

UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS
FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE PIRACICABA

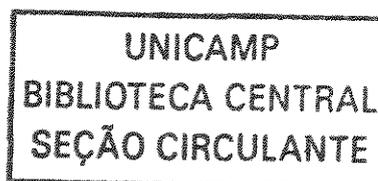
ECLÉRION CHAVES

Cirurgião Dentista

**INFLUÊNCIA DO TEMPO DE ARMAZENAGEM INICIAL NA
RESISTÊNCIA À TRAÇÃO DE CIMENTOS RESINOSOS UNIDOS À
DENTINA**

Tese apresentada à Faculdade de Odontologia de Piracicaba, da Universidade Estadual de Campinas, para obtenção do Título de Doutor em Odontologia – Área de Materiais Dentários.

Piracicaba - SP
2002



UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS
FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE PIRACICABA

ECLÉRION CHAVES

Cirurgião Dentista

**INFLUÊNCIA DO TEMPO DE ARMAZENAGEM INICIAL NA
RESISTÊNCIA À TRAÇÃO DE CIMENTOS RESINOSOS UNIDOS À
DENTINA**

Orientador: Prof. Dr. Simonides Consani

Este exemplar foi devidamente corrigido,
de acordo com a Resolução CCPG-036/83
CPG. 28/11/02
Simonides Consani
Assinatura do Orientador

Tese apresentada à Faculdade de
Odontologia de Piracicaba, Universidade
Estadual de Campinas, para obtenção do
Título de Doutor em Odontologia – Área
Materiais Dentários

Piracicaba - SP
2002

00409443

UNIDADE	BC
Nº CHAMADA	TIUNICAMP C398i
V	EX
TOMBO BCI	52054
PROC.	16-124/03
C	<input type="checkbox"/>
D	<input checked="" type="checkbox"/>
PREÇO	R\$ 11,00
DATA	12/02/03
Nº CPD	

CM00179074-7

BIB ID 276337

Ficha Catalográfica

C398i Chaves, Eclérion.
 Influência do tempo de armazenagem inicial na resistência à tração de cimentos resinosos unidos à dentina. / Eclérion Chaves. – Piracicaba, SP : [s.n.], 2002.
 viii, 87f. : il.

Orientador : Prof. Dr. Simonides Consani.
 Tese (Doutorado) – Universidade Estadual de Campinas, Faculdade de Odontologia de Piracicaba.

1. Adesivos dentários. 2. Materiais dentários. I. Consani, Simonides. II. Universidade Estadual de Campinas. Faculdade de Odontologia de Piracicaba. III. Título.

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



FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE PIRACICABA
UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS



A Comissão Julgadora dos trabalhos de Defesa de Tese de DOUTORADO, em sessão pública realizada em 25 de Outubro de 2002, considerou o candidato ECLÉRION CHAVES aprovado.

1. Prof. Dr. SIMONIDES CONSANI

2. Prof. Dr. CARLOS ALBERTO DOS SANTOS CRUZ

3. Prof. Dr. HUGO MITSUO SILVA OSHIMA

4. Prof. Dr. LOURENCO CORRER SOBRINHO

5. Prof. Dr. MARIO ALEXANDRE COELHO SINHORETI

Dedico este trabalho

A Deus,

Pela oportunidade bendita deste momento, pela vida, por todas as possibilidades que colocastes em meu caminho...

Aos Meus pais Waldemar e Zelma

Pelo apoio das horas difíceis e a compreensão que nem sempre é reconhecida prontamente...

A minha esposa Neusa

Pela compreensão, pelo apoio, pelos conselhos, pelo ombro amigo... Apenas o amor explica a renúncia que te impusestes para galgarmos juntos a vitória...

Aos meus filhos Tiago e Camila

Pela demonstração de maturidade, apesar da pouca idade e por compreenderem que esta conquista não é minha, é da nossa família...

Ao Prof. Doutor **Simonides Consani**

O verdadeiro mestre transforma o tempo em aliado, ciente que o orientando será beneficiado com as novas experiências. Caráter não se aprende nos bancos escolares... é intrínseco a cada ser humano; e o senhor, através da sua paciência ensinou-me isso. Meu reconhecimento e agradecimento, pela sua paciência para comigo... Por me acolher como orientado... Por me mostrar coisas que na minha imaturidade de mestrando não conseguia ver... Tenha a certeza que seus ensinamentos ficarão comigo e serão repassados...

Ao Prof. Doutor **Mário Alexandre Coelho Sinhoreti**

Você já tinha minha amizade e respeito, tens agora minha admiração... Sua colaboração nos momentos de decisões difíceis da fase experimental da tese foi fundamental para que o trabalho tivesse êxito. Obrigado meu amigo pela sua colaboração.

Ao Prof. Doutor **Laurenço Correr Sobrinho**

Durante nossa convivência no doutorado, tive a oportunidade de conhecer melhor uma das faces da sua personalidade: a preocupação com os alunos para que cada um conseguisse realizar seu trabalho da melhor maneira possível. Obrigado pela sua colaboração.

Ao Técnico da Área de Materiais Dentários **Marcos Bianco Cangiani**

Descontração e jeito simples de ser... Obrigado pela orientação no laboratório, e pelo auxílio na solução das dificuldades encontradas durante a tese.

A Secretária **Selma Aparecida Barbosa Segalla**

A espontaneidade é algo que marca as pessoas que conhecemos... Obrigado pela sua ajuda.

SUMÁRIO

RESUMO.....	1
ABSTRACT	3
INTRODUÇÃO	5
REVISÃO DA LITERATURA	9
MATERIAIS E MÉTODO	35
MATERIAIS	35
MÉTODO.....	35
RESULTADOS	53
DISCUSSÃO DOS RESULTADOS	61
CONCLUSÃO.....	69
REFERÊNCIAS BIBLIOGRAFICAS	71
APÊNDICE	77

RESUMO

O objetivo deste estudo foi avaliar o efeito do tempo de armazenagem inicial na resistência à tração de três cimentos resinosos unidos à dentina. Foram utilizados 120 dentes bovinos. Os dentes foram embutidos, desgastados com lixas de granulação 220 e 600 e limpos em ultra-som. A seguir foram divididos em 3 grupos contendo 20 amostras: Grupo I foi usado o Cimento *Rely X*; Grupo II, Cimento *Enforce* e Grupo III, Cimento *Dual Cement*. As amostras de cada grupo foram cimentadas com os materiais preparados de acordo com as instruções de cada fabricante. A seguir, os dentes foram embutidos aos pares e posicionados em uma matriz, com as superfícies tratadas em contato entre si para o procedimento de fixação com o cimento resinoso. A resina foi fotopolimerizada por 160 segundos e os corpos-de-prova armazenados a 37^o C e 100% de umidade relativa. A seguir, com o auxílio de uma matriz metálica, os corpos-de-prova foram submetidos ao ensaio de tração em uma máquina de ensaio universal INSTRON (modelo 4411) a velocidade de 1 mm/min. Metade das corpos-de-prova foram tracionadas após 30 minutos e a outra metade após 24 horas. Os resultados obtidos foram submetidos à análise de variância e ao teste de Tukey ($p < 0,05\%$). As médias obtidas foram as seguintes: Grupo I, 30 minutos = 2,53 ($\pm 0,49$) MPa; 24 horas = 2,90 ($\pm 1,12$) MPa; Grupo II, 30 minutos = 1,65 ($\pm 0,46$) MPa, 24 horas = 1,94 ($\pm 0,43$) MPa; Grupo III, 30 minutos = 4,24 ($\pm 1,26$) MPa; 24 horas = 6,14 ($\pm 1,80$) MPa. Após o ensaio de resistência à tração, as superfícies fraturadas e representativas dos corpos-de-prova foram analisadas sob microscopia eletrônica de varredura para determinar o predomínio do padrão de fratura na interface. Tendo por base os resultados obtidos e discutidos na pesquisa podemos concluir que Os valores médios de resistência à tração,

para os grupos I e II, obtidos a partir de corpos-de-prova tracionados nos períodos de 30 minutos não diferiram estatisticamente ($p < 0,05$) dos tracionados em 24 horas, com exceção do grupo III que apresentou diferença estatística. Os valores médios de resistência á tração obtidos individualmente para os grupos I (*Rely X*), grupo II (*Enforce*) e III (*Dual Cement*) apresentaram diferenças estatísticas significantes entre si ($P < 0,05$). Comparando-se os tempos e os valores obtidos, verifica-se uma proporcionalidade direta entre o tempo e a resistência, o que implica em um tempo maior para que o processo de polimerização ocorra de forma satisfatória.

