâmetro de 0,2mm para a realização do carregamento à velocidade de 1mm/ min. Houve interação estatística entre os sistemas adesivos e as direções de corte, entretanto, não houve diferença entre sistemas adesivos e regiões de esmalte.

ABDALLA, em 2004 propôs uma nova metodologia abordando a questão dos testes de tração e micro-tração. Nesse trabalho, foram utilizados molares humanos que tiveram suas partes coronárias removidas através de corte utilizando-se disco diamantado (Isomet) sob refrigeração a água. A superfície dentinária exposta foi então abrasionada com fixas granulação 600 para a produção de lama dentinária. A porção apical foi incluída em gesso odontológico. Uma camada de fita adesiva foi aplicada à superfície para que apenas 1mm<sup>2</sup> estivesse exposta para os procedimentos de união. Os seguintes sistemas adesivos foram aplicados nessa área de acordo com as recomendações do fabricante: Scotchbond 1, Syntac SC, One Step, Prime & Bond 2.1, e Clearfil SE Bond. Para cada sistema adesivo, foram realizados 2 modos de delimitação de área: com a delimitação de área de 1mm<sup>2</sup> e sem a delimitação de área obtendo-se áreas de união de 3,9mm<sup>2</sup>. Dez corpos-de-prova foram confeccionados para cada procedimento. O compósito resinoso Clearfil AP-X foi colocado na superfície pelo uso de um molde de teflon de 3,9mm diâmetro por 2,5mm de altura. Os testes de tração e micro-tração foram realizados em máquina de teste universal à velocidade de 0,5mm/ min. Após o teste, foi verificado o padrão de fratura com o uso de uma lupa estereoscópica. O sistema Clearfil SE Bond apresentou maior valor de união para ambos os testes. O método de micro-tração apresentou maior porcentagem de falhas adesivas.

EL ZOHAIRY *et al.*, em 2004 publicaram um artigo no qual foi avaliada a influência do acoplamento e da dimensão da resistência de união quando é realizado o teste de micro-tração. Realizou-se o teste de micro-tração apenas com

barras de compósito restaurador (Synergy – Coltène). Essas barras foram cortadas de modo a obterem-se corpos-de-prova com área seccional de 1x1mm , 1x2mm e 1x3mm. Essas barras foram acopladas à maquina de teste (Instron) de modo a se avaliar duas situações: com a barra acoplada no lado maior (2 ou 3mm) e com a barra acoplada no lado menor (1mm). Para se avaliar a distribuição de tensões, foi utilizado o método da análise de elemento finito (FEMAP 8.10 e CAEFEM 7.3). Os resultados mostram que quanto maior a área, menor é o valor de união. As tensões estão localizadas a aproximadamente 0,2mm dos pontos de fixação, com uma máxima tensão de início de fratura a 64MPa decrescendo até a superfície atingindo 32MPa, 15MPa e 8MPa para as barras de 1x1, 1x2 e 1x3mm respectivamente. Para o grupo controle o qual foi fixado nos extremos da barra, o padrão de distribuição de tensões foi uniforme para todos os modelos.

GIANNINI, SOARES & CARVALHO em 2004, estudaram sobre a resistência à tração de estruturas dentais. Para tanto, foram utilizados 20 terceiros molares refrigerados em solução de Timol a 0,05% extraídos em até 1 mês previamente a realização do teste. As superfícies oclusais intactas foram condicionadas com ácido fosfórico 37% e então um bloco de compósito restaurador (TPH – Spectrum) de 6mm de altura foi confeccionado junto à estrutura condicionada utilizando-se o sistema adesivo Single Bond em incrementos de 2mm cada um polimerizado por 20 segundos. As raízes foram removidas aproximadamente 3mm abaixo da junção amelo-cementária utilizando-se um disco diamantado. A porção coronária foi então seccionada em cortes seriais de aproximadamente 0,7mm de espessura. Seis fatias de cada dente foram obtidas de cada dente e então distribuídas aleatoriamente em 6 grupos para se testar a resistência de cada região do substrato dental: Dentina superficial, dentina média, dentina profunda, junção amelo-dentinária, esmalte com disposição paralela de prismas e esmalte com disposição transversal de prismas. Para tanto, essas fatias

foram cortadas até que se obtivesse um formato de ampulheta, com estrangulamento em cada uma das áreas citadas. Para o teste mecânico, os corpos-de-prova foram fixados à máquina de teste (Instron) e então testados à velocidade de 0,5mm/ min. Os resultados indicam que houve diferença estatística significativa entre os grupos ( $p < 0,05\%$ ) Sendo que a dentina superficial apresentou maior média (61,64MPa), seguido por dentina média (48,7MPa), junção amelo dentinária (46,0MPa), esmalte paralelo (42,2MPa), dentina profunda (48,7MPa) e esmalte transversal (11,5MPa).

GORACCI *et al.* (2004) avaliaram a influência de diversos fatores no teste de micro-tração, tais como: substrato, forma e espessura dos corpos-de-prova. Os formatos dos corpos-de-prova foram em forma de ampulheta e bastões com áreas de 0,5 x 0,5mm; 1,0 x 1,0mm; 1,5 x 1,5mm e 2,0 x 2,0mm. Os substratos para união foram esmalte e dentina humana. Pode se observar que houve diferença estatística quando se comparou os substratos utilizados, os formatos e a espessura dos corpos-de-prova. Os autores indicam que o uso de brocas para realizar o “estrangulamento” da área de união pode criar trincas que podem diminuir a eficiência da união. Além disso, forças não desejadas são embutidas quando esse corte é feito à mão livre.

Para avaliar a resistência de união de sistemas “auto-condicionantes” e de condicionamento total em dentina de dentes decíduos e permanentes, SENAWONGSE *et al.* (2004) utilizaram fatias de dentina obtidas de 24 dentes permanentes e decíduos. Essas fatias foram desgastadas com lixas granulação 600 e aleatoriamente divididas em 4 grupos de modo que cada tipo de sistema adesivo fosse utilizado em cada tipo de dentina. A resistência de união foi avaliada através do método de micro-cisalhamento. Não foram encontradas diferenças entre os sistemas adesivos testados, entretanto o tipo de dentina (decídua ou permanente)

influiu na resistência da união. Para todos os grupos, encontrou-se falhas adesivas ou coesivas em dentina.

### 3 – PROPOSIÇÃO

Diante da problemática dos estudos de avaliação da área de união dentina-sistemas adesivos, este estudo avaliou os testes de tração, cisalhamento, micro-tração e micro-cisalhamento em dentina, utilizando dois sistemas de união, bem como observar e classificar a área de fratura ao microscópio eletrônico de varredura.

## 4 – MATERIAIS E MÉTODO

### 4.1 – MATERIAIS

Para o desenvolvimento desse estudo foram utilizados 2 tipos de sistemas adesivos (Figura 1, Quadro 1) diferentes quanto à atuação na lama dentinária, juntamente com 2 compósitos restauradores (Figura 2, Quadro 2).

Quadro 1: Descrição dos sistemas adesivos utilizados no estudo

Sistema adesivo	Composição	
Adper Single Bond (3M Dental Products – St. Paul, MN)	Ácido fosfórico 35%	Bis-GMA, HEMA, Ácido polialcenóico, Etanol, Água
Clearfil SE Bond (Kuraray, Osaka – Japan)	<b>Primer:</b> MDP, HEMA, dl – canforoquinona, N,N – dietanol – p – toluidina, Água	<b>Bond:</b> MDP, bis-GMA, HEMA, Canforoquinona, N,N – dietanol – p – toluidina, Sílica coloidal silanizada



Figura 1: Sistemas de união utilizados no estudo:  
A - Clearfil SE Bond; B- Single Bond.

Quadro 2 : Descrição do compósito restaurador utilizado no estudo

<b>Compósito restaurador</b>	<b>Composição</b>
Z-250 3M Dental Products St. Paul, MN	Bis-GMA, UDMA, Bis-EMA, Zircônia, Sílica
Filtek Flow 3M Dental Products St. Paul, MN	Bis-GMA, UDMA, Bis-EMA, Zircônia, Sílica



Figura 2 : Compósitos restauradores utilizados no estudo: A - Z250; B - Filtek Flow.

## 4.2 – MÉTODO

### 4.2.1 Confeção dos corpos-de-prova

Para a realização do estudo, foram utilizados 52 incisivos bovinos, extraídos em no máximo um mês antes do início do experimento. Foi removido todo o tecido periodontal, bem como o tecido pulpar após seccionamento das raízes, além da realização de profilaxia com pasta de pedra pomes e água com o uso de escova Robson montada em contra-ângulo. As coroas dentais foram então imersas em soro fisiológico e armazenadas sob refrigeração à temperatura de 4°C. Previamente à preparação dos corpos-de-prova, desgastes foram realizados em sua periferia de modo a obter um formato retangular de aproximadamente 15mm de comprimento e 10mm de largura (figura 3A). Após, foram incluídas com resina de poliéster (Resina Cristal, Siquiplás Ltda.) em cilindros de plástico, com 20mm de diâmetro externo por 20mm de altura, com a face vestibular voltada para cima e projetada 1 mm além da borda do cilindro de embutimento (Figura 3B).

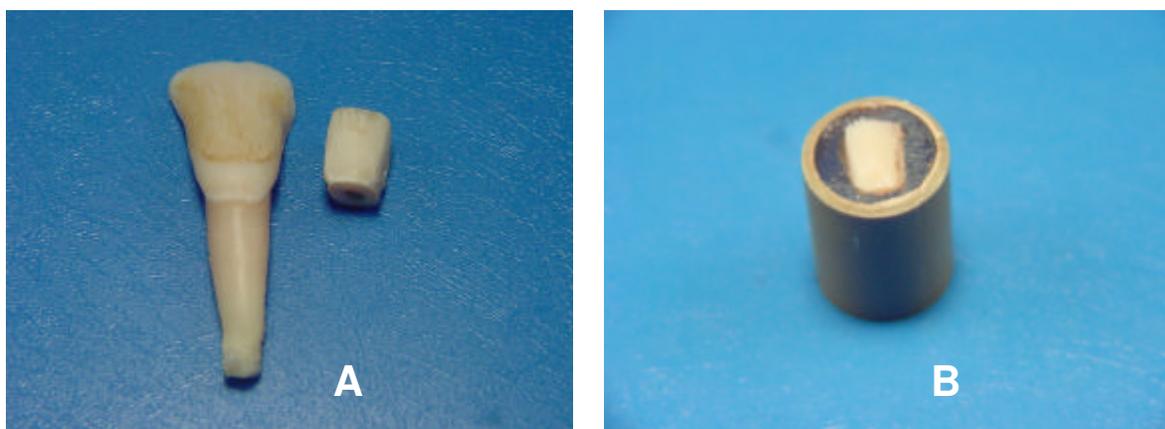


Figura 3: Confeção das amostras A- Incisivo inferior bovino ao lado de uma coroa dental desgastada; B Coroa dental embutida em tubo plástico com resina de poliéster.

Os cilindros de resina poliéster contendo os dentes incluídos foram posicionados individualmente na região central de um dispositivo metálico circular, medindo 20,5 mm de diâmetro interno por 75 mm de diâmetro externo por 29,0 mm de altura (Figura 4). A inserção mantinha a borda superior do cilindro de plástico paralela à superfície metálica e a face vestibular do dente projetada além das bordas justapostas, em posição fixa por meio de um parafuso inserido numa das faces laterais do dispositivo metálico.

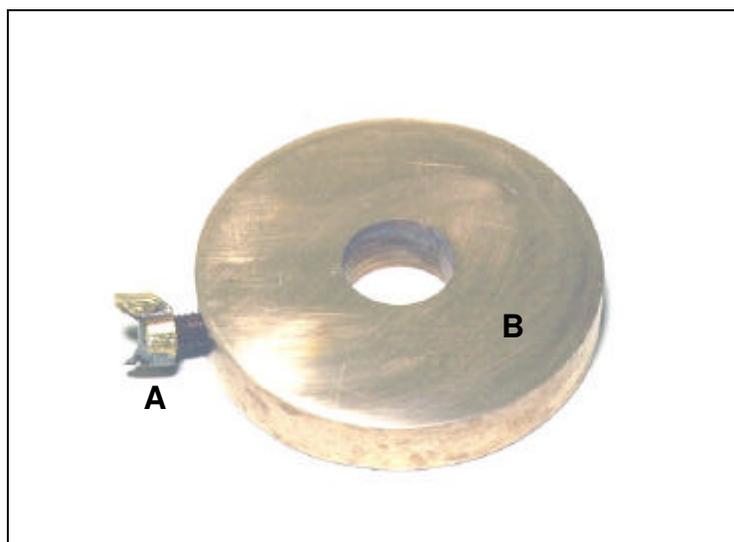


Figura 4: A - Parafuso para fixação do cilindro de resina B – Dispositivo metálico circular para desgaste do esmalte.

Com o auxílio de uma politriz horizontal (APL-4, Arotec S.A. Indústria e Comércio Ltda.) e lixas d'água de granulação número 180 e 400 (Carborundum Abrasivos Ltda.), a superfície foi desgastada em aproximadamente 1mm sob refrigeração à água com a intenção de se promover a formação de uma superfície plana em dentina. Após este procedimento, as superfícies das amostras foram examinadas em lupa estereoscópica (Carl Zeiss, Alemanha), em aumento de 50 vezes, para assegurar que não havia áreas de esmalte expostas na região de teste.

As amostras foram então aleatoriamente separadas em grupos de acordo com o teste: 22 para o teste de cisalhamento, 22 para o teste de tração, 4 para o teste de micro-cisalhamento e 4 para o teste de micro-tração.

## **4.2.2 Ensaio de resistência ao cisalhamento**

### **4.2.2.1 Preparo dos corpos-de-prova**

Uma fita adesiva circular (Contact) com um orifício central de 4 mm de diâmetro foi aderida sobre a superfície da dentina, com a finalidade de delimitar a área onde se efetuará a união adesivo-material restaurador.

As 22 amostras foram separadas em 2 grupos de 11 amostras (um grupo para cada tipo de sistema adesivo). A seguir, foram aplicados na superfície delimitada, os sistemas adesivos, segundo as recomendações do fabricante (Quadro 8 – apêndice).

Após este procedimento, as amostras foram posicionadas individualmente em uma base metálica sextavada externamente e com diâmetro interno de 20,5 mm. A inserção da amostra foi feita até que a superfície plana do dente incluído em resina acrílica ficasse paralela à borda superior da base metálica, mantida em posição por meio de um parafuso inserido numa das faces laterais. Este conjunto foi fixado numa haste metálica, posicionada previamente à bancada de trabalho através de parafusos (Figura 5).