ABSTRACT

The objective of this study was to evaluate the effect of the initial storage time in tensile strength of three resin cements bonded to dentin. Sixty bovine teeth were used. The teeth were embedded, polished with silicon carbide papers of 220 and 600 grit and cleaned on ultra-sonic. They were divided in 3 groups of 20 samples each: Group I was fixed with *Rely X* cement; Group II, *Enforce* and Group III, *Dual Cement*. The samples of each group were luted with the above materials according to each manufacturer's instructions. Half of the samples were tested after 30 minutes, and the other half, after 24 hours. The teeth were embedded to the pairs and positioned in a die stamp, with the surfaces face-to-face to each other and in contact for the adhesive procedure with the resin cement. The resin was photocured for 160 seconds and each specimen was then stored for 30 minutes or 24 hours at 37⁰ C and 100% of relative humidity. With the aid of a metallic die stamp the samples were submitted to the tensile test in machine of universal test INSTRON I (model 4411) at speed of 1 mm/min. The results were submitted to the variance analysis and to Tukey's test (5%). The obtained averages were the following (SD): Group I, 30 minutes = 2,53 ($\pm 0,49$) MPa; 24 hours = 2,90 ($\pm 1,12$) MPa; Group II, 30 minutes = 1,65 ($\pm 0,46$) MPa, 24 hours = 1,94 ($\pm 0,43$) MPa; Group III, 30 minutes = 4,24 ($\pm 1,26$) MPa; 24 hours = 6,14 ($\pm 1,80$) MPa. After the tensile strength test, the surfaces of one of the tested samples were analyzed under SEM in order to determine the prevalence of the fracture pattern in the interface. Based upon the results obtained and discussed on this study can conclude that the mean values of tensile strength for groups I and groups II Obtained with the samples tested on the period of 30 min. did not

differ statistically from those tested 24 h., except for group III that differ statistically. The Mean values of tensile strength of groups I,II e III were statistically different among them. Comparing time and values obtained, it is possible to verify a direct proporcionality between time and strength, what means that a longer time is necessary to allow the polimerization process to occur in a satisfactory way.

INTRODUÇÃO

No processo de união de restaurações indiretas à estrutura dental os sistemas adesivos têm sido coadjuvados por uma geração de cimentos a base de resina, proporcionando evolução significativa nas técnicas restauradoras. No entanto, a qualidade da união é dependente de vários fatores, dos quais destaca-se a criação de uma superfície adequada ao cimento resinoso, otimizando a resistência de união.

Após a introdução do condicionamento ácido do esmalte (BUONOCORE⁶ 1955), várias foram as técnicas preconizadas buscando efetivo aumento na retenção das restaurações, como os condicionadores da superfície do esmalte e da dentina (FUSAYAMA¹² et al. 1979). A aplicação do condicionador ácido sobre a dentina possibilitou a difusão da resina fluida hidrófila para o interior da região desmineralizada e que, após polimerizada forma uma zona de transição chamada “camada híbrida”, é um exemplo para melhoramento da retenção da resina ao dente e diminuição da microinfiltração (GWINNETT e MATSUI¹⁴ , 1967; NAKABAYASHI¹⁸, 1992).

Várias formas de mensuração têm sido propostas para avaliar a eficiência destes novos métodos e materiais, basicamente relacionados aos tipos, matrizes e formas de condução dos ensaios, metodologia de preparo e tipos de substrato a serem ensaiados e a comparação dos resultados. Porém, na maioria dos casos, fatores como espessura de película do adesivo, tipo de dentina usada, condições de umidade do substrato, e modos de falha não são comumente analisados. Isto sugere que existe pouca padronização nos métodos de ensaio de resistência da união dentina-resina. (AL-SALEHI & BURKE¹ , 1997)

Apesar da larga utilização dos ensaios de tração, o mesmo apresenta algumas dificuldades dentre as quais a manutenção do longo eixo dos corpos-de-prova perpendiculares ao substrato e paralelos a força aplicada. Com isso, haveria distorção nos valores devido ao deslocamento lateral dos corpos-de-prova. (WATANABE & NAKABAYASHI³², 1994). Diferentes metodologias para realização dos ensaios de tração, principalmente com matrizes articuladas ou bi-articuladas, têm sido propostos como forma de minimizar as possíveis distorções dos resultados (OSHIMA²³, 2001)

Nos procedimento de união entre a restauração e a estrutura dental, a preparação do substrato dental deve ser um passo importante a ser considerado, tanto para o sucesso clínico como para uma efetiva avaliação do comportamento do material.

Apesar desses avanços da técnica, estudos anteriores mostraram que é difícil padronizar o substrato dental, devido a grande variação da estrutura dentinária na área de união (OLSSON, S., ØILO, G.²² 1993, PASHLEY, D.H.²⁴ 1992, RUEGGEBERG, A.²⁷ 1991). Além disso, fatores como face do dente e profundidade da dentina (KONISHI, N., et al.¹⁶ 1997), rugosidade superficial, umidade da superfície (CHARLTON, D.G., BEATTY, M.W.⁹ 1994, GOES et al.¹³ 1997) e tipo de dente (PASHLEY, D.H.²⁴ 1992), são variáveis determinantes na obtenção dos valores de resistência de união.

Além disso, um outro aspecto a ser considerado dentro das metodologias dos ensaios de tração são as diferenças nos tempos de armazenamento prévios aos ensaios. Tais alterações neste tempo são procedimentos comumente adotados visando à determinação dos maiores valores de resistência de união no mais curto espaço de tempo possível. Por esta razão, essas investigações inevitavelmente fornecem dados diferentes

sobre a resistência de união em diferentes momentos para um mesmo material ensaiado (ØILO, G., OLSSON, S.¹⁹ 1994, VAN NOORT, et al.³¹ 1991).

Como a literatura apresenta discrepâncias nos resultados de ensaios de tração relacionados ao tempo de armazenagem inicial e aqueles ocorridos pelas diferenças de aparelhos utilizados para a execução de tais ensaios "in vitro", seria conveniente avaliar a influência do tempo de armazenagem inicial (30 minutos e 24 horas) na resistência à tração entre cimentos resinosos e dentina bovina, utilizando uma matriz de tração axial bi-articulada.

REVISÃO DA LITERATURA

Em 1955, BUONOCORE desenvolveu um método que melhorou significativamente a adesão de resinas acrílicas à estrutura dental. Ele verificou que o condicionamento do esmalte dental com ácido fosfórico a 85% por 30 segundos aumentava a resistência de união de discos de resina acrílica à superfície dental em relação às amostras que não recebiam nenhum tipo de tratamento antes da aplicação da resina. O autor sugeriu que o aumento na resistência de união conseguida era devido ao aumento da área superficial; exposição da estrutura orgânica do esmalte como uma rede em que o acrílico poderia penetrar; e, aumento da capacidade de umedecimento da superfície condicionada o que permite um contato mais íntimo entre a resina e o esmalte.

Já em 1967, GWINNETT & MATSUI estudaram o relacionamento físico entre vários materiais adesivos e tratamentos superficiais em nível microscópico e sub-microscópico. O ensaio foi conduzido com 32 centrais e caninos superiores humanos. Uma área do esmalte foi isolada pela aplicação de um papel auto-adesivo e sobre este foi aplicada uma camada de esmalte para unhas. Após secar o esmalte o papel auto-adesivo foi retirado sendo aplicada uma gota do líquido do cimento fosfato de zinco. O ácido foi lavado e a superfície foi seca. O esmalte de unhas foi cuidadosamente removido expondo o esmalte adjacente que não foi condicionado e serviu como controle. Oito diferentes materiais foram aplicados sobre a superfície do esmalte, divididos em oito grupos contendo quatro dentes cada um. A seguir os dentes foram cortados ao meio no sentido do longo eixo, sendo cortadas seções com aproximadamente 70 μm . Estas foram presas a uma placa e condicionadas com ácido fluorídrico. A interface entre o esmalte e o adesivo foi examinada. A

outra metade de cada dente foi polida e a superfície condicionada com ácido fluorídrico para exame em microscópio eletrônico de varredura. Extensões filamentosas foram notadas entre a superfície condicionada do esmalte e os adesivos. A origem destas extensões foi atribuída ao monômero dos adesivos que penetraram nos prismas de esmalte polimerizando-se. Tais penetrações podem encapsular os componentes cristalinos do esmalte promovendo uma efetiva e permanente união mecânica com o esmalte.

Em 1979, FUSAYAMA *et al.* investigaram o comportamento adesivo de 3 resinas sobre esmalte e dentina utilizando um novo método para ensaio de tração. A superfície vestibular de incisivos e a face oclusal de molares humanos foram desgastadas. Os dentes foram armazenados em água e secos com ar comprimido imediatamente antes do uso. As cavidades foram delimitadas através da fixação de um anel de cobre na superfície a ser avaliada. A seguir foi feito o condicionamento das superfícies em esmalte ou dentina com ácido fosfórico 40% por 60 segundos. As resinas usadas foram *Clearfil Bond System F*; *Adaptic* e *Concise*. Após o condicionamento foi aplicada a resina fluida e feita a inserção da resina composta. Os espécimes foram armazenados em água a 37^o C por 10 minutos, 1 semana; 1 mês e 3 meses após a restauração. A matriz descrita por FUSAYAMA para o ensaio de tração foi fixada na célula de carga da máquina de ensaio universal Instron e o ensaio foi realizado a uma velocidade de 0,8 mm/min. Os autores verificaram que a resina Clearfil apresentou os melhores resultados. Além disso, os resultados demonstraram que o condicionamento ácido das superfícies do dente propiciou um aumento considerável da resistência à tração no esmalte e na dentina.