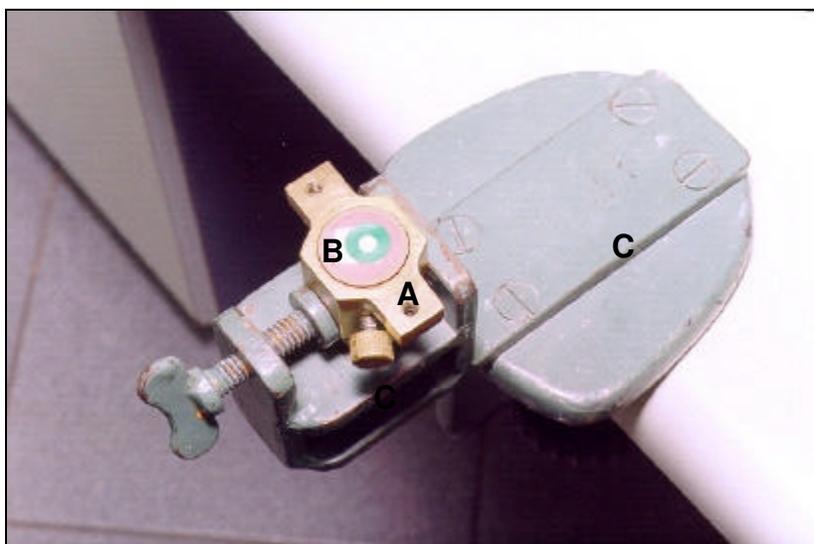


Figura 5: Amostra posicionada na base metálica sextavada fixada à bancada: A - Base metálica sextavada; B - Corpo-de-prova com área circular delimitada por fita adesiva em dentina; C - Base metálica para fixação à bancada.

Em seguida, uma matriz circular em aço inoxidável com 20,5 mm de diâmetro externo (Figura 6E) , seccionada no centro por um corte longitudinal, foi posicionada e fixada por meio de um parafuso lateral na porção interna de uma outra base metálica sextavada externamente (Figura 6C). Este conjunto foi posicionado sobre o dispositivo que continha a amostra (Figura 6B), também fixado por dois parafusos na região superior. A região central da matriz circular de aço inoxidável possuía uma perfuração de 4 mm de diâmetro por 5 mm de altura, que coincidia com a área demarcada na superfície da dentina da amostra (Figura 6A). Essa justaposição foi possível em função das pequenas movimentações permitidas na matriz circular de aço inoxidável, pela movimentação dos parafusos laterais (Figura 6D).

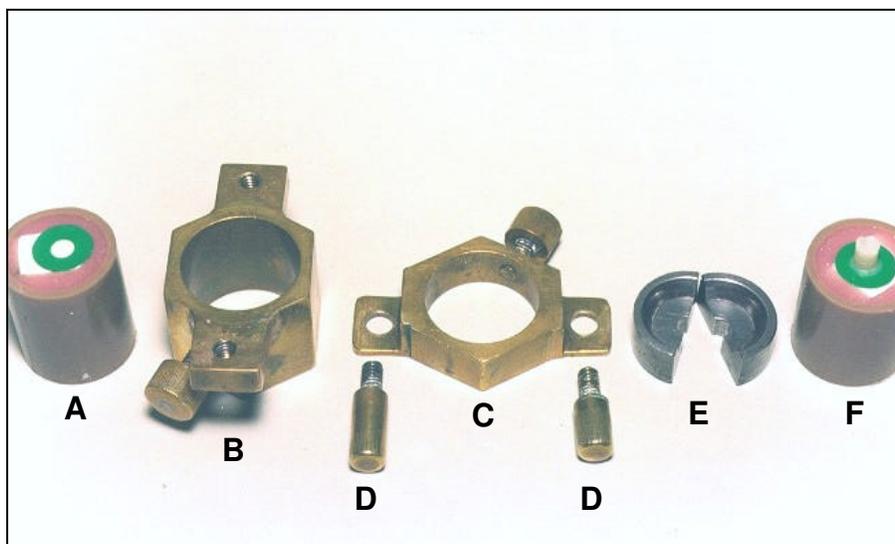


Figura 6: Matriz metálica desmontada para confecção do cilindro de compósito: A- Amostra com superfície dentinária delimitada; B- Base metálica sextavada; C- Anel metálico sextavado; D- Parafusos de fixação do anel metálico à base; E- Matriz metálica bipartida e F- Corpo-de-prova confeccionado.

O compósito Z-250 era inserido no orifício central da matriz de aço inoxidável (Figura 7), em três camadas, por meio de uma espátula metálica e a adaptação do material às paredes da cavidade obtida com movimentos de compactação. Cada camada de compósito com cerca de 1,8 mm era fotoativada durante 20 segundos, usando luz visível emitida pelo aparelho de lâmpada halógena XL2500 (3M Dental Products Division), com intensidade de 600 mW/ cm<sup>2</sup>, com a ponta ativa posicionada junto a matriz metálica de aço inoxidável (Figura 6E). A seguir, os parafusos que uniam a matriz de aço inoxidável bipartida à base metálica eram liberados, permitindo a remoção da matriz e, conseqüentemente, a obtenção do corpo-de-prova para o ensaio de cisalhamento

(Figura 6F) os quais foram armazenados por 24 horas em água destilada a 37°C, até o início do teste.

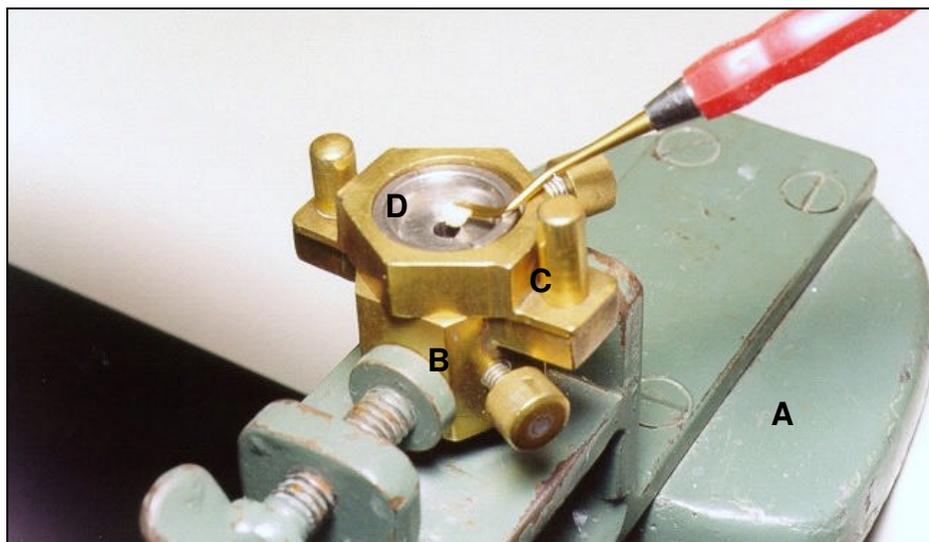


Figura 7: Inserção do compósito na matriz metálica bipartida: A- base metálica de fixação à bancada; B- Base metálica sextavada; C- Anel metálico sextavado; D- Matriz metálica bipartida.

#### 4.2.2.2 Ensaio Mecânico

O ensaio de resistência ao cisalhamento foi realizado em máquina de ensaio universal (Instron 4411) à velocidade de 0,5mm/ minuto. Para isso, cada corpo-de-prova foi alojado horizontalmente numa luva metálica, com 20,5 mm de diâmetro interno por 20 mm de altura, fixado ao mordente superior da máquina de ensaio universal. No mordente inferior foi fixada, uma fita metálica de aço inoxidável, com 5mm de largura por 10cm de comprimento que formava uma alça que envolvia o cilindro de compósito aderido à superfície da dentina, para realizar

o esforço de tração, resultando em cisalhamento (Figura 8 A e B). A resistência de união ao cisalhamento em MPa foi calculada pela seguinte fórmula:

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

onde:  $R_c$  é, a resistência ao cisalhamento;  $F$  (KgF), a força aplicada; e  $A$  ( $\text{mm}^2$ ), a área de união.

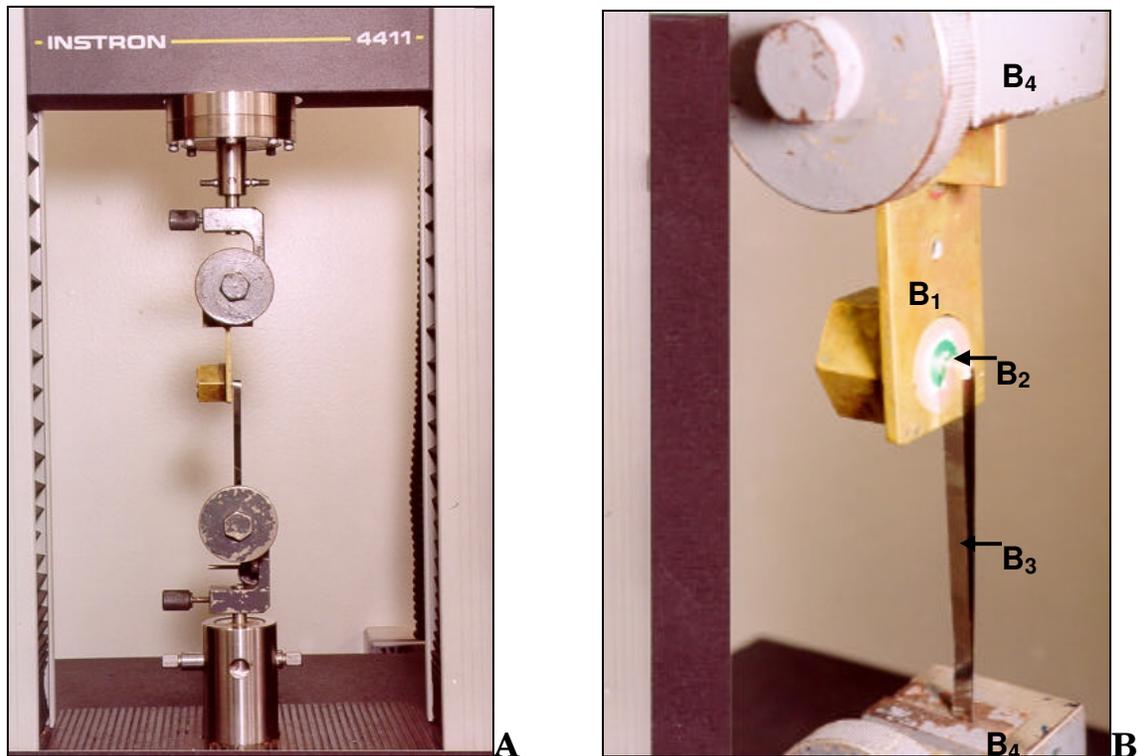


Figura 8: A- Vista panorâmica da máquina de ensaio universal Instron; B- Detalhe da realização do ensaio. B<sub>1</sub>- Luva metálica; B<sub>2</sub>- Corpo-de-prova alojado horizontalmente; B<sub>3</sub>- Fita metálica; B<sub>4</sub>- Mordentes da máquina de ensaio.

### 4.2.3 Ensaio de resistência à tração

#### 4.2.3.1 Preparo dos corpos-de-prova

As 22 amostras foram separadas em 2 grupos de 11 amostras cada, de acordo com o tipo de sistema adesivo. A seguir, foram aplicados na superfície, os sistemas adesivos, segundo as recomendações do fabricante (Quadro 8 – apêndice).

Para esse tipo de ensaio, os corpos-de-prova foram confeccionados com o auxílio de um dispositivo centralizador, o qual consistia de um anel de resina acrílica ativada quimicamente (Jet, Clássico Artigos Odontológicos LTDA.) com orifício central de 15mm de diâmetro (Figura 9B), encaixado na face superior da amostra (Figura 9C), a qual apresentava a superfície de dentina tratada com o respectivo sistema adesivo. Por meio desse dispositivo, foi possível a centralização da matriz metálica circular de 6mm de altura por 15mm de diâmetro na parte superior e 10mm de diâmetro na parte inferior, possuindo em sua posição central um orifício cônico com 4mm de diâmetro em sua base inferior e 8mm em sua base superior (Figura 9A).

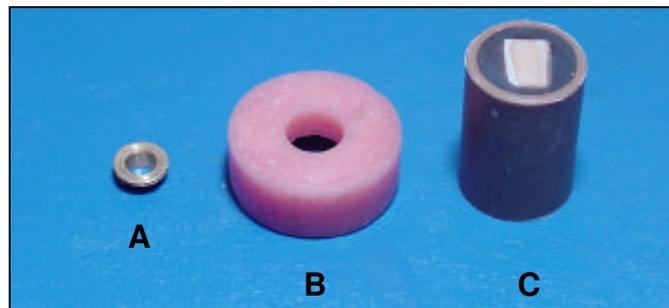


Figura 9: Matriz desmontada para confecção do corpo-de-prova para ensaio de tração: A- Matriz metálica; B- Dispositivo centralizador; C- Fragmento dental embutido em resina de poliéster.

O compósito restaurador Z250 (3M Dental Products) foi inserido no orifício central da matriz metálica, em três camadas, por meio de um instrumento metálico e a adaptação do material às paredes da cavidade foi obtida com movimentos de compactação (Figura 10A). Cada camada de compósito com cerca de 1,8 mm de espessura foi fotoativada durante 20 segundos, usando luz visível emitida pelo aparelho de lâmpada halógena XL 2500 (3M Dental Products Division), com intensidade de aproximadamente 600 mW/ cm<sup>2</sup>, com a ponta ativa posicionada junto a matriz metálica.

Após este procedimento, os corpos-de-prova (Figura 10B) foram cuidadosamente removidos do dispositivo centralizador e armazenados em uma estufa (Heraeus, Alemanha), por 24 horas em água destilada a 37°C, até o início do teste.

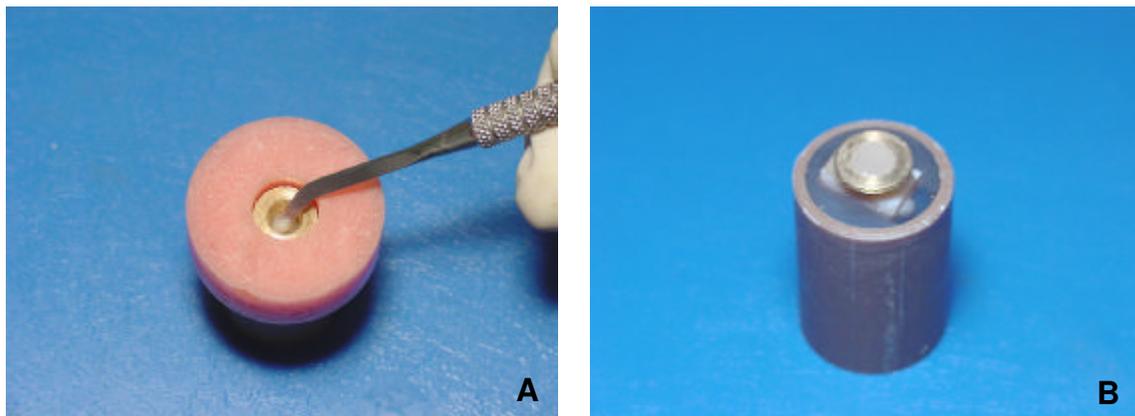


Figura 10: A- Inserção do compósito restaurador em matriz metálica posicionada na superfície da amostra. B- Corpo-de-prova confeccionado para o ensaio de tração.

#### 4.2.3.2 Ensaio mecânico

Para a realização do ensaio de resistência à tração, foi utilizado o método descrito por OSHIMA (2001), no qual no mordente superior era fixado um dispositivo metálico cilíndrico de 6cm de lado, que possuía em sua face inferior uma canaleta em formato de “T” com 8mm de largura inferior e 15mm de largura superior (Figura 11B<sub>3</sub>), de modo a encaixar o anel metálico presente no corpo-de-prova (Figura 11B<sub>2</sub>). No mordente inferior, era fixado um cilindro metálico de 10cm de altura com 8mm de largura, na sua parte superior era posicionada uma base circular metálica de 20mm de largura, na qual era fixado o corpo-de-prova através de um parafuso em sua lateral (Figura 11B<sub>1</sub>). Tanto na parte superior quanto na inferior desses dispositivos, existia uma junta universal antes da fixação nos mordentes da máquina de ensaio, para anular qualquer variável de posicionamento que pudesse causar movimento de flexão (Figura 11 A-setas). O ensaio de tração foi realizado em máquina de teste universal (Instron 4411) à velocidade de 0,5mm/ min. A resistência de união à tração em MPa foi calculada pela seguinte fórmula:

$$R_t = F/A$$

onde:  $R_t$  é, a resistência à tração;  $F$  (Kgf), a força aplicada; e  $A$  (mm<sup>2</sup>), a área de união.

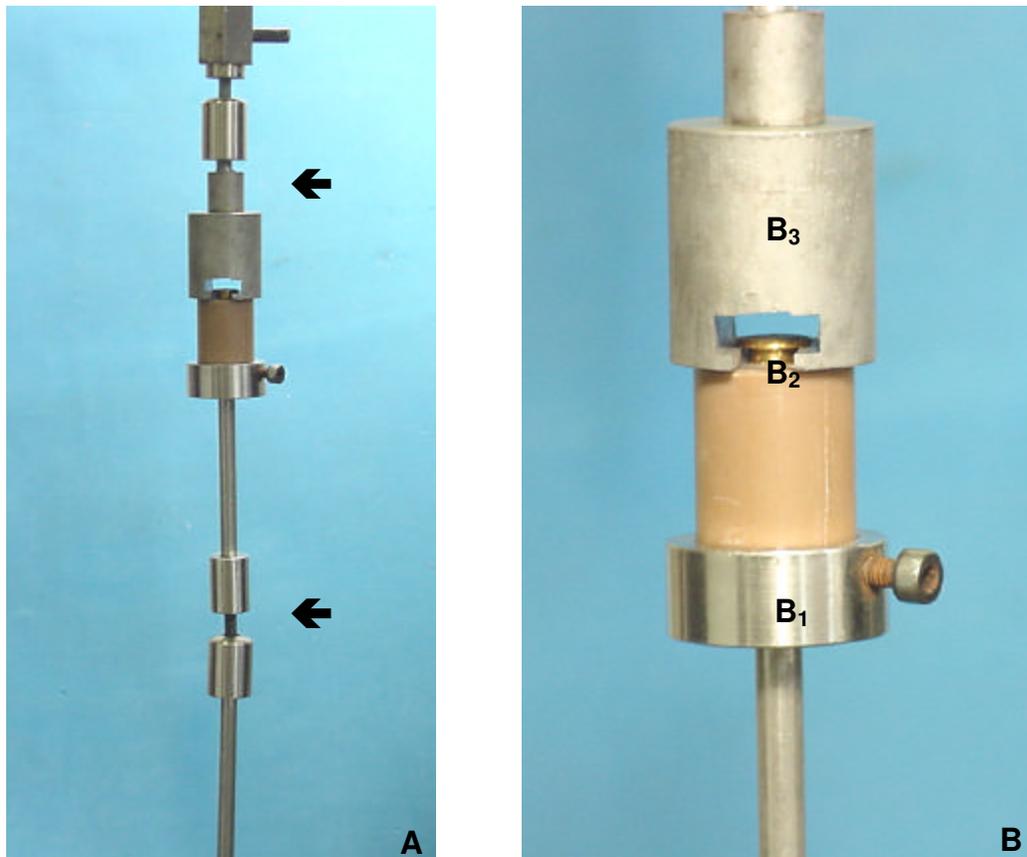


Figura 11: A- Vista panorâmica do dispositivo de ensaio; setas – juntas universais. B- Detalhe da realização do ensaio. B<sub>1</sub>- Luva metálica; B<sub>2</sub>- Corpo-de-prova alojado verticalmente; B<sub>3</sub>- dispositivo metálico para apreensão do corpo-de-prova.

## 4.2.4 Ensaio de resistência ao micro-cisalhamento

### 4.2.4.1 Preparo dos corpos-de-prova

As 4 amostras foram separadas em 2 grupos de 2 (um grupo para cada tipo de sistema adesivo). A seguir, foram aplicados na superfície dentinária, os sistemas adesivos, segundo as recomendações do fabricante (Quadro 8 – apêndice).

Foram confeccionados 11 corpos-de-prova para cada adesivo através da inserção do compósito restaurador Filtek Flow (3M Dental Products) em tubos de Tygon® – Microbore (TGY-030, Small Parts Inc.) com 0,7mm de diâmetro interno, 2,1mm de diâmetro externo e 0,4mm de altura (Figura 12A<sub>1</sub>), localizados na superfície dental desgastada e então fotoativados durante 20 segundos, usando luz visível emitida pelo aparelho de lâmpada halógena XL 2500 (3M Dental Products Division), com intensidade de 600 mW/ cm<sup>2</sup>, com a ponta ativa posicionada junto ao tubo Tygon .

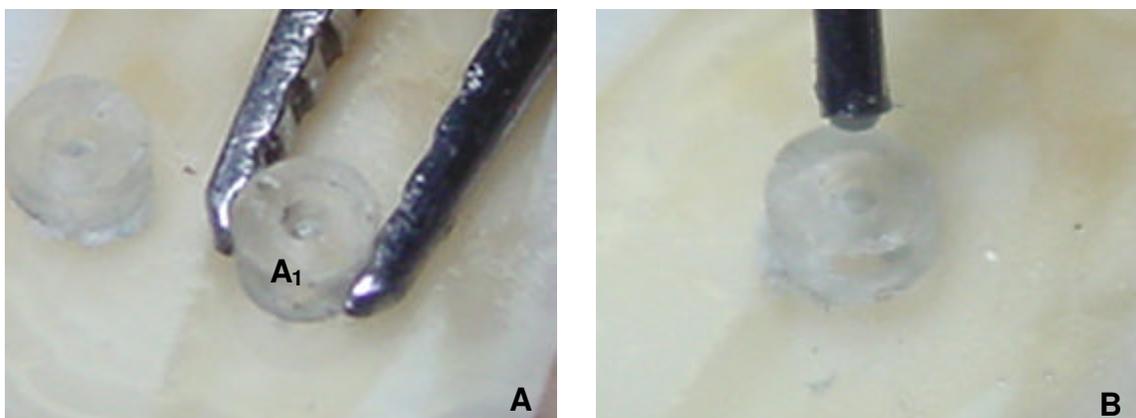


Figura 12: A- Posicionamento do tubo de Tygon (TGY-030). A<sub>1</sub> – Tubo de Tygon  
B – Inserção do compósito no tubo de Tygon.

Após este procedimento, os tubos foram removidos cuidadosamente com o intuito de não realizar concentração de esforços na área de união. Os corpos-de-prova (Figura 13) foram armazenados em uma estufa (Heraeus, Alemanha), por 24 horas em água destilada a 37°C, até o início do teste.

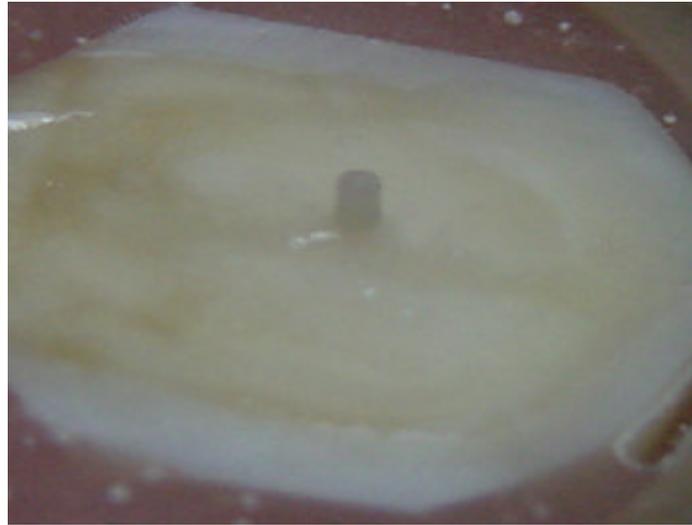


Figura 13: Corpo-de-prova confeccionado sobre a superfície dental.

#### 4.2.4.2. Teste mecânico

O ensaio de micro-cisalhamento foi realizado em máquina de ensaio universal (Instron 4411) à velocidade de 0,5 mm/ minuto. Para isso, cada corpo-de-prova foi alojado horizontalmente numa luva metálica, com 20,5 mm de diâmetro interno por 20 mm de altura, fixada ao mordente inferior da máquina de ensaio universal. No mordente superior foi fixada a extremidade do dispositivo utilizado para o carregamento axial, um fio ortodôntico de 0,3mm de diâmetro por 5mm de comprimento formando uma alça (Figura 14B<sub>3</sub>) que envolvia o cilindro de compósito aderido à superfície da dentina (Figura 14B<sub>2</sub>), para realizar o esforço de tração, resultando em cisalhamento. A resistência de união ao micro-cisalhamento foi calculada pela seguinte fórmula:

$$R_c = \frac{F}{A}, \quad \text{onde: } R_c \text{ é, a resistência ao cisalhamento; } F, \text{ a força}$$

aplicada; e A, a área de união.

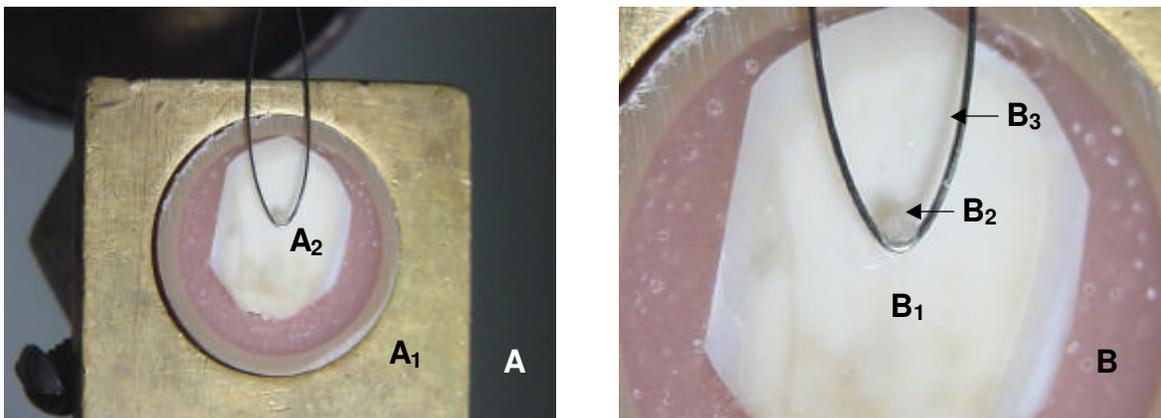


Figura 14: A- Vista panorâmica do dispositivo de ensaio. A<sub>1</sub> - Luva metálica; A<sub>2</sub> – amostra alojada horizontalmente; B- Detalhe da realização do ensaio. B<sub>1</sub>- Fragmento dental; B<sub>2</sub>- Corpo-de-prova alojado horizontalmente na superfície dentinária; B<sub>3</sub>- fio ortodôntico para a realização do carregamento.

#### 4.2.5. Ensaio de resistência à micro-tração

##### 4.2.5.1 Preparo dos corpos-de-prova

Após o procedimento de inclusão, desgaste e aplicação dos sistemas adesivos (Quadro 8 – apêndice), foi construída em toda a superfície dentinária exposta um bloco de compósito restaurador de 5mm de altura (Figura 15) através da inserção e acomodação do mesmo em camadas de aproximadamente 1,8mm de espessura, utilizando uma espátula metálica. Cada camada foi fotoativada durante 20 segundos, usando luz visível emitida pelo aparelho de lâmpada halógena XL 2500 (3M Dental Products Division), com intensidade de 600 mW/ cm<sup>2</sup>.

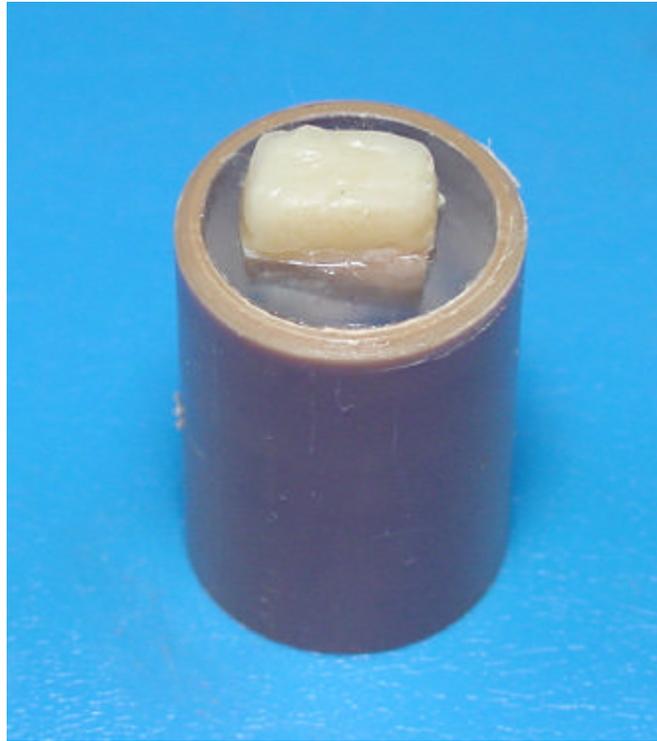


Figura 15: Bloco de compósito confeccionado sobre a superfície dentinária.

Após o procedimento de união, o remanescente dental foi removido do bloco de resina de poliéster para que fossem efetuados cortes para obtenção dos corpos-de-prova realizados em cortadeira (Isomet 1000, Buehler Inc.), com disco diamantado (Extec) de 0,3mm de espessura sob refrigeração a água com velocidade de 300rpm e carga de 150g. A amostra era movimentada horizontalmente e realizado o corte a cada 1,3mm (Figura 16A). Em uma segunda etapa, girava-se a amostra em 90° e novamente movimentava-se em 1,3mm, de modo que no final desses cortes, obtinham-se corpos-de-prova em forma de palito, com aproximadamente 10mm de altura e área seccional quadrada de 1mm<sup>2</sup> (Figuras 16B, 17).