Em 1986, BARKMEIER *et al.* avaliaram a diferença no tempo entre 15 e 60 segundos de condicionamento ácido do esmalte em relação à adesão e à morfologia. Foram utilizados 40 pré - molares humanos. As superfícies vestibulares dos dentes foram limpas

com pedra pomes e desgastadas para criar uma superfície lisa. Os dentes foram divididos em 2 grupos. Em um dos grupos foi aplicado ácido fosfórico a 37% por 15 segundos e no outro grupo, durante 60 segundos. Após lavagem e secagem, foi aplicado o agente de união e fotopolimerizado de acordo com as recomendações do fabricante. A seguir um cilindro de resina composta era posicionado na superfície do esmalte condicionado e fotopolimerizado. Os corpos-de-prova permaneceram estocados em água destilada por 7 dias. Após isso, os espécimes foram submetidos ao ensaio de cisalhamento em uma máquina Instron a uma velocidade de 5 mm/min. A média de resistência ao cisalhamento para os espécimes que foram condicionados durante 15 segundos foi 19,5 MPa e para os espécimes condicionados pelo tempo de 60 segundos foi 21,3 MPa. Os valores não apresentaram diferenças estatisticamente significantes. Os autores ponderaram que a maior vantagem do condicionamento ácido é a retenção da resina ao dente e a redução da microinfiltração. Outros benefícios como a conservação da estrutura dental e o excelente resultado estético também foram relatados pelos autores. Em relação à resina, foi salientado que as propriedades reológicas da resina e o aumento da área a partir do condicionamento ácido são mais significantes que a profundidade de penetração da resina. Isto porque a profundidade de penetração da resina em uma superfície condicionada por 15 segundos foi menor que a penetração em uma superfície condicionada por 60 segundos.

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 carvão 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⁻²) 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.

ØILO & OLSON, em 1990, compararam os valores de resistência à tração de quatro sistemas adesivos sob duas condições de estocagem, dois locais de união e dois tipos de ensaio de tração. Utilizaram 160 dentes molares humanos recém-extraídos, que foram incluídos em resina epóxica. Em seguida, os dentes foram divididos em dois grupos. No primeiro grupo, os dentes foram desgastados até se obter uma área plana de dentina na face oclusal e, no segundo grupo, na face bucal. Após, foram construídos corpos-de-prova de resina composta sobre a área de dentina tratada com um dos sistemas adesivos avaliados, de acordo com a técnica de tração utilizada, ou seja, os corpos-de-prova eram cilíndricos ou em V. Metade das amostras de cada grupo foram estocadas em água a 37°C por 24 horas e a outra metade termociclada 5000 vezes em banhos de 60°C e 70°C. A máquina de ensaios utilizada foi uma Instron, modelo 1121, a uma velocidade constante de 1 mm/min. Os autores concluíram que o tipo de dentina (bucal ou oclusal) assim como o método de tração utilizado alterou os valores de resistência de união significativamente. Com um método, se obteve

resultados três vezes maiores para um material (Gluma) quando se utilizou o mesmo tipo de dentina. Os valores de resistência de união na face bucal dos dentes foram cerca de 20% a 50% maiores do que aqueles encontrados na face oclusal. Concluíram, ainda, que para três materiais estudados (Tenure e Scotchbond 2 e Dual), a termociclagem reduziu significativamente os valores de resistência de união.

RUEGGERBERG, em 1991, realizou um estudo de revisão onde propôs discutir a dentina como um substrato para adesão. Ele afirmou que um dos fatores que dificultam a comparação direta dos valores alcançados em ensaios de adesão é o procedimento de obtenção e tratamento da dentina. A dentina pode ser obtida a partir de dentes humanos ou de boi, mas os resultados obtidos entre elas não podem ser comparados, já que a dentina bovina possui túbulos mais largos e diferenças estruturais. O tempo de estocagem dos dentes antes dos ensaios de união é um fator que pode afetar, em alguns casos, os valores de resistência de união à dentina, apesar da maioria das pesquisas indicar que o tempo pós-extração não exerce um efeito significativo. As condições de estocagem como tipo de solução, concentração e termociclagem afetam diretamente os valores de resistência de união, embora, poucos estudos tenham verificado tal influência. Segundo os autores, o preparo da superfície, a profundidade e o local de união são também fatores que podem alterar os valores de união. Quanto mais profundo, maiores e mais numerosos são os túbulos dentinários. A superfície oclusal possui mais túbulos dentinários do que a superfície lingual. Os autores concluíram afirmando que não há uma metodologia ou critério para seleção e preparo da superfície dentinária para os ensaios de união, e que se faz necessária uma padronização urgente.

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 de elemento finito.

Para isso eles utilizaram 24 dentes molares humanos embutidos em resina de poliéster que 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 Scotchbond 2 somente na área ensaiada e no segundo grupo, o adesivo foi aplicado em excesso nas margens. Após 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 ensaios 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 ensaios de resistência de união seria necessária e urgente.

BERTOLOTTI, em 1992, descreveu que o condicionamento ácido da dentina é feito para criar superfícies capazes de uma união micromecânica e/ou química da dentina com o agente adesivo da resina. Os principais efeitos do condicionamento da dentina podem ser classificados como físico ou químico. As alterações físicas são principalmente aumento ou redução na espessura e morfologia da "smear layer" e alterações na forma dos túbulos dentinários. As alterações químicas são principalmente as modificações do conteúdo de material orgânico (usualmente em torno de 20% por volume) e descalcificação da porção inorgânica. O ácido fosfórico na forma líquida, considerado o primeiro condicionador de dentina remove alguma superfície dentinária e deixa um padrão limpo e bem definido de condicionamento ácido. A abertura dos túbulos dentinários é aumentada e toma a forma de

um funil. O ácido fosfórico que usa sílica fundida como espessante para formar o gel, da mesma forma promove a abertura dos túbulos dentinários, mas deixa uma substancial cobertura do agente espessante sobre a superfície da dentina condicionada que dificilmente é removida através da lavagem com água. Historicamente, diversos ácidos têm sido pesquisados como condicionadores de dentina, onde podem estar inclusos os ácidos clorídrico, oxálico, pirúvico, fosfórico, malêico, cítrico e nítrico. No entanto, para avaliar um ácido é melhor comparar as constantes de dissociação. Assim, o ácido clorídrico tem pKa 1,4; nítrico, 1,4; malêico, 1,8; fosfórico, 2,1; cítrico, 3,1; oxálico, 4,1. A utilização de um ácido forte pode resultar em remoção de uma camada da superfície já condicionada. No entanto, quando o ácido concentrado for diluído, o processo de dissolução da camada condicionada é seletivo. Assim, ácidos com baixo pKa tendem a ser usados mais na forma de soluções diluídas do que os ácidos com alto pKa.

EICK *et al.*, em 1992, verificaram a resistência de união ao cisalhamento de 4 sistemas adesivos: 2 sistemas adesivos comerciais (Tenure, Dent-Mat, Mirage Bond e Chamaleon) e 2 experimentais (um baseado em oxalato férrico e outro em oxalato de alumínio). Para isto, utilizaram dentes humanos do grupo dos terceiros molares que foram seccionados no terço oclusal com um disco diamantado, incluídos em resina acrílica ativada quimicamente e desgastados com lixas de carbeto de silício de granulação 320 para simular a formação de "smear layer". Em seguida, a superfície dentinária foi tratada com os 4 sistemas adesivos seguindo as recomendações dos fabricantes. Também foram preparadas amostras para a observação em microscopia eletrônica de varredura e de transmissão. Os autores verificaram que os resultados de resistência de união ao cisalhamento alcançados com estes sistemas adesivos (entre 8 a 14 MPa) foram superiores àqueles alcançados com os sistemas adesivos de um estudo desenvolvido previamente. Os sistemas adesivos usados

neste estudo aumentaram e melhoraram o umedecimento e a natureza hidrófila. A capacidade de umedecimento do sistema adesivo parece ser um dos fatores mais importante no sucesso dos adesivos atuais.

Em 1992, NAKABAYASHI publicou um trabalho de revisão no qual o mecanismo de atuação da resina 4-META é descrito. Segundo o autor, os metacrilatos que possuem grupamentos hidrofílicos e hidrofóbicos, como o 4-META, são capazes de penetrar na dentina intertubular, promovendo uma integração monomérica, a qual resulta em um aumento da resistência de união. O sistema adesivo 4-META em metil-metacrilato (MMA), com pó poli-MMA iniciado por tri-n-butil borano parcialmente oxidado (TBB), chamado de 4-META/MMA-TBB, é também descrito como excelente promotor de união. Ainda segundo o autor, o condicionamento dentinário com a solução 10-3 (10% de ácido cítrico + 3% de cloreto férrico) estabiliza o colágeno durante a remoção da apatita mineral, preservando a configuração tridimensional. Este fenômeno permite a penetração do monômero resinoso 4-META, o qual tem sua polimerização iniciada pelo TBB em conjunção com o oxigênio e a água presentes na dentina. Uma vez polimerizada, a resina forma um emaranhado com as fibras colágenas, encapsulando os cristais de hidroxiapatita, e criando uma zona de transição ácido resistente chamada de “camada híbrida”.