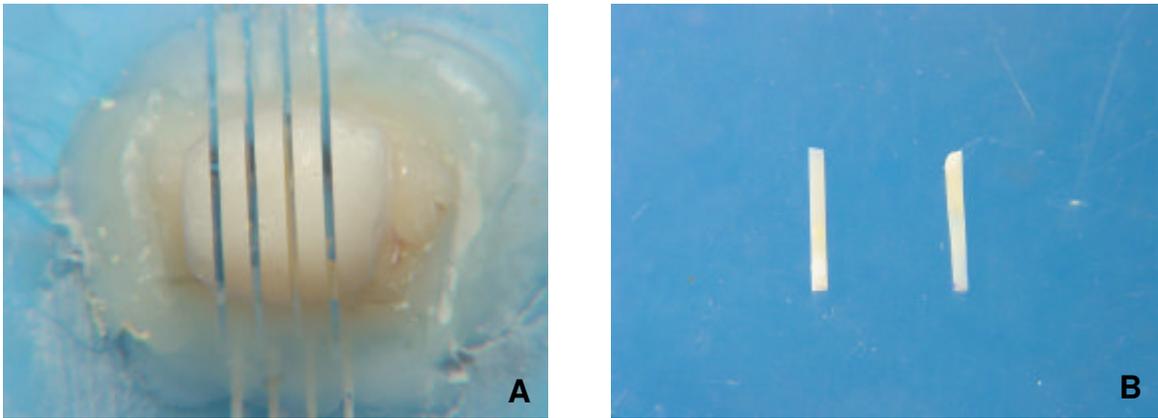


Figura 16: A- Fragmento dental seccionado em espessura de 1,0mm. B- Corpos-de-prova confeccionados.

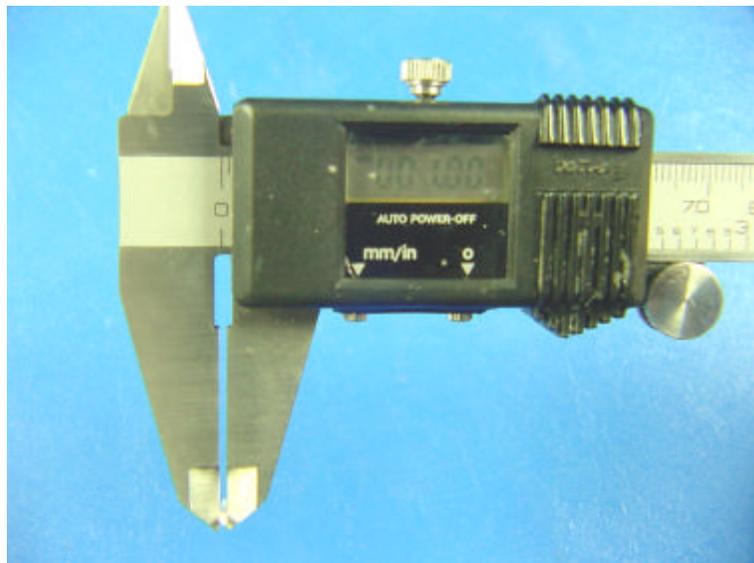


Figura 17: Aferição da área seccional do corpo-de-prova

Após este procedimento, os corpos-de-prova obtidos foram armazenados em uma estufa (Heraeus, Alemanha), por 24 horas em água destilada a 37°C, até o início do teste.

#### 4.2.5.2 Teste mecânico

O ensaio de resistência à micro-tração foi realizado em máquina de ensaio universal (Instron 4411) à velocidade de 0,5 mm/ minuto, utilizando-se um dispositivo metálico no mordente superior da máquina que foi acoplado a um eixo móvel com um rolamento em sua extremidade superior, de forma a diminuir esforços mecânicos complexos (Figura 18A). A parte inferior consistia de um eixo fixo. Em cada extremidade dos eixos havia uma parte metálica de formato quadrado de 10mm de lado em que o corpo-de-prova era fixado verticalmente com cola de cianoacrilato (Super Bonder Gel – Loctite). Para acelerar o processo de cura da cola, foi utilizado acelerador Loctite 7452. A resistência de união à tração em MPa foi calculada pela seguinte fórmula:

$$R_t = F/A,$$

onde:  $R_t$  é, a resistência à tração;  $F$  (Kgf), a força aplicada; e  $A$  ( $\text{mm}^2$ ), a área de união.

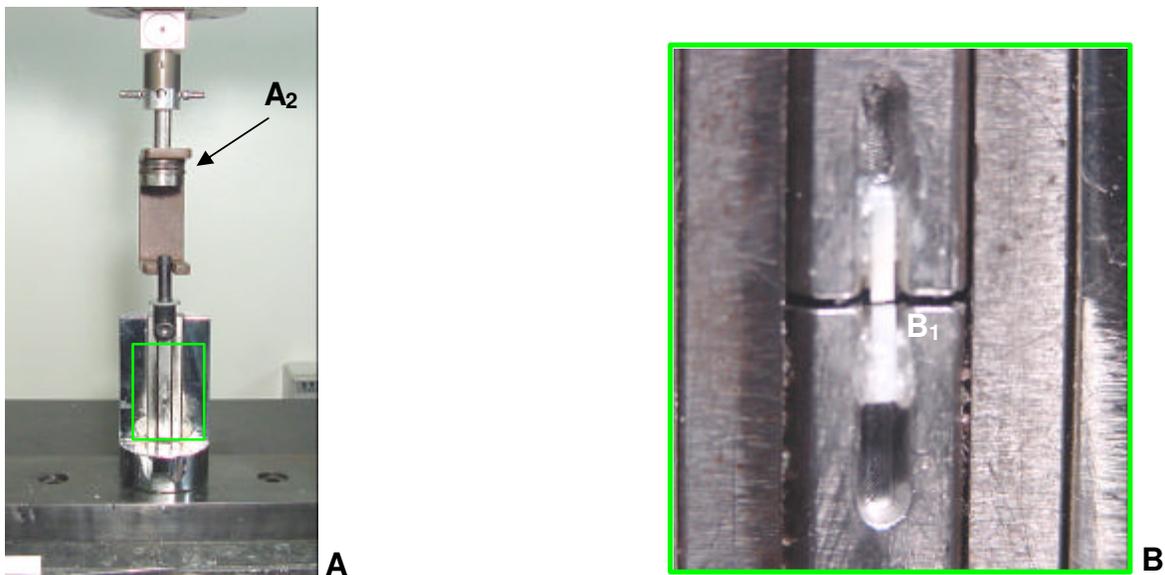


Figura 18: A- Vista panorâmica do dispositivo de ensaio; A<sub>1</sub>- dispositivo metálico para a realização do ensaio; A<sub>2</sub>- Rolamento; B- Detalhe da realização do ensaio; B<sub>1</sub>- Corpo-de-prova.

#### **4.2.6 Observação da região de fratura ao microscópio eletrônico de varredura**

Após os ensaios mecânicos, todos os corpos-de-prova foram preparados para a observação ao microscópio eletrônico de varredura (Jeol) com o intuito de verificar o tipo de falha ocorrida (coesiva, adesiva ou mista) e a morfologia da região fraturada. Para tanto, logo após a realização dos ensaios mecânicos, as superfícies de fratura foram revestidas com liga de ouro-paládio, sob alto vácuo (Balzers-SCD 050 sputter coater).

## 5 – RESULTADOS

### 5.1 – Ensaio de resistência ao cisalhamento

Os valores originais obtidos após ensaio de cisalhamento dos sistemas de união Clearfil SE Bond e Adper Single Bond, estão listados nas Tabelas 5 e 6 (Apêndice).

Esses valores foram submetidos à análise de variância (one-way) (Quadro 3). Os valores originais de resistência ao cisalhamento, registrados em MPa, foram transformados segundo  $\log(x+0)$  e submetidos ao teste de Tukey em nível de 5% de significância para a comparação das médias.

Quadro 3 : Análise de variância (ANOVA)

CAUSAS DA VARIAÇÃO	G.L.	S.Q.	Q.M.	VALOR F	PROB. >F.
MATERIAL	1	2,5776985	2,5776985	13,3852	0,00186
RESÍDUO	20	3,8515588	0,1925779		
	21	6,4292573			

MÉDIA GERAL = 1,391858

COEFICIENTE DE VARIAÇÃO = 31,529%

Pode se observar que quando se avaliou os sistemas adesivos pelo teste de cisalhamento houve diferença estatística sendo que o sistema Clearfil SE Bond apresentou maiores valores de união quando comparado ao sistema Adper Single Bond ( $p < 0,05$ ) (Tabela 1, Figura 19).

Tabela 1

Médias de resistência ao cisalhamento dos diferentes sistemas de união (MPa).

CSEB	SB
6,35 (3,18) a	3,02(1,04) b

Médias seguidas por letras minúsculas distintas na coluna, diferem entre si em nível de 5% significância, pelo teste de Tukey.  
( ) Desvio padrão.

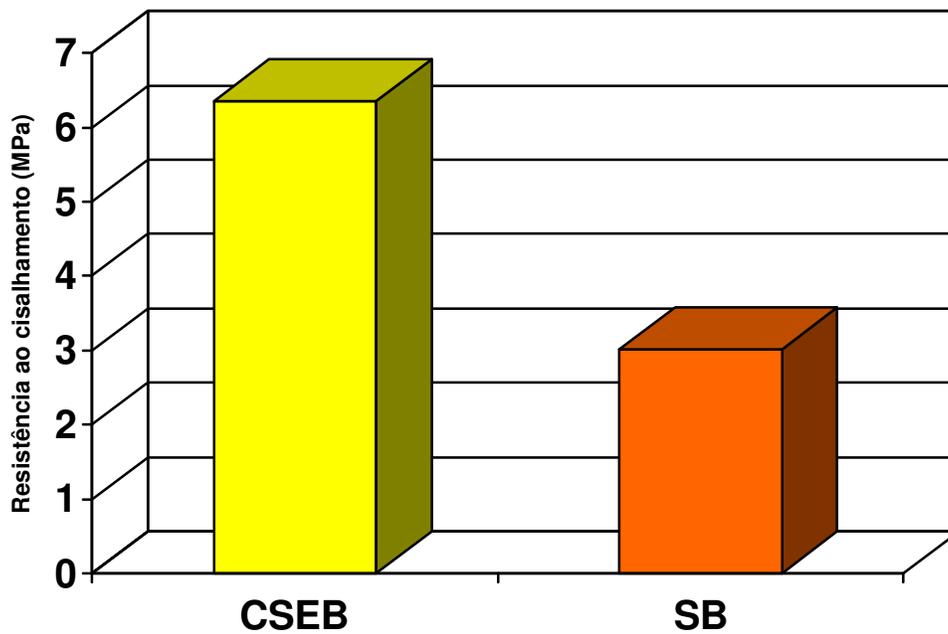


Figura 19: Ilustração gráfica das médias obtidas após ensaio de cisalhamento (MPa).

## 5.2 – Ensaio de resistência à tração

Os valores originais obtidos após ensaio de tração dos sistemas de união Clearfil SE Bond e Adper Single Bond, estão listados nas Tabelas 5 e 6 (Apêndice).

Esses valores foram submetidos à análise de variância (one-way) (Quadro 4). Os valores originais de resistência ao cisalhamento, registrados em MPa, foram transformados segundo  $\log(x+0)$  e submetidos ao teste de Tukey em nível de 5% de significância para a comparação das médias.

Quadro 4 : Análise de variância (ANOVA)

CAUSAS DA VARIAÇÃO	G.L.	S.Q.	Q.M.	VALOR F	PROB. >F.
MATERIAL	1	1,5933185	1,5933185	8,8261	0,00749
RESÍDUO	20	3,6104617	0,1805231		
	21	5,2037803			

MÉDIA GERAL = 2,169498

COEFICIENTE DE VARIAÇÃO = 19,584%

Pode se observar que quando se avaliou os sistemas adesivos pelo teste de tração, houve diferença estatística sendo que o sistema Clearfil SE Bond apresentou maiores valores de união comparado ao sistema Adper Single Bond ( $p < 0,05$ ) (Tabela 2, Figura 20).

Tabela 2

Médias de resistência à tração dos diferentes sistemas de união (MPa).

CSEB	SB
12,43(4,26) a	7,12(2,79) b

Médias seguidas por letras minúsculas distintas na coluna, diferem entre si em nível de 5% significância, pelo teste de Tukey.  
( ) Desvio padrão.

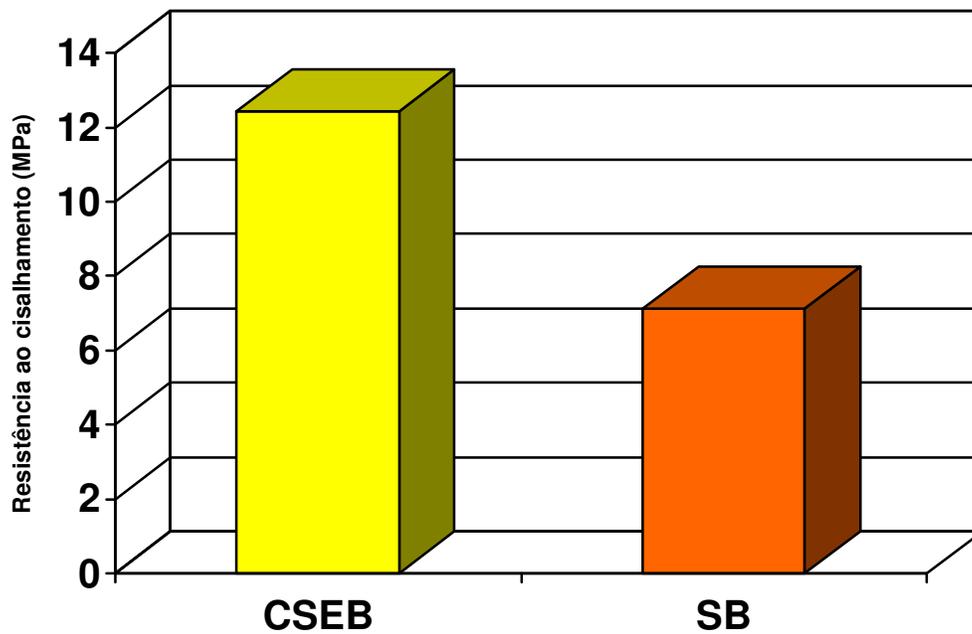


Figura 20: Ilustração gráfica das médias obtidas após ensaio de tração utilizando os sistemas de união Clearfil SE Bond e Adper Single Bond (MPa).

### 5.3 – Ensaio de resistência ao micro-cisalhamento

Os valores originais obtidos após ensaio de micro-cisalhamento dos sistemas de união Clearfil SE Bond e Adper Single Bond, estão listados nas Tabelas 5 e 6 (Apêndice).

Esses valores foram submetidos à análise de variância (one-way) (Quadro 5). Os valores originais de resistência ao micro-cisalhamento, registrados em MPa, foram transformados segundo  $\log(x+0)$  e submetidos ao teste de Tukey em nível de 5% de significância para a comparação das médias.

Quadro 5 : Análise de variância (ANOVA)

CAUSAS DA VARIAÇÃO	G.L.	S.Q.	Q.M.	VALOR F	PROB. >F.
MATERIAL	1	0,6187831	0,6187831	23,0920	0,00024
RESÍDUO	20	0,5359293			
	21	1,1547124			

MÉDIA GERAL = 3,4223371

COEFICIENTE DE VARIAÇÃO = 4,782%

Pode se observar que quando se avaliou os sistemas adesivos pelo teste de micro-cisalhamento, houve diferença estatística sendo que o sistema Clearfil SE Bond apresentou maiores valores de união comparado ao sistema Adper Single Bond ( $p < 0,05$ ).

Tabela 3

Médias de resistência ao micro-cisalhamento dos diferentes sistemas de união (MPa).

CSEB	SB
36,62(4,18) a	26,39(5,23) b

Médias seguidas por letras minúsculas distintas na coluna, diferem entre si em nível de 5% significância, pelo teste de Tukey.  
( ) Desvio padrão.

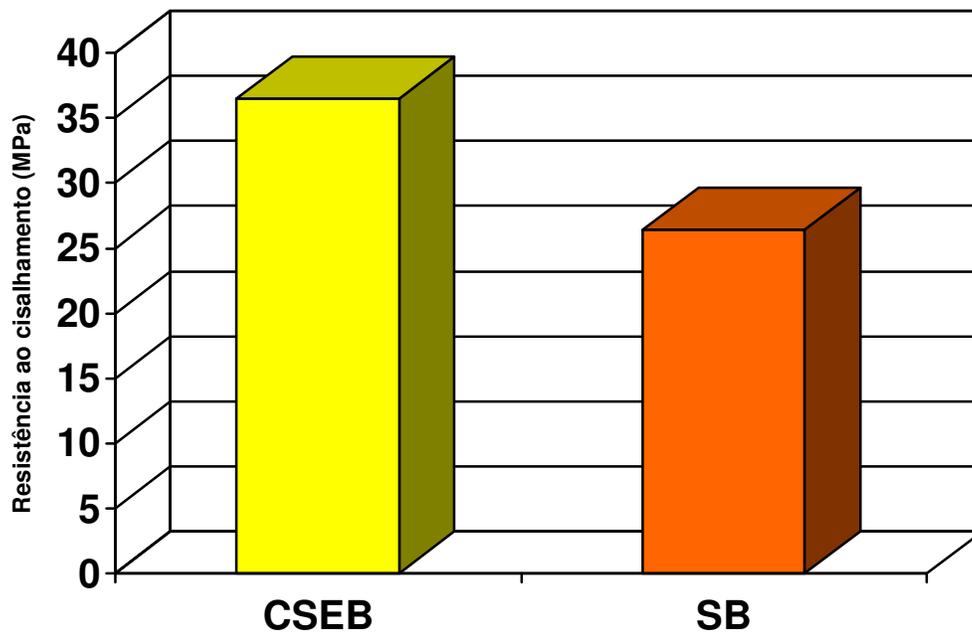


Figura 21: Ilustração gráfica das médias obtidas após ensaio de micro-cisalhamento (MPa).

#### 5.4 – Ensaio de resistência à micro-tração

Os valores originais obtidos após ensaio de micro-tração dos sistemas de união Clearfil SE Bond e Adper Single Bond, estão listados nas Tabelas 5 e 6 (Apêndice).

Esses valores foram submetidos à análise de variância (one-way) (Quadro 6). Os valores originais de resistência à micro-tração, registrados em MPa, foram transformados segundo  $\log(x+0)$  e submetidos ao teste de Tukey em nível de 5% de significância para a comparação das médias.

Quadro 6 : Análise de variância (ANOVA)

CAUSAS DA VARIAÇÃO	G.L.	S.Q.	Q.M.	VALOR F	PROB. >F.
MATERIAL	1	0,5181730	0,5181730	6,4511	0,01853
RESÍDUO	20	1,6064659	0,803233		
	21	2,1246390			

MÉDIA GERAL = 3,195304

COEFICIENTE DE VARIAÇÃO = 8,870%

Pode se observar que quando se avaliou os sistemas adesivos pelo teste de micro-tração, houve diferença estatística sendo que o sistema Clearfil SE Bond apresentou maiores valores de união comparado ao sistema Adper Single Bond ( $p < 0,05$ ) (Tabela 4, Figura 22).

Tabela 4

Médias de resistência à micro-tração dos diferentes sistemas de união (MPa).

CSEB	SB
30,10 (8,90)a	21,99 (2,51) b

Médias seguidas por letras minúsculas distintas na coluna, diferem entre si em nível de 5% significância, pelo teste de Tukey.  
( ) Desvio padrão.

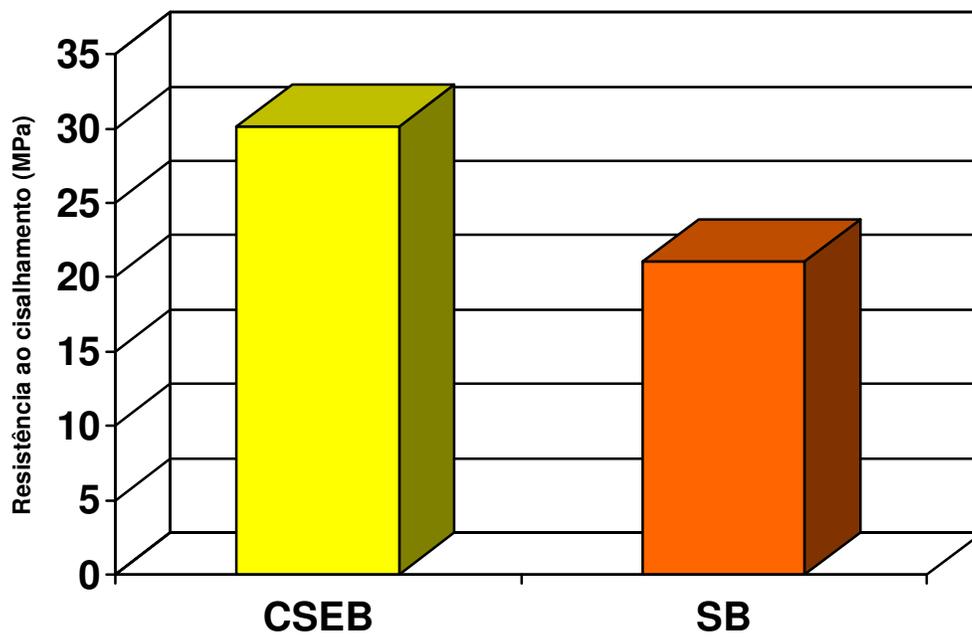


Figura 22: Ilustração gráfica das médias obtidas após ensaio de micro-tração (MPa).

## 5.5 – Observação da região de fratura em microscopia eletrônica de varredura

As fotomicrografias obtidas em microscopia eletrônica de varredura, mostram amostras onde existiram falhas do tipo mista (adesiva e coesiva em dentina) utilizando o sistema de união Clearfil SE Bond (Figura 23) e do tipo adesiva quando se utilizou o sistema Adper Single Bond (Figura 24), para o teste de cisalhamento.

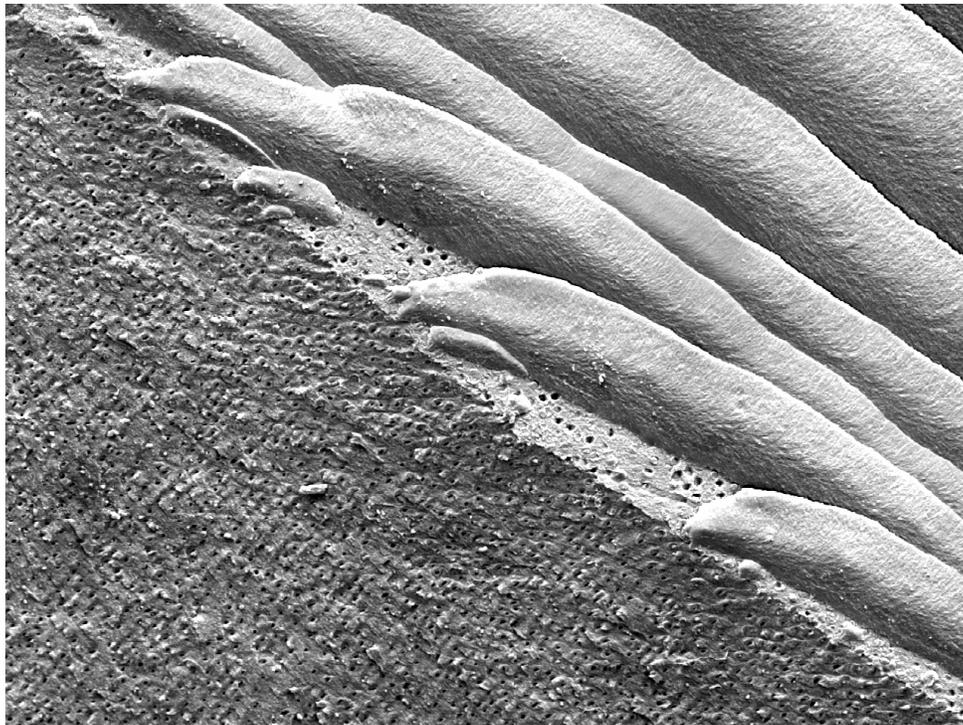


Figura 23: Aspecto morfológico da região de fratura após ensaio de cisalhamento utilizando o sistema adesivo Clearfil SE Bond 250x. Observa-se falha do tipo mista (adesiva e coesiva em dentina).

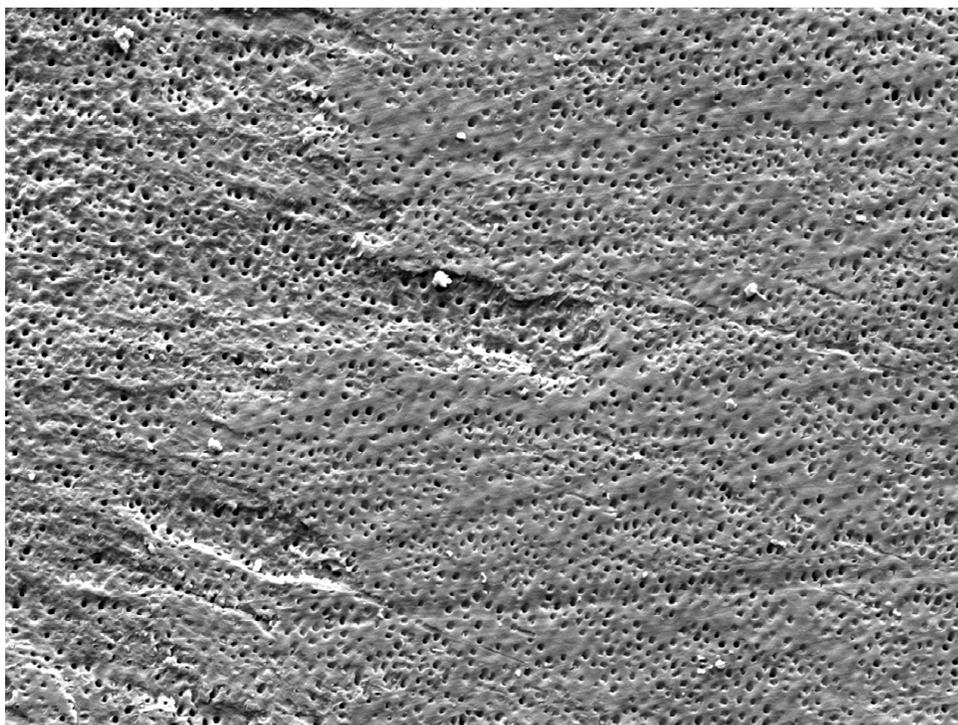


Figura 24: Aspecto morfológico da região de fratura após ensaio de cisalhamento utilizando o sistema adesivo Adper Single Bond em aumento de 250x. Observa-se falha do tipo adesiva.

Para o teste de tração, as fotomicrografias obtidas em microscopia eletrônica de varredura, mostraram a existência de falhas do tipo adesiva ou mista quando se utilizou os sistemas de união Clearfil SE Bond (Figuras 25 e 26) e Adper Single Bond (Figuras 27 e 28).

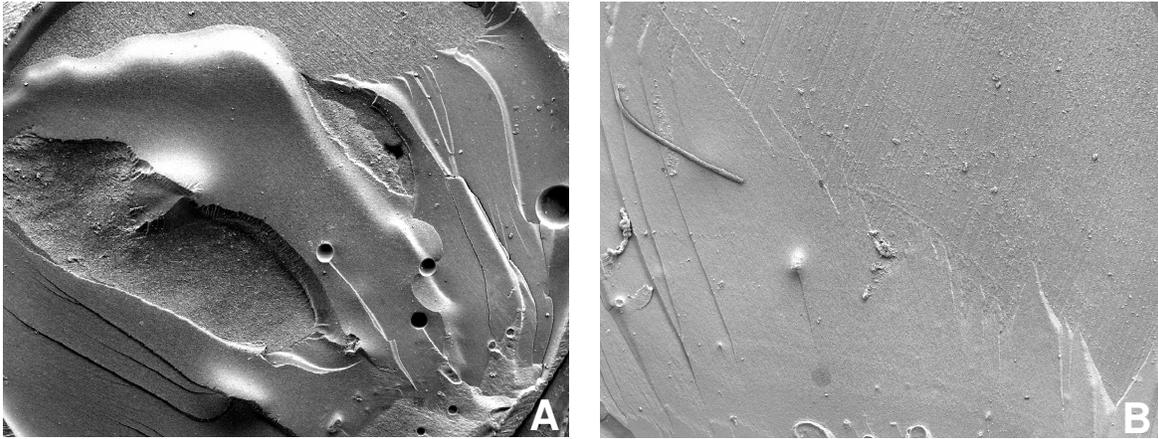


Figura 25 A e B: Aspecto morfológico da região de fratura após ensaio de tração utilizando o sistema adesivo Clearfil SE Bond. Observa-se falha adesiva (aumento de 35x).

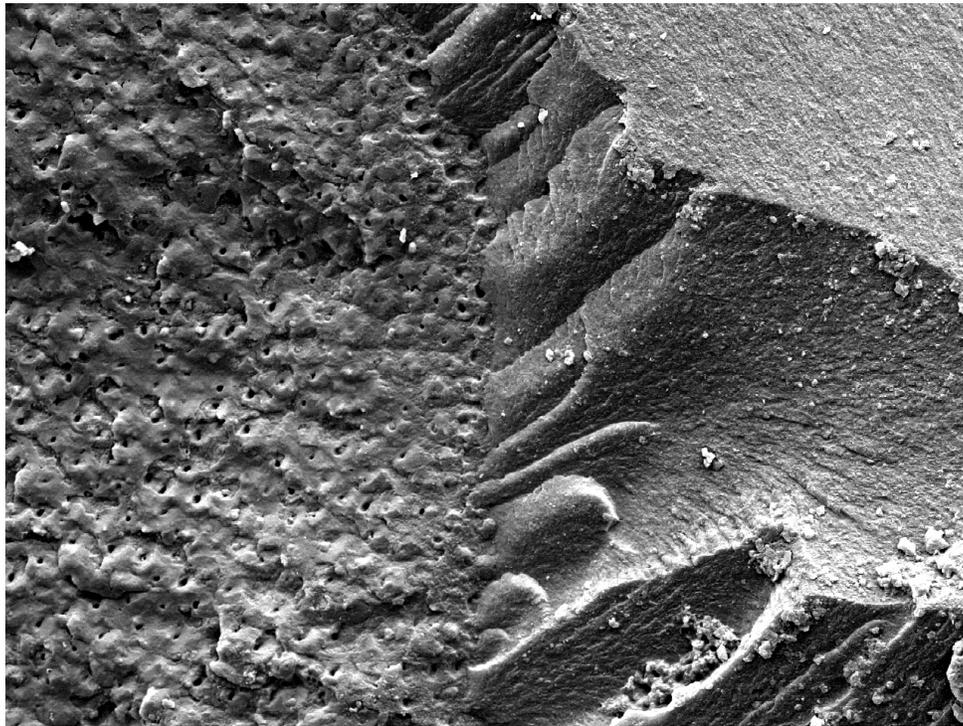


Figura 26: Aspecto morfológico da região de fratura após ensaio de tração utilizando o sistema adesivo Clearfil SE Bond. Observa-se falha do tipo mista (aumento de 250x).