Em 1992, PASHLEY relatou alguns fatos sobre o efeito do ataque ácido sobre o complexo dentina-polpa. Ele afirmou que o ataque ácido sobre a dentina, usados por muitos sistemas adesivos para remover a “smear layer”, permite uma união direta com a matriz dentinária. Estudos anteriores relataram que a técnica de ataque ácido promove reações severas ou moderadas na polpa e que há uma alta probabilidade de que a irritação pulpar pode ser devida à infiltração de bactérias e seus produtos. Como estas reações parecem não mais acontecer com os novos sistemas adesivos, ficou estabelecido que se pode condicionar

a dentina desde que se use um destes sistemas adesivos modernos. Para isso, é preciso que o adesivo possua grupamentos hidrofílicos, já que com o ataque ácido, há um aumento da permeabilidade dentinária. Afirmou ainda, que o condicionador ácido é um importante fator no processo de união com a estrutura dentária. Fatores como o tipo de condicionador, pKa, pH, tempo de aplicação, concentração, influem diretamente nos valores de união com a dentina. Além disso, seria necessário que o condicionador ácido possuísse uma viscosidade e osmolaridade adequada para não atingir diretamente a polpa durante o procedimento de ataque ácido. O autor concluiu que há uma tendência para se usar concentrações baixas de ácido por um tempo curto e que há um futuro promissor para o uso de sistemas adesivos sobre a dentina condicionada com ácido.

Em 1993, ASMUSSEN *et al.* avaliaram a adesão de agentes cimentantes à base de resina através da energia de fratura. Os autores ponderaram que um considerável número de procedimentos foram desenvolvidos para tornar as superfícies internas das restaurações compatíveis com cimentos resinosos e entre eles citam o condicionamento eletrolítico; o jateamento com óxido de alumínio; e, a silanização. Outra consideração feita pelos autores diz respeito à diferença de resultados obtidos com a mesma combinação de materiais em diferentes laboratórios. Segundo eles isto acontece porque não está sendo avaliado somente o material e sim uma combinação desconhecida de propriedades mecânicas e formas geométricas dos espécimes. Para o ensaio foram confeccionadas placas metálicas na forma retangular. Estas placas receberam jateamento com óxido de alumínio (250 μ m), sobre elas aplicadas os agentes cimentantes e, então, unidas. Após a polimerização do adesivo e cimento, foi aplicado uma cunha na interface metal-adesivo-metal, forçando a separação das placas metálicas. Os autores verificaram que apesar da alta variabilidade dentro dos grupos

estudados, este tipo de ensaio pode dar dados relevantes no desempenho das resinas adesivas. Cimentos resinosos com monômeros especialmente indicados para união possuem melhor desempenho em relação àqueles cimentos sem essa especificação.

ØILO & AUSTRHEIM, em 1993, compararam o efeito do cisalhamento e da tração na resistência de união sobre esmalte e dentina. 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 terceiro molar, 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, 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 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 M.E.V., e ficou claro que conforme os valores de resistência foram aumentando, as falhas coesivas na dentina também aumentaram em quantidade. Os autores concluíram que tanto o ensaio de resistência à tração como o de cisalhamento, parecem mostrar valores de comparável magnitude e são ensaios igualmente representativos para um estudo "in vitro" dos sistemas adesivos.

Também em 1993, ØILO, 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 TR 1175 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, exibe resultados mais altos do que ensaio 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.

OLSSON & ØILO, em 1993, compararam as variações na estrutura da dentina humana por meio de microscopia eletrônica de varredura. Para isso, eles utilizaram terceiros molares recém extraídos que foram armazenados em solução salina. A partir destes dentes foram obtidos discos de dentina das faces oclusal e bucal em três profundidades diferentes, ou seja, perto da junção amelo-dentinária, perto da polpa e na dentina central. Os dentes foram seccionados com discos diamantados, lavados em água corrente, secos e preparados para observação em microscopia eletrônica de varredura. Através das fotomicrografias, os autores concluíram que há um aumento no número e diâmetro dos túbulos dentinários quanto mais profunda for a dentina. Além disso, a dentina da parte oclusal possui maior número de túbulos do que a face bucal. Concluíram ainda que a dentina mais mineralizada seria a dentina da face bucal junto à junção amelo-dentinária.

Ainda em 1993, TAKEMORI *et al.* realizaram um estudo visando analisar fatores que poderiam afetar a resistência à tração de resinas compostas sobre a dentina. Para isso, foram utilizadas superfícies dentinárias planas de dentes humanos extraídos e previamente limpos com 0,5 mol/l de EDTA e pré-tratados com uma solução de gliceril metacrilato a 35%. Para os procedimentos de união foram utilizados um adesivo fotoativado (Clearfil New Bond, Kuraray) e uma resina composta (Silux Plus, 3M), ambos disponíveis comercialmente. Os fatores analisados foram: 1) embutimento ou não das amostras em resina epóxica, 2) espessura das amostras; 3) velocidade do ensaio, 4) tempo de armazenagem das amostras, e 5) profundidade do substrato dentinário. Somente a espessura mostrou exercer influência sobre a resistência de união, sendo que os menores valores foram encontrados quando se empregaram amostras extremamente finas (cerca de 1mm). Segundo os autores, ainda que seja extremamente difícil padronizar o método de mensuração da resistência de união,

incluindo o preparo do substrato é necessário um esforço no sentido de padronizar alguns ou todos os passos do procedimento de ensaio, no sentido de minimizar diferenças metodológicas entre os pesquisadores.

Em 1994, BURROW *et al.* realizaram um estudo para avaliar a resistência à tração de vários sistemas adesivos sobre esmalte e dentina bovinos dentro dos períodos de 1 minuto, 10 minutos e 24 horas (em água destilada a 37 °C), após a confecção dos corpos-de-prova. Os períodos de 1 e 10 minutos foram considerados iniciais e segundo os autores, teriam importância quanto à formação de fendas entre o dente e o material restaurador. Para a realização do estudo, foram utilizados incisivos inferiores bovinos os quais tiveram suas superfícies vestibulares planificadas com lixas de carvão de silício de granulação 600, sendo deixadas somente em esmalte ou em dentina de acordo com os grupos testados. Em seguida, a superfície de união previamente delimitada com uma fita adesiva com um orifício de 4 mm de diâmetro, recebeu os sistemas adesivos a serem testados (Photobond/Kuraray, PAAMA2/SDI, New Bond/Kuraray, Superbond/Sun Medical, Liner Bond/Kuraray e dois adesivos experimentais/Universidade de Nihon), os quais foram unidos a cilindros de resina composta que possuíam alças para fixação à máquina de ensaio universal. Após os períodos de armazenagem, os corpos-de-prova foram submetidos ao ensaio de tração em uma máquina Shimadzu (modelo AG-500B), a uma velocidade de 2mm/min. A resistência de união para os estágios iniciais (1 e 10 min.) foi sempre menor que para o período de 24 horas. Já comparando os substratos testados, a resistência de união em dentina foi sempre menor que em esmalte, com exceção dos adesivos Superbond e Liner Bond. A resistência de união em esmalte para os grupos estudados atingiu um valor médio de 14 MPa. As fotomicrografias obtidas em M.E.V. mostraram falhas coesivas na resina composta em metade das amostras

que empregaram o esmalte como substrato o que, segundo os autores, indicaria uma resistência de união superior à própria resistência coesiva do material.

CHARLTON & BEATTY, em 1994, compararam, "in vitro", a resistência de união ao cisalhamento de dois sistemas adesivos sobre a dentina humana seca ou úmida. Para isto, eles utilizaram 60 dentes humanos do grupo dos molares que tiveram suas superfícies oclusais desgastadas até se obter uma área plana de dentina. Os dentes foram divididos em 2 grupos de 30 dentes cada. Em um dos grupos foi utilizado o produto Scotchbond Multi-Purpose (3M) e no outro o Optibond (Kerr). Cada grupo foi dividido em dois subgrupos: em um, a dentina foi seca, e em outro, deixada úmida. Após a aplicação e polimerização de cada sistema adesivo, foram construídos cilindros de resina composta sobre a área avaliada. As amostras foram armazenadas em água à temperatura ambiente, por 48 horas, e então termocicladas. Após uma semana, as amostras foram submetidas ao ensaio de cisalhamento numa máquina de ensaios universal (Tinius Olsen, model 1000), numa velocidade de 0,5mm/min. Os resultados indicaram que não houve diferença estatística significativa nos valores de resistência de união ao cisalhamento para os grupos com dentina seca ou úmida. Os autores concluíram que para estas novas gerações de sistemas adesivos, a presença de umidade sobre a superfície dentinária não compromete, em curto prazo, a resistência de união.

WATANABE & NAKABAYASHI, em 1994, descreveram alguns fatos sobre os métodos utilizados no Japão para se mensurar a união da resina composta sobre a dentina. Os métodos mais utilizados são o ensaio de tração e o de cisalhamento, apesar de existir um terceiro ensaio chamado "push-out test". Segundo os autores, o ensaio de tração é o mais usado, apesar de ser mais difícil produzir tensão perpendicular à superfície de união em estudo. Com isso, pode haver uma distorção nos valores devido ao movimento de

deslocamento lateral das amostras. Para o ensaio de cisalhamento, a obtenção dos corpos-de-prova é mais fácil, além dos mesmos sofrerem menor influência durante o carregamento. No entanto, a fratura parece sempre começar no ponto em que o bisel atinge a amostra. Portanto fica difícil padronizar um método mais adequado já que ambos tem vantagens e desvantagens. O procedimento de termociclagem parece influenciar mais os ensaios de tração do que o de cisalhamento, já que o ensaio de cisalhamento não pode ser mensurado como um efeito adverso ao aquecimento da dentina. Após a termociclagem, o número de fraturas coesivas na dentina parece aumentar em virtude de uma deterioração da dentina com o aquecimento. Concluíram que todos os métodos e metodologia existentes tentam alcançar completamente “in vitro” as mesmas condições que os materiais teriam “in vivo” e, que isso pode ser o alvo de futuras investigações.