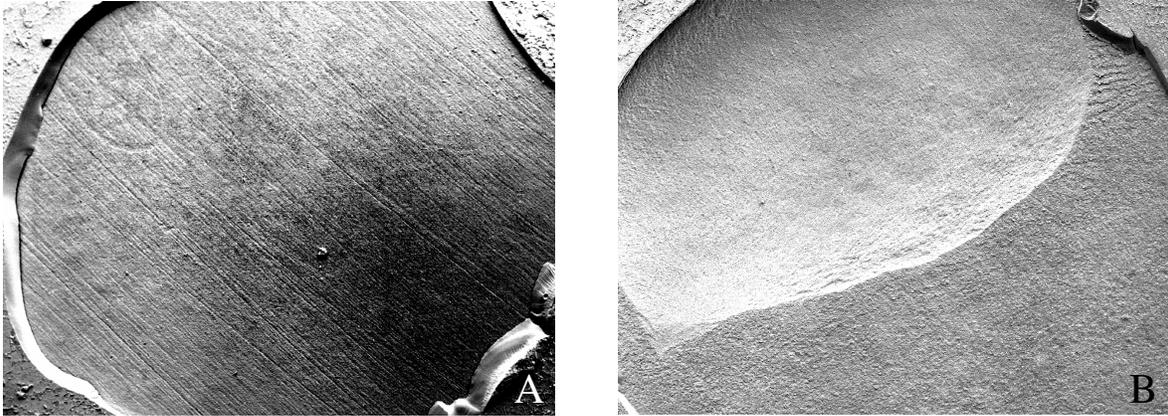


Figura 27: Aspecto morfológico da região de fratura após ensaio de tração utilizando o sistema adesivo Adper Single Bond. Observa-se falha adesiva (A) e mista (B) (aumento de 35x)..

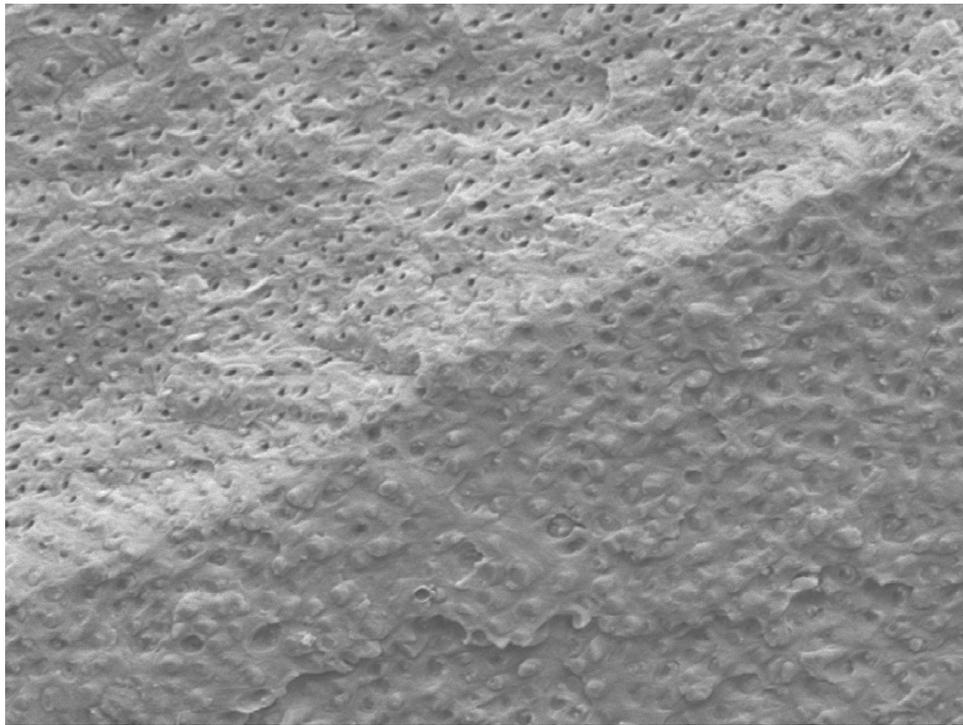


Figura 28: Aspecto morfológico da região de fratura após ensaio de tração utilizando o sistema adesivo Adper Single Bond. Observa-se falha do tipo mista (aumento de 250x).

Para o teste de micro-cisalhamento, as fotomicrografias obtidas em microscopia eletrônica de varredura, mostram a existência de falhas do tipo adesiva (Figura 30) e mista (Figura 29) utilizando o sistema de união Clearfil SE Bond e somente do tipo adesiva para o sistema Adper Single Bond (Figura 31) .

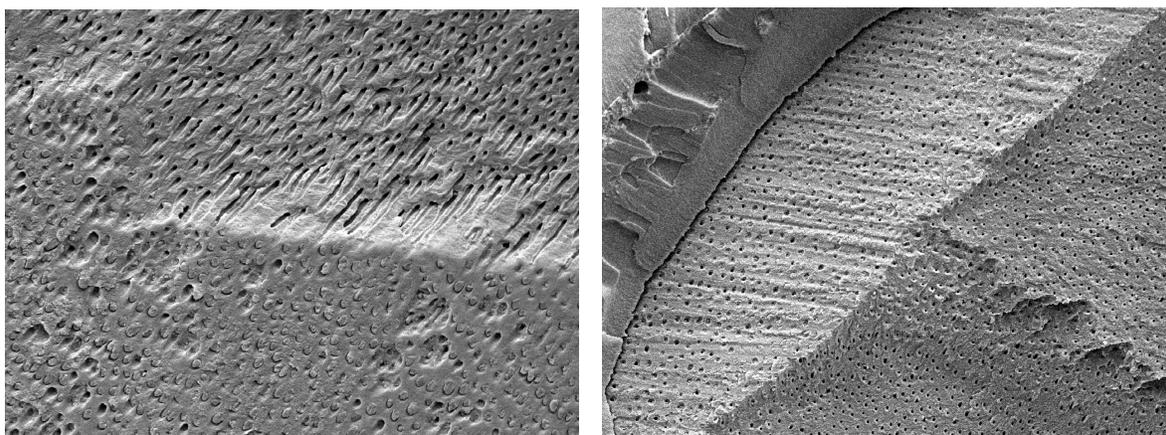


Figura 29: Aspecto morfológico da região de fratura após ensaio de micro-cisalhamento utilizando o sistema adesivo Clearfil SE Bond. Observa-se falha mista (aumento de 300 e 500x).

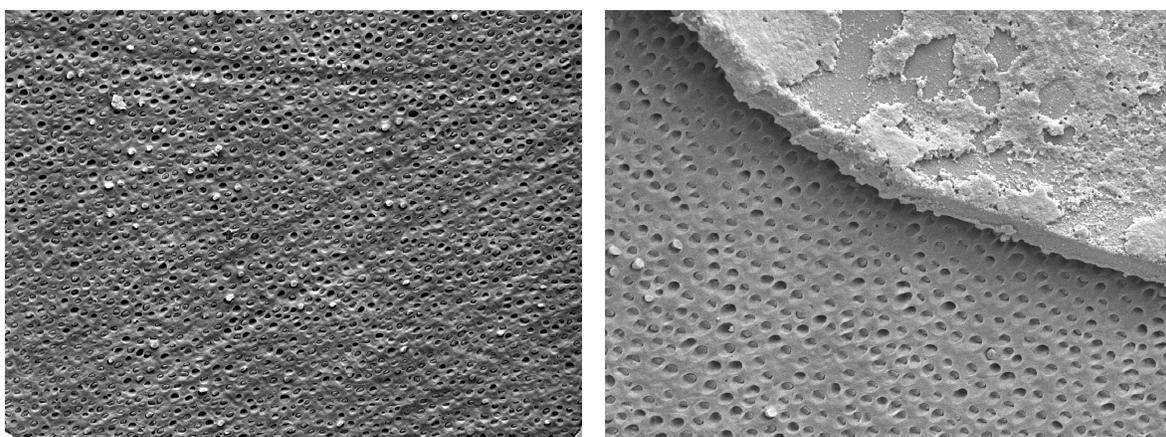


Figura 30: Aspecto morfológico da região de fratura após ensaio de micro-cisalhamento utilizando o sistema adesivo Clearfil SE Bond. Observa-se falha adesiva (aumento de 300 e 500x).

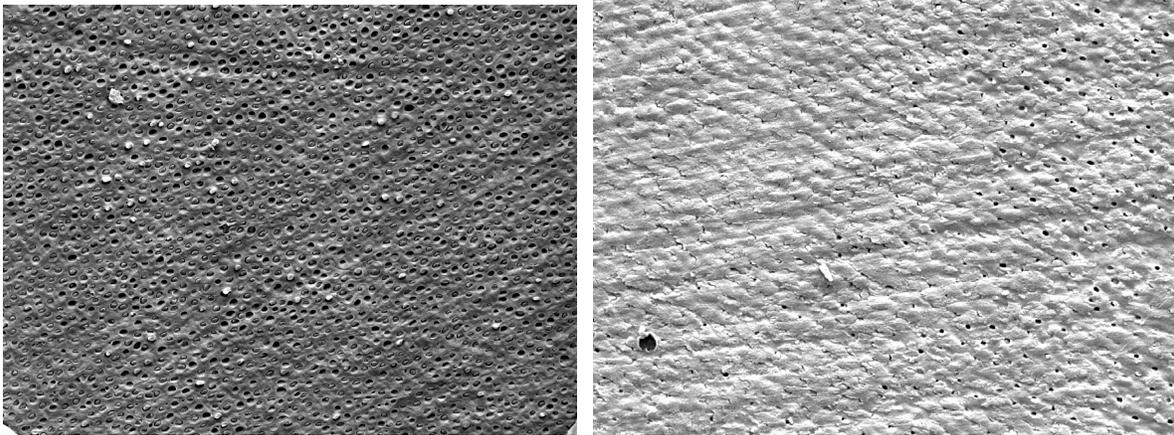


Figura 31: Aspecto morfológico da região de fratura após ensaio de micro-cisalhamento utilizando o sistema adesivo Adper Single Bond. Observa-se falha adesiva (aumento de 300 e 500x).

Para o teste de micro-tração, as fotomicrografias obtidas em microscopia eletrônica de varredura, mostram a existência de falhas do tipo mistas e adesivas utilizando o sistema de união Clearfil SE Bond (Figuras 32 e 33) e adesiva para o sistema Adper Single Bond (Figuras 34 e 35).

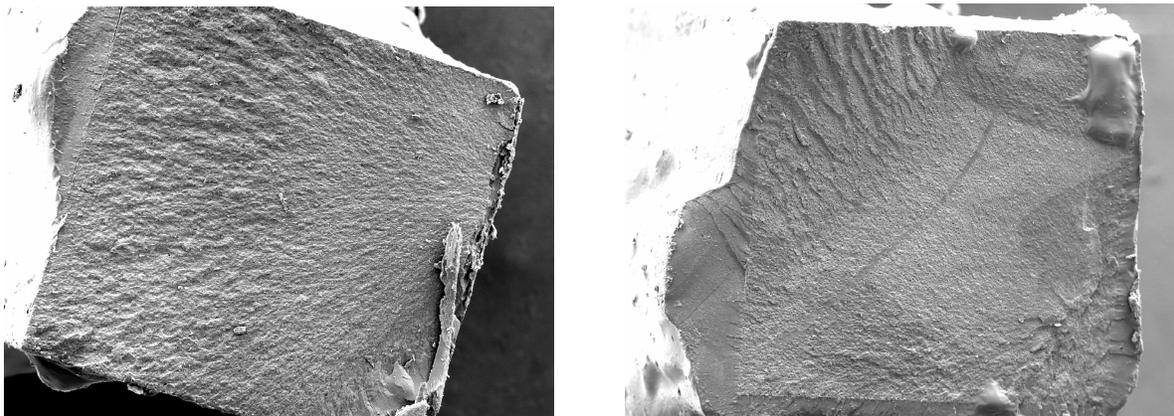


Figura 32: Aspecto morfológico da região de fratura após ensaio de micro-tração utilizando o sistema adesivo Clearfil SE Bond. Observa-se falha mista (aumento de 85x).

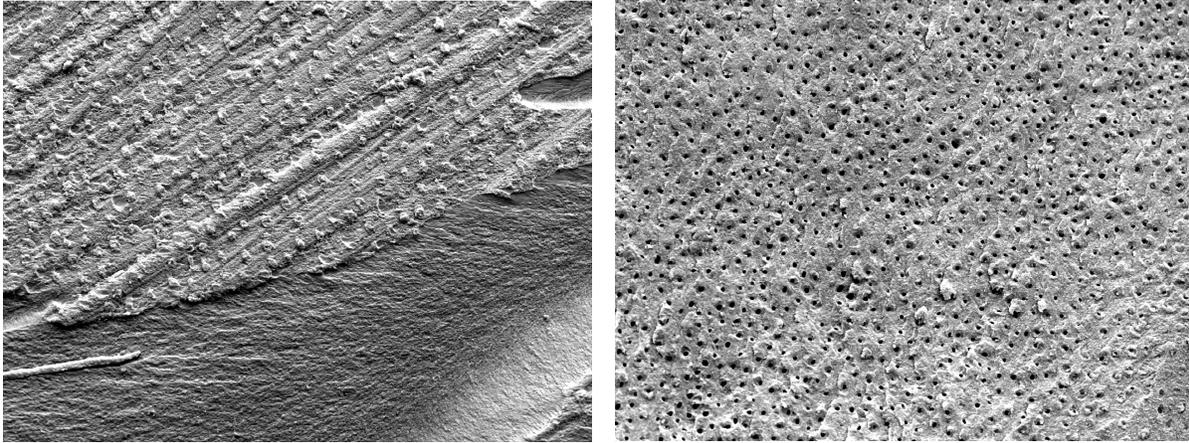


Figura 33: Aspecto morfológico da região de fratura após ensaio de micro-tração utilizando o sistema adesivo Clearfil SE Bond. Observa-se falha adesiva (aumento de 500x)..