Em 1995, DELLA BONA e VAN NOORT, questionaram a validade dos ensaios de cisalhamento através de um estudo comparativo entre os ensaios de tração e cisalhamento. Cilindros metálicos foram produzidos para os ensaios de resistência ao cisalhamento. Análise por elemento finito foi usada para determinar qualitativamente a distribuição de esforços. O ensaio de resistência à tração foi usado para avaliar dois sistemas de reparo em porcelana. Um deles utilizou ácido fluorídrico e o outro ácido fosfórico. Os autores concluíram, através da análise de elemento finito que o ensaio de cisalhamento avaliou a resistência da base do material e não a resistência da interface cimentada. No ensaio de tração, a fratura ocorreu invariavelmente na camada de adesivo. Ambos condicionadores avaliados mostraram habilidade de melhorar a resistência de união à cerâmica. Os autores afirmaram ainda que o ensaio de tração é mais apropriado para avaliação da capacidade adesiva de compósitos à cerâmica.

Em 1995, KITASAKO *et al.* usaram ensaios de tração e cisalhamento para avaliação de 4 cimentos resinosos (3 marcas comerciais e 1 experimental) em esmalte e dentina de dentes bovinos usando as determinações padronizadas pela ISO. A preparação dos dentes incluiu o nivelamento da superfície do esmalte e dentina através do desgaste. As raízes foram removidas e as regiões a serem usadas na experimentação foram desgastadas com lixas de granulação 1000. Os dentes foram embutidos em gesso mantendo a face preparada do dente voltada para placa de vidro. A superfície do dente foi mantida úmida durante todos os procedimentos. Após a presa do gesso a superfície preparada do dente foi coberta com fita adesiva contendo um orifício de 3 mm de diâmetro. Para o ensaio de tração, um cilindro de resina composta com aproximadamente 15 mm de comprimento por 4 mm de diâmetro foi cimentado perpendicularmente a superfície do dente a ser cimentada. As amostras foram estocadas em água destilada a 37°C por 24 horas. O dispositivo usado para o ensaio de tração foi similar ao descrito por Fusayama (1979). Para o ensaio de cisalhamento foi usado o dispositivo descrito pela padronização da ISO. Os dispositivos foram montados em uma máquina de ensaio universal com uma vel. de 1 mm/min. Após o ensaio mecânico, a resistência de união e o tipo de fratura foram registrados. O tipo de fratura foi classificado por inspeção visual em um dos 4 grupos: Falha adesiva na interface resina-dente; falha adesiva parcial com remanescentes da resina na estrutura dental; falha coesiva no cimento resinoso deixando a superfície do dente completamente coberta com material resinoso; e, falha coesiva em esmalte e dentina. Os autores concluíram que para o esmalte houve diferença estatisticamente significativa entre os materiais em ambos os ensaios (tração e cisalhamento). O tipo de fratura não indicou uma diferença estatisticamente significativa entre tração e cisalhamento para cada um dos materiais ou substratos.

Em 1995, MIYAZAKI *et al.* estudaram a influência da luz irradiada sobre os primers dentinários na interface dentina-resina. A utilização de primers dentinários é uma tentativa de melhorar algumas dificuldades existentes nos procedimentos de união à dentina, que incluem: constituintes orgânicos da dentina, variações na composição intrínseca e estrutura da smear layer, tubulos preenchidos com fluidos e umidade inerente à dentina. Os autores também sugeriram que a umidade da dentina é governada pela magnitude relativa das forças intermoleculares entre a superfície alterada da dentina e os líquidos aplicados. Foram utilizados 3 sistemas de união à dentina. Dois deles continham canforoquinona e um outro terceiro não. As raízes e a polpa foram removidas e a câmara pulpar fechada com algodão. A superfície vestibular foi desgastada com lixa N° 240 até a obtenção de uma superfície plana. Cada dente foi montado em uma base de resina acrílica. O acabamento final foi feito com lixa de granulação 600 e feita a aplicação dos “primers”. A seguir, uma área de 4 mm de dentina foi delimitada usando uma fita adesiva. Então o agente de união foi aplicado sobre a área restrita da dentina. A seguir um molde de teflon foi colocado e fixado sobre o adesivo, permitindo, desta forma, que a resina fosse aplicada sobre o área condicionada. A resina foi fotopolimerizada por 30 seg.. Os espécimes foram armazenados em água destilada a 37° C por 24 horas. Sendo, a seguir, submetidos ao ensaio de cisalhamento. Para a mensuração do ângulo de contato, blocos de dentina foram preparados de maneira semelhante ao descrito anteriormente. Assim, a superfície da dentina recebeu a aplicação do primer e em seguida foram fixados em uma máquina para mensuração do ângulo de contato. Uma gota de água destilada foi colocada sobre o primer e o ângulo de contato foi medido imediatamente. Os autores concluíram que a fotopolimerização dos

primers que contem canforoquinona resultou em um aumento da resistência de união à dentina e um aumento efetivo da capacidade de umedecimento da superfície do adesivo.

Em 1995, PASHLEY *et al.* realizaram um estudo de revisão onde enfocaram as variáveis dos ensaios de adesão com adesivos dentinários. Os autores relataram que o substrato dentinário é muito heterogêneo. A dentina da face vestibular de um dente é bem diferente da face oclusal ou proximal, assim como o tipo de dente. Um dente que já sofreu algum processo carioso muitas vezes possui dentina esclerosada, o que não acontece num dente recém-erupcionado. A preparação da superfície para os ensaios de adesão com lixas de granulação diferente, assim como inúmeros outros fatores relacionados ao substrato dental, podem interferir nos valores de resistência de união. Segundo os autores, existem vários métodos para se verificar a união de materiais restauradores resinosos ao substrato dental, o que dificulta muito a padronização nos valores alcançados por diversos pesquisadores. Além disso, diferentes detalhes em um mesmo método podem proporcionar resultados totalmente discrepantes. Devido ao avanço dos adesivos dentinários, fraturas coesivas no substrato estão sendo observadas, o que leva a supor que os ensaios atualmente utilizados não mais poderão acompanhar uma evolução dos adesivos atuais. Concluíram que novos métodos precisam ser desenvolvidos e padronizados para que as pesquisas futuras verifiquem os avanços dos adesivos dentinários. Além disso, mais ênfase deveria ser dada sobre a união de adesivos dentinários na dentina cervical esclerosada ou em regiões adjacentes à cárie, já que clinicamente este tipo de substrato é muito comum.

Em 1996, SÖDERHOLM & REETZ fizeram uma revisão sobre os fatores que afetam a confiabilidade das uniões de cimentos resinosos. Eles afirmam que a maior meta da odontologia restauradora é selar o tecido dentário destruído, evitando a penetração microbiana e reduzindo as cáries recorrentes. Eles afirmam que algumas variáveis

determinam a qualidade das uniões adesivas dos cimentos resinosos: (1) resistência da superfície do substrato; (2) a habilidade da resina em “molhar” a superfície do substrato; (3) qualidade da retenção mecânica entre a resina e o substrato; (4) resistência do cimento polimerizado; (5) stress induzido no cimento durante a polimerização; (6) qualidade da retenção mecânica entre a resina e a dentina; (7) a habilidade da resina molhar a superfície da dentina e (8) a resistência superficial da dentina. Os autores afirmam, também, que o sucesso de uma união adesiva depende de quão bem a resina infiltra-se na superfície do dente e da restauração. Os tratamentos que tornam a superfície organófila aumentam a união através da infiltração do cimento nas micro-irregularidades superficiais. Tais tratamentos são conseguidos com a aplicação de componentes silanos, particularmente na superfície da cerâmica. O silano pode formar ligações entre o cimento resinoso e a cerâmica. Apesar de os silanos serem altamente recomendados como “primers” cerâmicos, primeiro a solução deve ser nova para que não ocorra uma polimerização antes do uso. O silano exposto à umidade pode hidrolisar-se. Os grupos hidrolisados reagem com outros grupos perdendo a habilidade de formar ligações com as cerâmicas. Um segundo problema com a cobertura de silano é que estes formam camadas multi-moleculares quando aplicados em uma superfície cerâmica. Uma cobertura de silano espessa pode não polimerizar-se totalmente. Uma terceira consideração é que o silano não deve ser contaminado entre a aplicação na superfície da cerâmica e a aplicação do agente cimentante.

Em 1996, VISURI *et al.* verificaram o efeito do tratamento superficial da dentina com o laser Er:YAG e compararam com o tratamento convencional através da utilização do alta rotação e condicionador ácido. Para isto eles utilizaram 60 dentes molares humanos que foram preparados com o laser Er:YAG ou com brocas de carboneto de tungstênio, seguidos ou não de condicionamento ácido. Um perfilômetro (Alpha-step 200, Tencor Instruments) foi

utilizado para certificar que a mesma rugosidade superficial fosse alcançada com a broca ou com o laser. Após isto, cada grupo foi subdividido em dois, ou seja, um foi condicionado com ácido fosfórico a 10% e outro não. Em seguida, um cilindro de resina composta (TPH, Caulk-Dentsply) foi unido à superfície dentinária utilizando o adesivo Pro-Bond (Caulk-Dentsply). As amostras foram levadas numa máquina de ensaios universal (Instron) numa velocidade de 2,5 mm/min. até a falha ocorrer. Os dados indicaram que as amostras irradiadas com o laser Er:YAG tiveram resultados estatisticamente superiores aos demais grupos que foram condicionados com ácido fosfórico ou apenas com a superfície tratada com broca e alta-rotação. Os autores concluíram afirmando que a preparação da dentina com o laser Er:YAG deixa uma superfície mais fortalecida para a união com os materiais resinosos.

Em 1997, AL-SALEHI & BURKE realizaram uma revisão de literatura composta de 50 artigos, onde os principais métodos utilizados para análise da resistência de união à dentina foram analisados. Segundo os autores, os ensaios de cisalhamento predominam sendo utilizados em 80% dos estudos analisados e o ensaio de tração em apenas 18%. Quanto ao substrato, a dentina de molares humanos foi utilizada em 88% das investigações e o período de ensaio mais freqüente foi o de 24 horas após a confecção das amostras. Ainda, segundo os autores, outras variáveis importantes como a espessura de película do adesivo, o tipo de dentina testada e as condições do substrato (seco ou úmido), não foram analisadas. O modo de falha foi relatado em apenas 42% dos artigos. Os autores concluem dizendo que existe pouca padronização nos métodos de ensaio analisados e que uma maior padronização poderia aumentar o significado clínico dos estudos de resistência de união dentina-resina.

Em 1997, BROSH *et al.* avaliaram o efeito de diferentes formas de tratamento superficial e agentes de união sobre a resistência ao cisalhamento na união de resinas

compostas antigas e novas. Afirmaram que uma interface entre um compósito antigo e um novo compósito (cimento resinoso) pode existir. Para melhorar a resistência de união nesta interface é necessário um aumento na rugosidade da superfície do compósito velho e recobri-lo com uma camada de agente de união. Para o experimento foram preparados 360 amostras de resina composta Pertac Híbrida e Silux Plus. Um dos grupos de resina sofreu um processo de envelhecimento. A seguir as amostras receberam os seguintes tipos de tratamentos superficiais: desgaste com broca diamantada; jateamento com "microetcher", jateamento com bicarbonato de sódio (aparelho profilático); desgaste com pedra de carborundum, tratamento com ácido fluorídrico e um grupo controle que não recebeu nenhum tipo de tratamento. Cada grupo foi subdividido em 3 subgrupos e cada um recebeu um tipo de agente de união diferente. 1. controle sem agente de união; 2. resina sem carga e 3. agente de silanização. Após os tratamentos as amostras foram posicionadas na matriz e uma nova porção de compósito foi polimerizada sobre o conjunto. A seguir, os conjuntos foram fixados em um dispositivo para ensaio de cisalhamento. Entre outros resultados os autores afirmaram que os melhores resultados foram obtidos pela resina sem carga combinada com o silano independente da textura superficial criada pelos diferentes tratamentos superficiais.

GOES et al., em 1997, realizaram um estudo onde verificaram o efeito dos métodos de secagem sobre os valores de resistência de união de compósitos sobre a estrutura dentinária. Para isto eles utilizaram 60 dentes humanos do grupo molar que tiveram sua superfície oclusal desgastada até expor a dentina e então polida com lixas de granulação 240, 320, 400 e 600. Após limpeza ultrasônica, um pedaço de fita Teflon com um orifício circular de 4 mm de diâmetro interno foi colado no centro de cada superfície. As superfícies dentinárias

foram condicionadas com ácido fosfórico a 32% (Bisco) por 15 segundos e lavadas com água pelo mesmo período. Em seguida, 40 μ L de água destilada foi adicionada sobre a janela da fita adesiva para assegurar um excesso de água sobre a superfície dentinária. As amostras foram divididas aleatoriamente em quatro grupos de 15 dentes cada. No grupo 1, as amostras foram secas com jatos de ar por 3 segundos; no grupo 2, as amostras foram secas com um papel absorvente (Kimwipes) ; no grupo 3, a água foi removida com uma escova (Benda Brush); e finalmente no grupo 4, foi aplicado um algodão hidrófilo sobre a superfície dentinária. Nos grupos 2, 3 e 4 a dentina parecia visivelmente úmida e brilhante. Duas camadas do adesivo One Step (Bisco) foram aplicadas sobre a superfície dentinária e levemente espalhadas com jatos de ar por 5 segundos e logo após mais duas camadas aplicadas, secas e fotopolimerizadas por 10 segundos. Cilindros plásticos foram preenchidos em 2/3 de seu comprimento com resina composta Z-100, (3M) e fotopolimerizados por 40 segundos. O 1/3 final foi preenchido, aplicado sobre a dentina e fotopolimerizado também por 40 segundos. As amostras foram armazenadas em água destilada por 24 horas a temperatura ambiente, termocicladas 500 vezes com banhos a 5°C e 55°C e então levadas a uma máquina de ensaios universal (Instron) com uma velocidade de 0,5 mm/min. Os resultados foram analisados estatisticamente pelo testes ANOVA e de Tukey em nível de 5% de significância e eles mostram que o grupo 1 obteve os menores valores de resistência ao cisalhamento quando comparado aos grupos 2, 3 e 4, que foram iguais entre si. Os autores concluíram que a resistência ao cisalhamento foi diminuída estatisticamente quando foi utilizada a técnica da secagem com jato de ar por 3 segundos, quando comparada às outras técnicas de secagem da superfície dentinária.

com um dos sistemas adesivos, até a altura de 5 mm. Em seguida, um disco diamantado posicionado perpendicularmente à área de união foi utilizado para obtenção de bastões com 0,25 mm² de secção transversal, os quais foram submetidos ao esforço de tração. O adesivo Single Bond apresentou os maiores valores numéricos de resistência de união em todos os grupos estudados, apesar de não haver diferença estatística significativa entre os adesivos ($p>0,05$) quando foi utilizado o ensaio de microtração. Os ensaios de tração e cisalhamento apresentaram os maiores coeficientes de variação (57,81% e 52,48%, respectivamente). Já o ensaio de microtração apresentou um coeficiente de variação de 33,67%, o que foi explicado pela pequena interface adesiva utilizada, a qual contém poucos defeitos quando comparada com interfaces maiores como àquelas utilizadas nos ensaios de tração e cisalhamento.

SUDSANGIAM & VAN NOORT, em 1999, afirmam que os ensaios de resistência de união, embora não perfeitos, têm auxiliado no desenvolvimento e melhoramento dos sistemas adesivos e técnicas restauradoras. Entretanto, esses ensaios 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 ensaio deveriam ser desenvolvidos para auxiliar os pesquisadores no avanço dos sistemas adesivos.

OSHIMA, em 2001 avaliou a influência de sistemas utilizados em ensaio mecânico de tração sobre a resistência de união. O propósito deste estudo foi avaliar *in vitro*, 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 I.S.O.. 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 ensaio 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.

MATERIAIS E MÉTODO

MATERIAIS

Foram utilizados neste estudo 120 dentes bovinos incisivos com menos de 30 dias de extração, limpos e armazenados em água destilada; e cimentos resinosos com seus respectivos sistemas de união. Os cimentos e respectivos sistemas adesivos estão listados na Tabela I.

TABELA 1: Cimentos resinosos e sistemas adesivos utilizados.

AGENTE DE CIMENTAÇÃO	SISTEMA ADESIVO	FABRICANTE
Rely X	Single Bond	3M Dental products Division. St Paul, MN
Enforce	Prime & Bond 2.1	Dentsply Ind. E Com. Ltda Petrópolis RJ
Dual Cement	One Coat Bond	Vigodent S/A Industria e comércio Rio de Janeiro RJ

MÉTODO

Preparo dos dentes para a cimentação

Os dentes bovinos tiveram as bordas incisal, cervical e proximais seccionadas com discos diamantados de dupla face (KG Sorensen) montados em um micromotor elétrico (Figura 1).