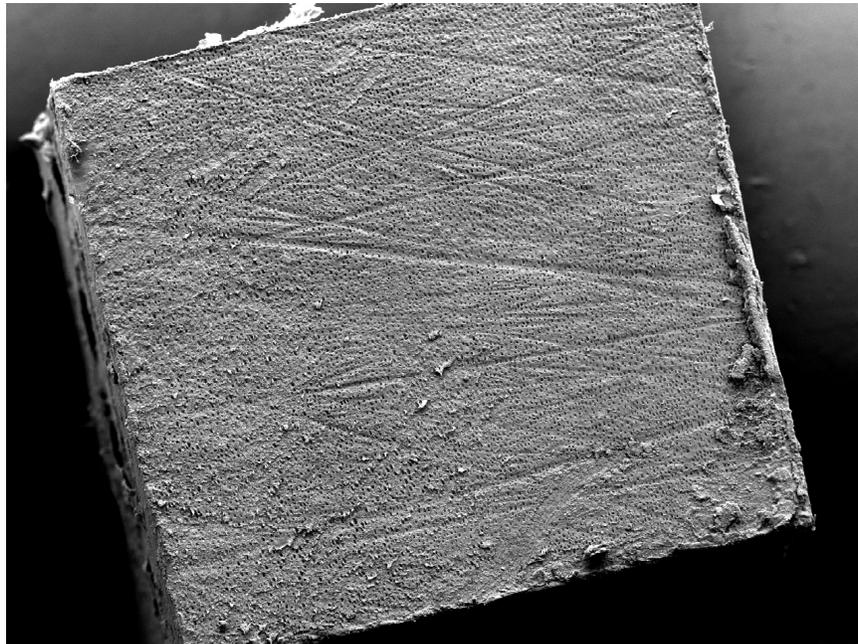


Figura 34: Aspecto morfológico da região de fratura após ensaio de micro-tração utilizando o sistema adesivo Adper Single Bond. Observa-se falha adesiva (aumento de 90x)..

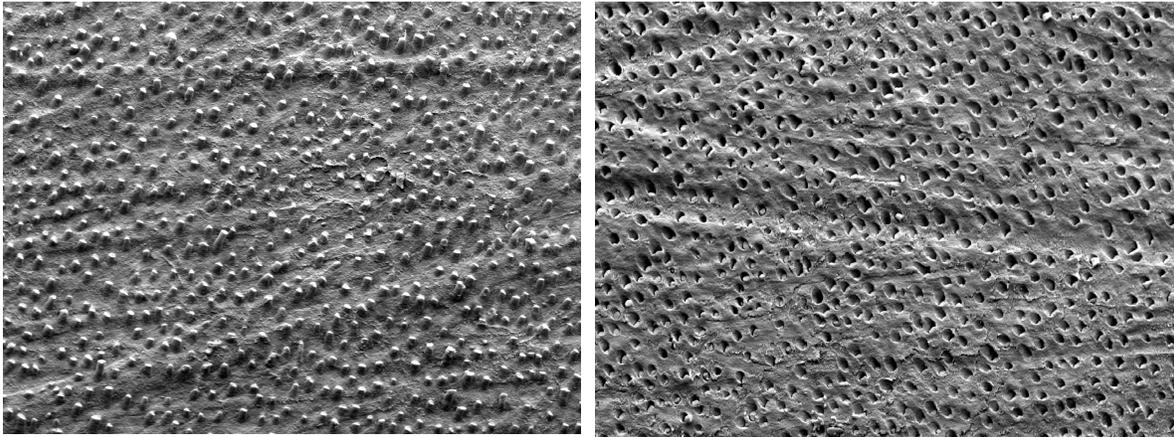


Figura 35: Aspecto morfológico da região de fratura após ensaio de cisalhamento utilizando o sistema adesivo Adper Single Bond. Observa-se falha adesiva (aumento de 500x)..

O Quadro 7 mostra os padrões de falhas observados ao microscópio eletrônico de varredura, ocorridas na interface dentina-compósito, após os ensaios de cisalhamento, tração, micro-cisalhamento e micro-tração.

Quadro 7: Padrão de falha (%) encontrado após ensaio de cisalhamento quando da utilização dos sistemas adesivos e testes de ensaio mecânico.

	Cisalhamento		Tração		Micro-cisalhamento		Micro-tração	
	adesiva	mista	adesiva	mista	adesiva	mista	adesiva	mista
CSEB	37	63	72	28	37	63	36	64
SB	100	0	90	10	100	0	100	0

Resultados expressos em porcentagem

\* mista = adesiva-coesiva no substrato dentinário.

## 6 – DISCUSSÃO

Após o desenvolvimento de sistemas adesivos hidrófilos direcionados ao tecido dentinário (FUSAYAMA, 1979) e pesquisas dirigidas para uma melhor compreensão da formação da camada híbrida (NAKABAYASHI, 1982) ou zona de interdifusão (VAN MEERBEEK, 1992), a qualidade de união entre dentina e compósitos aumentou consideravelmente, provocando também uma diferenciação em relação aos estudos dessa união devido ao desenvolvimento tecnológico tanto dos sistemas adesivos quanto dos métodos de avaliação.

É interessante que se ressalte a importância dos testes laboratoriais para o desenvolvimento dos sistemas adesivos, mas essencialmente é importante saber o que se pode determinar com a utilização de cada um desses testes laboratoriais (RETIEF, 1986, 1991; SUDSANGIAN & VAN NOORT, 1999).

Para avaliar a qualidade da união entre dentina e compósito restaurador vários estudos já foram e vem sendo realizados, sendo os mais comuns o ensaio de cisalhamento e tração, no qual o resultado da força obtida para a fratura da amostra é dividida pela área de união. Devido à inexistência de padronização dos testes realizados por diversos autores, torna-se difícil uma comparação dos resultados obtidos. A ISO através da norma TR 11405, promoveu uma tentativa para padronização desses testes em 1991, situação reconhecida por ØILO (1993).

Devido à escassez de dentes humanos para estudos, algumas alternativas foram sugeridas para a sua substituição; atualmente a mais utilizada é o uso de dentes bovinos (NAKAMICHI, 1983) que possuem histologia semelhante ao do órgão dental humano, permitindo assim, a prática dos estudos de união.

Dois tipos de sistemas adesivos com ações diferentes na lama dentinária foram utilizadas nesse estudo: Adper Single Bond e Clearfil SE Bond. O primeiro,

tem como característica a remoção da mesma através da utilização de ácido fosfórico 35% e o segundo, modificação e preservação através de *primer* contendo monômeros mais ácidos. Sendo assim, a qualidade da superfície a ser tratada, possui extrema importância no processo de união, visto que, enquanto uma superfície mais rugosa favorece os sistemas adesivos que utilizam o condicionamento ácido para a remoção da lama dentinária, devido à retenção mecânica, superfícies mais lisas favorecem os sistemas *self etch* (KOIBUCHI, YASUDA & NAKABAYASHI, 2001). Por esse motivo, em nosso estudo, utilizamos lixas de granulação 180 e 400 com o objetivo de se obter maior proximidade clínica e promover uma rugosidade média para não favorecer nenhum dos sistemas adesivos utilizados.

Dentre os testes para avaliação da resistência da união dentina-compósito restaurador, o método de cisalhamento apesar de apresentar maior facilidade de realização, comparado aos testes de tração e micro-tração, tem como característica uma distribuição não-uniforme de tensões na região de união (DE HOFF, 1995; DELLA BONA & VAN NOORT, 1995; PASHLEY, 1995; VERSLUIS *et al.*, 1997; DRUMMOND, 1996). O teste preconizado pela ISO utiliza como forma de carregamento o cinzel aplicado paralelamente à região de união o mais próximo possível, entretanto sem que haja contato evitando assim fricção. Entretanto, SINHORETI *et al.*, em 2001, explicaram em seu trabalho que o uso de cinzel bem como o fio ortodôntico para a realização do carregamento no teste mecânico implica em momentos de flexão criados pela mínima distância entre o carregamento e a superfície de união, além de clivagem, tração e compressão. O uso de dispositivos que envolvam completamente o corpo-de-prova tais como fitas de maior área (SINHORETI *et al.*, 2001) diminuiriam esses esforços complexos, criando assim, maior concentração de tensões tangenciais na região de união, promovendo melhor deslizamento entre planos. Entretanto, o uso de alguns

sistemas adesivos mais recentes apresenta grande quantidade de falhas coesivas ou mistas em dentina.

Falhas coesivas muitas vezes são reconhecidas erroneamente como a resistência mecânica da região de união maior que a própria resistência coesiva dos materiais envolvidos nos testes de cisalhamento. VERSLUIS *et al.* (1997) explicam que além da mecânica do teste, existe um alto efeito de resistência diferencial devido a friabilidade dos materiais envolvidos. No teste de cisalhamento, o cilindro de compósito restaurador está predominantemente em compressão, enquanto que na dentina, existem forças de tração. A resistência à tração é menor que a de compressão para ambos materiais envolvidos fazendo como que uma trinca se propague para o interior do material onde tensões de tração são mais evidentes, causando a falha coesiva da dentina. No presente estudo, o sistema Clearfil SE Bond, apresentou grande quantidade (63%) de falhas mistas (adesiva e coesiva em dentina) (Quadro 7). Nesse sistema, não existe a formação de zona rica em colágeno (SHONO *et al.*, 1999; SANO *et al.*, 1999) uma vez que ocorre a desmineralização mediante a penetração do *primer* obtendo-se melhor qualidade de união. Portanto, a falha se inicia com uma força maior devido a menor quantidade de falhas e trincas. Uma vez criada a trinca em dentina, ela se propaga criando falhas coesivas com valores mais altos de união do que do sistema Adper Single Bond, que por sua vez apresentou qualidade de união inferior quando comparado ao sistema Clearfil SE Bond. Isso pode ser evidenciado devido às falhas serem adesivas, portanto a tensão necessária para a fratura da região de união foi menor do que o início de propagação de trincas em dentina.

Estudos foram realizados com o intuito de comparar os testes de cisalhamento e tração. (ØILO & AUSTRHEIM, 1993; KITASAKO *et al.* 1995; CARDOSO, BRAGA & CARRILHO, 1998). Entretanto, devido as deficiência dos testes preconizados pela ISO, várias metodologias são elaboradas. OSHIMA, em

2001, realizou um trabalho com o objetivo de descobrir alternativas para melhor distribuição de tensões em testes de tração. Comparando o método da ISO e um dispositivo no qual duas juntas universais eram acopladas á máquina de teste, melhor alinhamento do conjunto foi obtido com o último, criando tensões mais próximas às de tração. Em 2003, uma revisão dessa norma incorporou o uso de juntas universais ou correntes visando esse melhor alinhamento neste tipo de teste. O presente estudo foi realizado com modificações baseadas nesses trabalhos; assim, o teste de tração como o de micro-tração possuíam juntas universais e rolamentos que permitiam melhor alinhamento dos corpos-de-prova durante o ensaio mecânico.

No teste de tração, o sistema Clearfil SE Bond também mostrou maior resistência de união comparado ao sistema Adper Single Bond apresentando algumas falhas coesivas em dentina (Quadro 7, Figuras 25 e 26). A explicação sobre os maiores valores de união nesse tipo de teste também se deve a melhor qualidade de união. Entretanto, diferentemente do teste de cisalhamento, menor quantidade de falhas mistas (adesiva e coesiva em dentina) ocorreram para ambos os sistemas. Pode-se observar na literatura que o teste de tração leva à tensões mais uniformes comparado ao teste de cisalhamento (VAN NOORT *et al.*, 1989, PASHLEY, 1995). Do ponto de vista, apesar do presente teste de tração apresentar juntas universais para a obtenção de melhor alinhamento, pode ser que isso não tenha sido suficiente para compensar todos os tipos de esforços diferentes do de tração, criando situações onde forças complexas estejam atuando, criando assim um “elo fraco” da união onde a resistência coesiva é menor, ou seja, em dentina. Pode-se observar também, maior valor de união comparado ao teste de cisalhamento, diferentemente do que foi encontrado por CARDOSO, BRAGA & CARRILHO (1998). Isso pode ser explicado pelo fato de que, além de uma melhor distribuição de tensões comparadas ao teste de cisalhamento, não houve nesse

estudo, área delimitada para aplicação de aplicação de adesivo no teste de tração. VAN NOORT *et al.*, em 1991, citaram em seu trabalho que, neste tipo de teste, o corpo-de-prova fratura-se primeiramente, entretanto mesmo após fraturado, permanece fixado à amostra devido a uma força de sucção. Além disso, as condições de teste não são comparáveis devido às diferenças entre os mesmos

Segundo a teoria de GRIFFITH (1920), quanto menor a área, maiores são os valores de união, devido a menor probabilidade de existirem falhas na mesma. Pensando nisso, SANO *et al.*, em 1994, desenvolveram um teste de micro-tração em que, preconiza-se o procedimento de união em grandes áreas para após diminuí-las através de corte ou desgaste até obter-se áreas de secção entre 0,5 a 1mm<sup>2</sup>. Além de realmente apresentar valores de união maiores (SHONO *et al.*, 1997; PHRUKANNON *et al.*, 1998), existe a possibilidade de interação entre testes *in vivo* e *in vitro* com essa metodologia, pois pode-se confeccionar uma restauração com função em animais ou pacientes, sujeitando-as ao ambiente bucal. Desse modo, podem se avaliar diretamente alguns fatores impossíveis de se simular em laboratório.

O teste de micro-tração do presente estudo mostrou características importantes no que diz respeito ao sistema Adper Single Bond; todas as falhas ocorridas foram do tipo adesiva (Quadro 7, Figuras 34 e 35). Portanto, nesse caso, além de existir melhor distribuição de tensões em relação aos outros métodos, houve também menor quantidade de falhas internas inerentes da própria dentina devido à pequena área que resistiu coesivamente ao esforço de tração. Já o sistema Clearfil SE Bond, apresentou maiores valores de união (Tabela 4, Figura 22) e maior porcentagem (64%) de falhas mistas do que falhas adesivas (34%) (Quadro 7, Figuras 32 e 33). Nesse caso, como pode-se observar que houve melhor distribuição de tensões, é possível afirmar que a qualidade da união foi realmente boa e que

nesse caso, as falhas internas, tanto da dentina como no compósito restaurador, levou a esse tipo de fratura.

É interessante ressaltar, no caso do método de micro-tração, o modo de confecção dos corpos-de-prova. Uma vez realizada a restauração, para se obter áreas de união de 0,5 a 1mm<sup>2</sup>, as amostras passam por processo de corte seriado com o uso de disco diamantado sob refrigeração a água. GORACCI *et al.* (2004) explicam que os cortes com disco diamantado são preferíveis ao estrangulamento da região de união com o desgaste pelo uso de brocas (formato de ampulheta), devido à criação de trincas e tensões desnecessárias. Entretanto esses cortes ainda podem induzir tensões nessa região, levando a uma “seleção natural” de áreas com união adequada, uma vez que durante esse processo se uma determinada área não suportar as tensões induzidas, é automaticamente descartada. Entretanto, um mascaramento de resultados pode ocorrer se o intuito da avaliação for, por exemplo, a identificação de falhas ou mapeamento da área de união, visto que apenas os corpos-de-prova mais resistentes são testados. Além disso, EL ZOHARI *et al.* (2004) mostram também que a área de teste é bastante relevante no teste de micro-tração. Através de método de elementos finitos, houve comprovação de que a existência de uma área que não seja quadrada e sim retangular, pode levar a indução de tensões não uniformes. ABDALLA (2004) propôs uma nova metodologia do teste de micro-tração, onde não existe indução de tensões devido ao corte e, além disso, tanto a dentina como o compósito restaurador apresentam maior volume e conseqüentemente maior resistência coesiva.