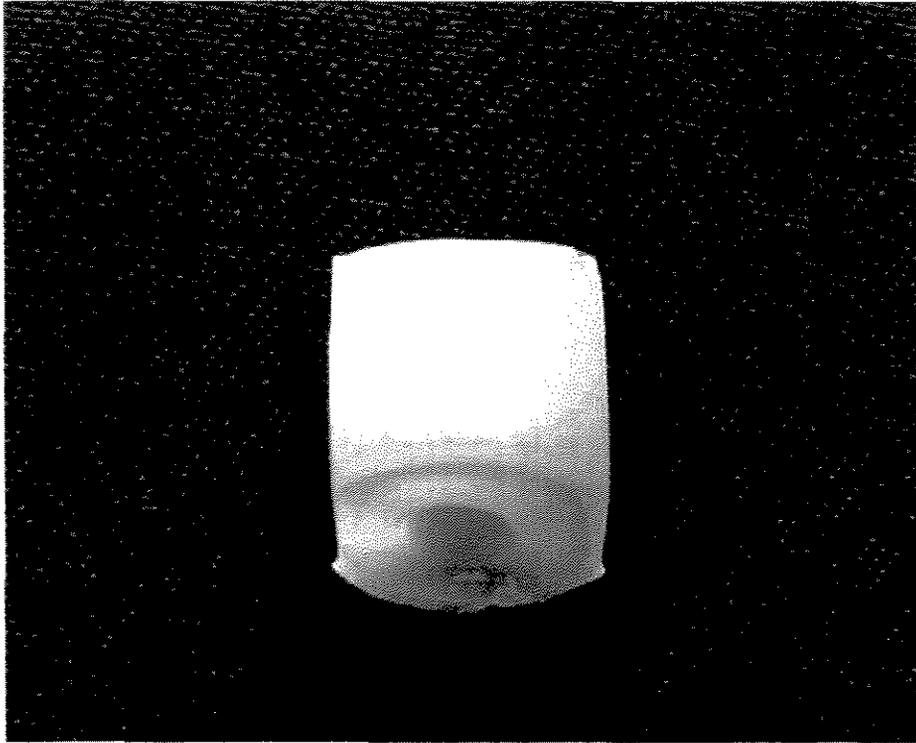


FIGURA 1: Dente bovino com as bordas seccionadas e pronto para o embutimento.

Após o seccionamento, os mesmos foram colocados em uma base metálica com a face vestibular voltada para baixo, permanecendo, assim, o mais centrado possível em relação ao cilindro de PVC (Figuras 2A e 2B).

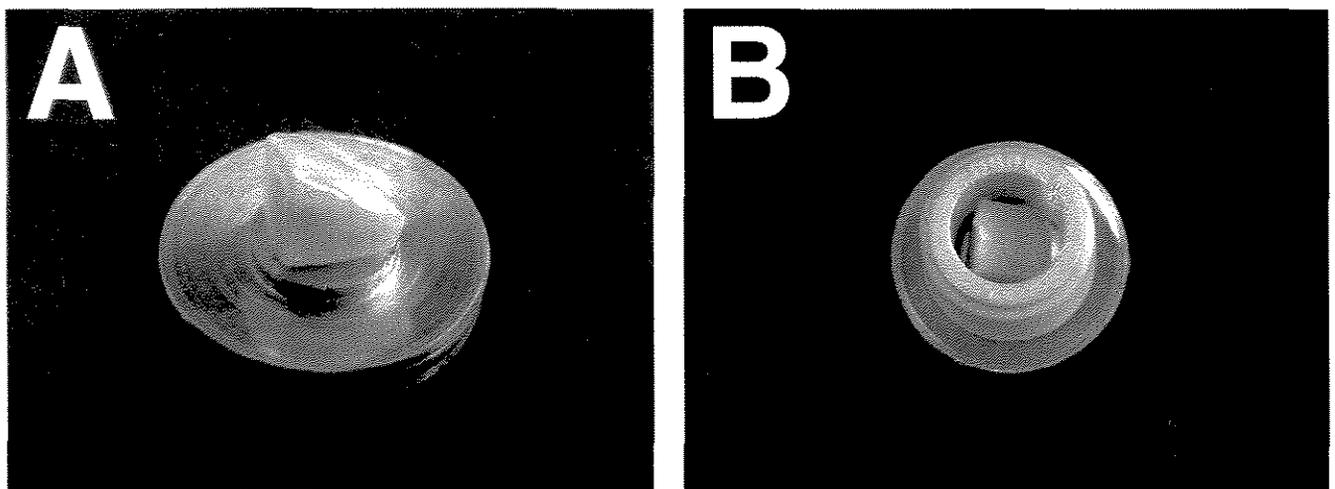


FIGURA 2: Dente posicionado na base metálica com a face vestibular para baixo (A) e conjunto pronto para o embutimento (B).

A inclusão dos dentes foi feita com resina acrílica autopolimerizável (Clássico, São Paulo, Brasil) (Figura 3A). A resina foi vertida no interior do cilindro de PVC e o conjunto levado a uma polimerizadora EDG com água a 40° C e 25 Lb/pol de pressão. Após este processo, o cilindro de PVC foi separado da base metálica deixando exposta a face vestibular do dente incluído (Figura 3B). Após, cada amostra embutida foi levada ao torno mecânico (RIOSULENSE, Rio do Sul, Santa Catarina, Brasil) para receber o acabamento inicial, isto é, a retirada da borda mais externa do cilindro de PVC o que facilitou e diminuiu o tempo necessário para o desgaste com lixas (Figuras 4A a 4C).

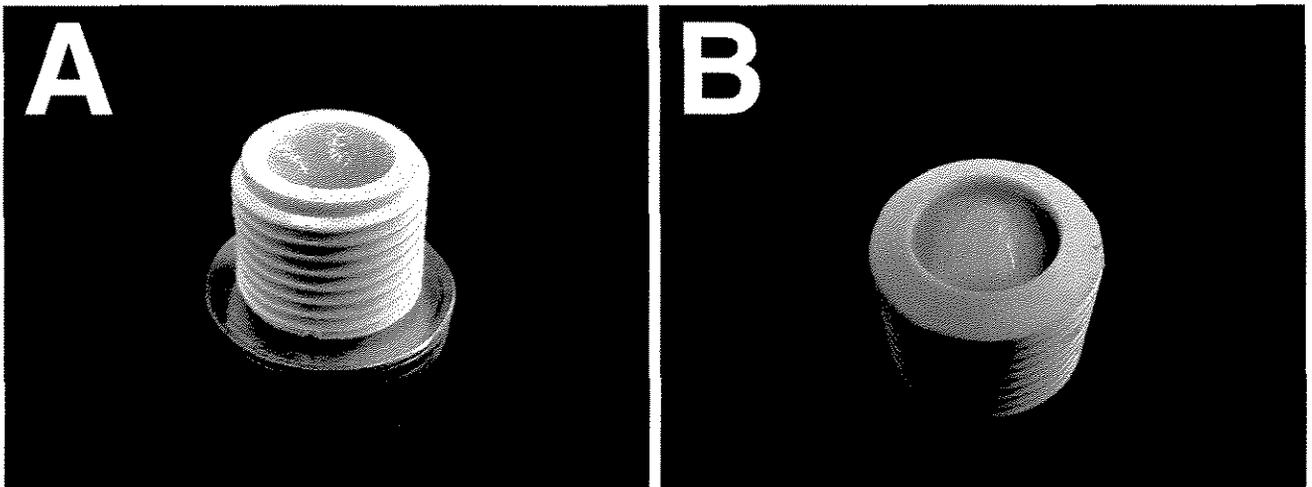


FIGURA 3: Dente embutido no cilindro de PVC (A); Face vestibular do dente (B).