Devido à complexidade da aplicação do método de micro-tração, MCDONOUGH *et al.*, (2002) propuseram o teste de micro-cisalhamento, uma modificação de um teste chamado *microbond*, inicialmente criado para avaliar a união entre material inorgânico e orgânico de compósitos (MCDONOUGH, ANTONUCCI & DUNKERS, 2001) e trazido à esfera dos testes de união dentina-

compósito restaurador (SHIMADA, 2002A, B; SHIMADA, KIKUSHIMA & TAGAMI, 2002; SHIMADA & TAGAMI, 2003, SENAWONGSE *et al.*, 2004). O teste modificado, chamado de micro-cisalhamento consiste na aplicação de carga paralela á superfície da união, que por sua vez, apresenta áreas circulares de aproximadamente 0,7mm de diâmetro. Nesse teste não existe indução de tensões durante a confecção do corpo-de-prova. Entretanto, como se pode observar, as falhas para esse teste foram predominantemente mistas (adesiva e coesiva em dentina) para o sistema Clearfil SE Bond (Quadro 7, Figuras 29 e 30). Mais uma vez, como citado anteriormente, durante o ensaio mecânico houve um momento de flexão causando complexidade de tensões durante o mesmo, provavelmente devido à utilização do fio ortodôntico para o carregamento. Além disso, devido ao diminuto tamanho dos corpos-de-prova, foi extremamente difícil se conseguir que permanecessem exatamente perpendiculares à superfície, além de existir excesso de adesivo/ compósito restaurador circundando a área de união, impedindo assim que a distância entre o carregamento com fio ortodôntico e a superfície de união fosse mínima. Para o sistema Adper Single Bond, as falhas foram totalmente do tipo adesiva (Quadro 7, Figuras 34 e 35).

É importante ressaltar que as falhas coesivas que ocorrem em dentina se devem ao fato da própria natureza de cada um dos testes mecânicos e a indução de falhas durante os procedimentos de união e não pela ação dos sistemas adesivos. ZHANG *et al.* (1998) provaram que a ação de agentes presentes nos sistemas adesivos, não altera a propriedade mecânica da matriz dentinária desmineralizada. Além disso, todas as falhas coesivas em dentina ocorrem distante da zona de interdifusão. GIANNINI, SOARES & CARVALHO (2004) também mostraram que a resistência coesiva da dentina superficial e média, como utilizada no presente teste, supera a resistência mecânica da união dentina- sistemas adesivos.

Sendo assim, é importante considerar se realmente os valores de todos os testes apresentados representam a real mensuração da resistência e da qualidade da união dentina-sistemas adesivos, visto que, além de todos os tópicos abordados, deve-se considerar também que a área de união em contato com o sistema adesivo é bem diferente da que delimitamos e consideramos para o cálculo de resistência de união, se levarmos em conta que estes sistemas adesivos aderem-se a uma superfície irregular de dentina, lama dentinária, matriz desmineralizada e túbulos dentinários. Uma alternativa viável seria então, no que diz respeito à medição da resistência mecânica, a verificação da tenacidade da união proposta por TANTBIROJN *et al.* (2000) devido a sua metodologia apresentar, pelas características geométricas da área de delimitação de aplicação do sistema adesivo, falhas adesivas por natureza além de valores de união independentes da área, visto que a tenacidade é medida em quantidade de energia.

## 7 – CONCLUSÃO

De acordo com os resultados obtidos nesse estudo, pode-se concluir que:

- Os resultados apresentados pelos ensaios mecânicos quando se utilizou o sistema Clearfil SE Bond apresentaram u maiores valores em relação ao Adper Single Bond, em todos os testes avaliados;
- O sistema Clearfil SE Bond apresentou falhas mistas (adesiva e coesiva em dentina) em todos os testes avaliados;
- Nenhum dos testes foi capaz de avaliar “verdadeiramente” a resistência da união dentina–compósito restaurador.

## 8-REFERÊNCIAS

1. Abdalla AI. Microtensile and tensile bond strength of single-bottle adhesives: a new test method. *J Oral Rehabil* 2004;31(4):379-84.
2. Barkmeier WW, Cooley RL. Laboratory evaluation of adhesive systems. *Oper Dent* 1992;Suppl 5:50-61.
3. Brudevold F, Buonocore M, Wileman W. A report on a resin composition capable of bonding to human dentin surfaces. *JDent Res* 1956;35(6):846-51.
4. Buonocore MG. A simple method of increasing the adhesion of acrylic filling materials to enamel surfaces. *JDent Res* 1955;34(6):849-53.
5. Cardoso PE, Braga RR, Carrilho MR. Evaluation of micro-tensile, shear and tensile tests determining the bond strength of three adhesive systems. *Dent Mater* 1998;14(6):394-8.
6. DeHoff PH, Anusavice KJ, Wang Z. Three-dimensional finite element analysis of the shear bond test. *Dent Mater* 1995;11(2):126-31.
7. Della Bona A, van Noort R. Shear vs. tensile bond strength of resin composite bonded to ceramic. *JDent Res* 1995;74(9):1591-6.
8. Drummond JL, Sakaguchi RL, Racean DC, Wozny J, Steinberg AD. Testing mode and surface treatment effects on dentin bonding. *J Biomed Mater Res* 1996;32(4):533-41.
9. El Zohairy AA, de Gee AJ, de Jager N, van Ruijven LJ, Feilzer AJ. The influence of specimen attachment and dimension on microtensile strength. *JDent Res* 2004;83(5):420-4.
10. Fusayama T, Nakamura M, Kurosaki N, Iwaku M. Non-pressure adhesion of a new adhesive restorative resin. *JDent Res* 1979;58(4):1364-70.
11. Giannini M, Soares CJ, de Carvalho RM. Ultimate tensile strength of tooth structures. *Dent Mater* 2004;20(4):322-9.

12. Goracci C, Sadek FT, Monticelli F, Cardoso PE, Ferrari M. Influence of substrate, shape, and thickness on microtensile specimens' structural integrity and their measured bond strengths. *Dent Mater* 2004;20(7):643-54.
13. Griffith AA. The phenomena of rupture and flow in solids. *Phil Trans Roy Soc Lon* 1920; (Series A) A221: 168-198 *Apud* Pashley DH, Sano H, Ciucchi B, Yoshiyama M, Carvalho RM. Adhesion testing of dentin bonding agents: a review. *Dent Mater* 1995;11(2):117-25.
14. INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION - Guidance on testing of adhesion to tooth structure. ISO/ TC106/ SC 1 N236, Resolution 6 1. - CD TR 11405, Trieste, October, 1991.
15. Kitasako Y, Burrow MF, Nikaido T, Harada N, Inokoshi S, Yamada T, *et al.* Shear and tensile bond testing for resin cement evaluation. *Dent Mater* 1995;11(5):298-304.
16. Koibuchi H, Yasuda N, Nakabayashi N. Bonding to dentin with a self-etching *primer*: the effect of smear layers. *Dent Mater* 2001;17(2):122-6.
17. McDonough WG, Antonucci JM, Dunkers JP. Interfacial shear strengths of dental resin-glass fibers by the microbond test. *Dent Mater* 2001;17(6):492-8.
18. McDonough WG, Antonucci JM, He J, Shimada Y, Chiang MY, Schumacher GE, *et al.* A microshear test to measure bond strengths of dentin-polymer interfaces. *Biomaterials* 2002;23(17):3603-8.
19. Nakabayashi N, Kojima K, Masuhara E. The promotion of adhesion by the infiltration of monomers into tooth substrates. *J Biomed Mater Res* 1982;16(3):265-73.
20. Nakamichi I, Iwaku M, Fusayama T. Bovine teeth as possible substitutes in the adhesion test. *JDent Res* 1983;62(10):1076-81.
21. Øilo G. Bond strength testing--what does it mean? *Int Dent J* 1993;43(5):492-8.

22. Øilo G, Austrheim EK. In vitro quality testing of dentin adhesives. *Acta Odontol Scand* 1993;51(4):263-9.
23. Oshima, H.M.S. Influência de métodos de tração sobre a resistência da união esmalte-resina composta. 2001. 76p. Tese (Doutorado em Materiais dentários) – Faculdade de Odontologia de Piracicaba, Universidade Estadual de Campinas, Piracicaba, 2001.
24. Pashley DH, Sano H, Ciucchi B, Yoshiyama M, Carvalho RM. Adhesion testing of dentin bonding agents: a review. *Dent Mater* 1995;11(2):117-25.
25. Phrukkanon S, Burrow MF, Tyas MJ. Effect of cross-sectional surface area on bond strengths between resin and dentin. *Dent Mater* 1998;14(2):120-8.
26. Retief DH, Gross JD, Bradley EL, Denys FR. Tensile bond strengths of dentin bonding agents to dentin. *Dent Mater* 1986;2(2):72-7.
27. Retief DH. Standardizing laboratory adhesion tests. *Am J Dent* 1991;4(5):231-6.
28. Sano H, Shono T, Sonoda H, Takatsu T, Ciucchi B, Carvalho R. Relationship between surface area for adhesion and tensile bond strength--evaluation of a micro-tensile bond test. *Dent Mater* 1994;10(4):236-40.
29. Sano H, Yoshikawa T, Pereira PN, Kanemura N, Morigami M, Tagami J. Long-term durability of dentin bonds made with a self-etching *primer*, in vivo. *J Dent Res* 1999;78(4):906-11.
30. Senawongse P, Harnirattisai C, Shimada Y, Tagami J. Effective bond strength of current adhesive systems on deciduous and permanent dentin. *Oper Dent* 2004;29(2):196-202.
31. Shimada Y, Senawongse P, Harnirattisai C, Burrow MF, Nakaoki Y, Tagami J. Bond strength of two adhesive systems to primary and permanent enamel. *Oper Dent* 2002;27(4):403-9.

32. Shimada Y, Kikushima D, Tagami J. Micro-shear bond strength of resin-bonding systems to cervical enamel. *Am J Dent* 2002;15(6):373-7.
33. Shimada Y, Tagami J. Effects of regional enamel and prism orientation on resin bonding. *Oper Dent* 2003;28(1):20-7.
34. Shono Y, Terashita M, Pashley EL, Brewer PD, Pashley DH. Effects of cross-sectional area on resin-enamel tensile bond strength. *Dent Mater* 1997;13(5):290-6.
35. Shono Y, Terashita M, Shimada J, Kozono Y, Carvalho RM, Russell CM. Durability of resin-dentin bonds. *J Adhes Dent* 1999;1(3):211-8.
36. Sinhoreti MA, Consani S, De Goes MF, Sobrinho LC, Knowles JC. Influence of loading types on the shear strength of the dentin-resin interface bonding. *J Mater Sci Mater Med* 2001;12(1):39-44.
37. Sudsangiam S, van Noort R. Do dentin bond strength tests serve a useful purpose? *J Adhes Dent* 1999;1(1):57-67.
38. Tantbirojn D, Cheng YS, Versluis A, Hodges JS, Douglas WH. Nominal shear or fracture mechanics in the assessment of composite-dentin adhesion? *J Dent Res* 2000;79(1):41-8.
39. Van Meerbeek B, Inokoshi S, Braem M, Lambrechts P, Vanherle G. Morphological aspects of the resin-dentin interdiffusion zone with different dentin adhesive systems. *J Dent Res* 1992;71(8):1530-40.
40. Van Noort R, Noroozi S, Howard IC, Cardew G. A critique of bond strength measurements. *J Dent* 1989;17(2):61-7.
41. Van Noort R, Cardew GE, Howard IC, Noroozi S. The effect of local interfacial geometry on the measurement of the tensile bond strength to dentin. *J Dent Res* 1991;70(5):889-93.
42. Versluis A, Tantbirojn D, Douglas WH. Why do shear bond tests pull out dentin? *J Dent Res* 1997;76(6):1298-307.

43. Watanabe I, Nakabayashi N, Pashley DH. Bonding to ground dentin by a phenyl-P self-etching *primer*. *J Dent Res* 1994;73(6):1212-20.
44. Zhang Y, Agee K, Nor J, Carvalho R, Sachar B, Russell C, *et al.* Effects of acid-etching on the tensile properties of demineralized dentin matrix. *Dent Mater* 1998;14(3):222-8.

## 9-APÊNDICE

Quadro 8: Seqüência de utilização dos sistemas de união, segundo as instruções dos fabricantes

<b>Clearfil SE Bond:</b>
• Aplicação do <i>Primer</i> na superfície por 30 segundos,
• Jato de ar por 5 segundos a uma distância de 3 cm
• Aplicação do adesivo
• Jato de ar por 3 segundos a uma distância de 3 cm
• Fotoativação por 20 segundos
<b>Adper Single Bond:</b>
• Condicionamento com ácido fosfórico 35% por 15 segundos;
• Lavagem com jato de ar – água por 15 segundos
• Jato de ar por 5 segundos a uma distância de 5 cm
• Aplicação do <i>primer/</i> adesivo
• Jato de ar por 3 segundos a uma distância de 5 cm
• Fotopolimerização por 10 segundos

Tabela 5

Valores individuais de resistência em MPa para o sistema adesivo Clearfil SE Bond  
para os testes mecânicos

Testes Mecânicos			
Cisalhamento	Tração	Micro-cisalhamento	Micro-tração
4,21	13,26	35,27	29,03
5,75	12,17	34,97	32,61
6,21	16,57	40,31	37,23
3,51	16,27	41,25	39,11
7,99	16,89	38,30	35,28
12,42	3,52	36,41	17,42
3,09	14,79	36,39	32,00
2,55	13,48	36,56	25,14
6,57	13,77	39,96	38,99
6,33	6,85	26,60	11,38
11,22	9,18	36,75	32,91
Médias	6,35	12,43	36,62
			30,10

Tabela 6

Valores individuais de resistência em MPa para o sistema adesivo Single Bond  
para os testes mecânicos

Testes Mecânicos				
	Cisalhamento	Tração	Micro-cisalhamento	Micro-tração
	2,79	3,33	25,00	21,19
	1,98	6,38	34,19	18,79
	3,87	8,31	34,36	18,11
	4,68	6,87	24,59	17,93
	2,98	5,42	22,78	24,86
	3,70	7,05	31,02	19,86
	4,40	14,19	22,61	20,38
	3,18	8,63	30,96	33,60
	2,14	4,67	20,69	20,79
	1,85	6,84	23,40	25,22
	1,69	6,61	20,66	21,21
Médias	3,02	7,12	26,39	21,99

Tabela 7  
 Teste de Tukey para médias de material para o teste de cisalhamento

Num	Num	Trat	Nome	Num	Médias	Médias	5%	1%
Ordem				Repet		originais		
1	2		Clearfil	11	6,350000	6,350000	A	A
2	1		Singlebond	11	3,023636	3,023636	B	B

Tabela 8  
 Teste de Tukey para médias de material para o teste de tração

Num	Num	Trat	Nome	Num	Médias	Médias	5%	1%
Ordem				Repet		originais		
1	2		Clearfil	11	12,431818	12,431818	A	A
2	1		Singlebond	11	7,118182	7,118182	B	B

Tabela 9  
 Teste de Tukey para médias de material para o teste de micro-cisalhamento

Num	Num	Trat	Nome	Num	Médias	Médias	5%	1%
Ordem				Repet		originais		
1	2		Clearfil	11	36,524547	36,524547	A	A
2	1		Singlebond	11	26,387274	26,387274	b	B

Tabela 10: Teste de Tukey para médias de material para o teste de micro-tração

Num	Num	Trat	Nome	Num	Médias	Médias	5%	1%
Ordem				Repet		originais		
1	2		Clearfil	11	30,100001	30,100001	A	A
2	1		Singlebond	11	21,99455	21,99455	B	B