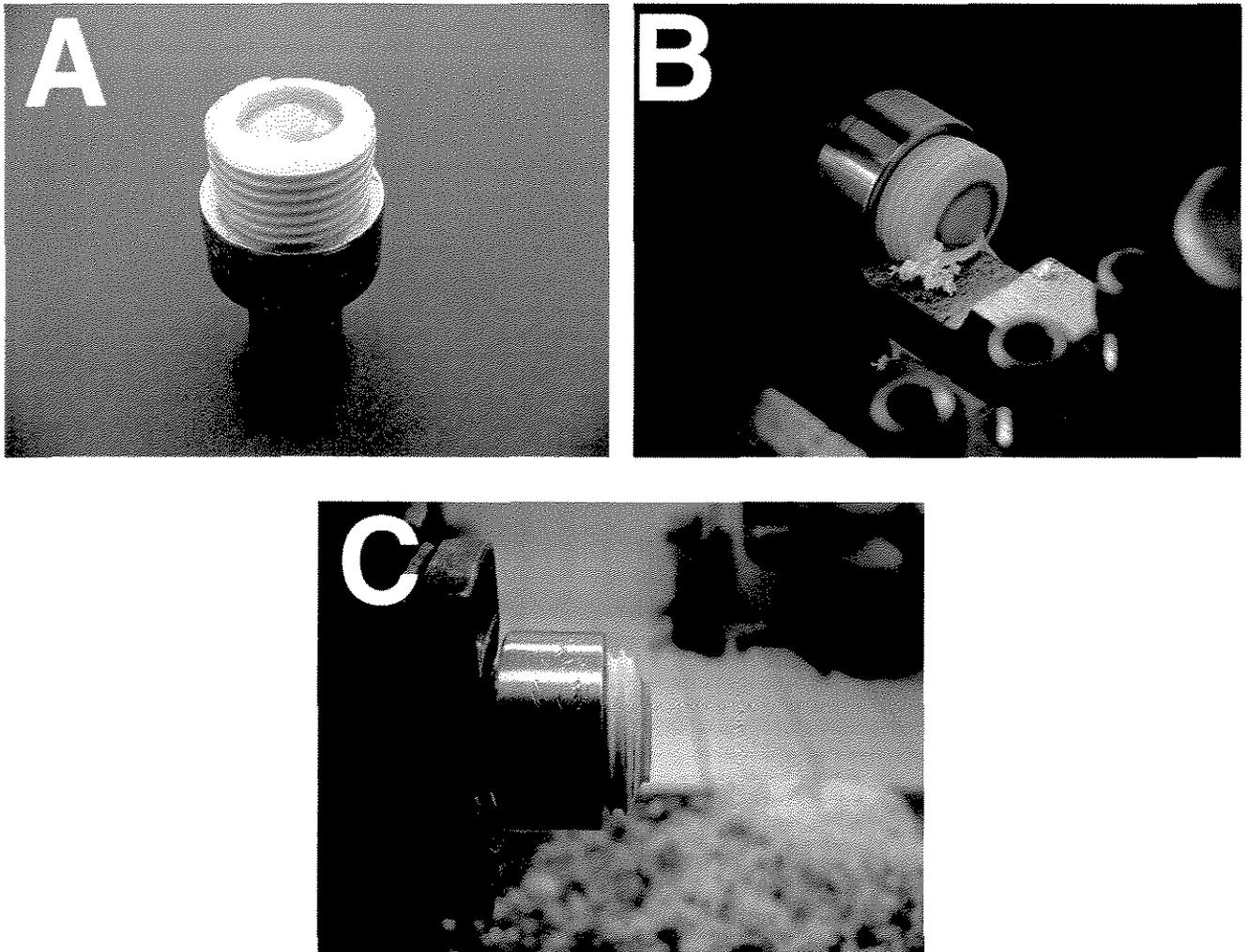


FIGURA 4: Dente rosqueado na base metálica (A); bordos de PVC do cilindro sendo rebaixados (B); vista lateral do cilindro imediatamente antes do desgaste com a lixa 220 (C).

Na seqüência do procedimento, os dentes embutidos foram desgastados em uma politriz (Struers Abramin - Brasil) com lixas de carvão de silício com granulação 220. Este desgaste foi feito na face vestibular dos dentes embutidos a fim de expor o tecido dentinário subjacente. Para a realização deste desgaste, as amostras foram colocadas em um dispositivo (Figuras 5A e 5B) que as mantinha fixas em um mesmo plano. Este disco, por sua vez, foi acoplado à politriz com o objetivo de desgastar várias amostra de uma só vez. Posta

em movimento a politriz, um pistão pneumático com 1 Lb de pressão fez com que as amostras fossem colocadas em contato com a lixa na base da mesma. O pistão também tinha um movimento rotatório, permanecendo as amostras em contato com a lixa por um período de tempo e com uma pressão determinada o que proporcionou um controle do desgaste das amostras (Figura 5C).

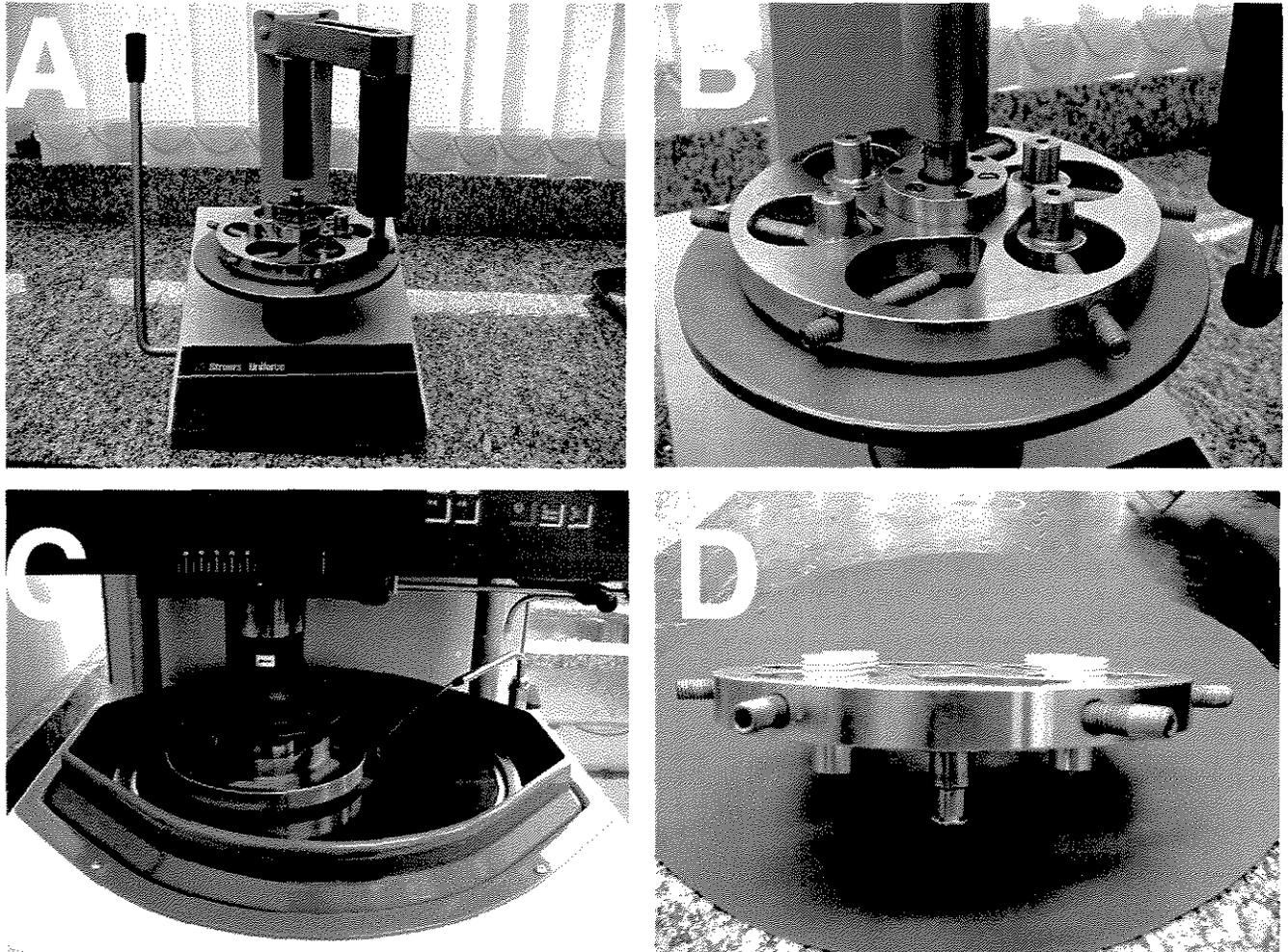


FIGURA 5: Dispositivo para fixação das amostras (A) e (B); amostras sendo desgastadas (C) e vista lateral das amostras após o desgaste (D).

Após o desgaste inicial, as amostras foram recolocadas no torno mecânico onde foi feito um segundo desgaste objetivando novamente retirar as bordas do cilindro de PVC (Figuras 6A e 6B). Este procedimento foi realizado para diminuir a área em contato com a lixa mais fina. A seguir, cada amostra foi desgastada individualmente em politriz utilizando lixas de carbeto de silício com granulação 600 (Figuras 7A e 7B).

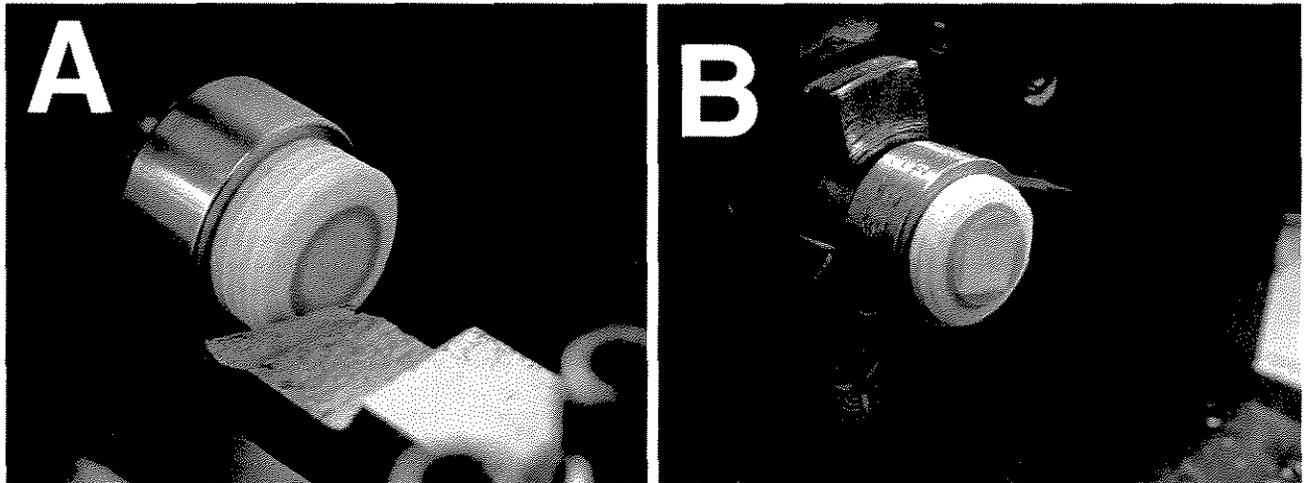


FIGURA 6: Bordas do cilindro em PVC sendo torneadas (A) e vista lateral após o desgaste (B).

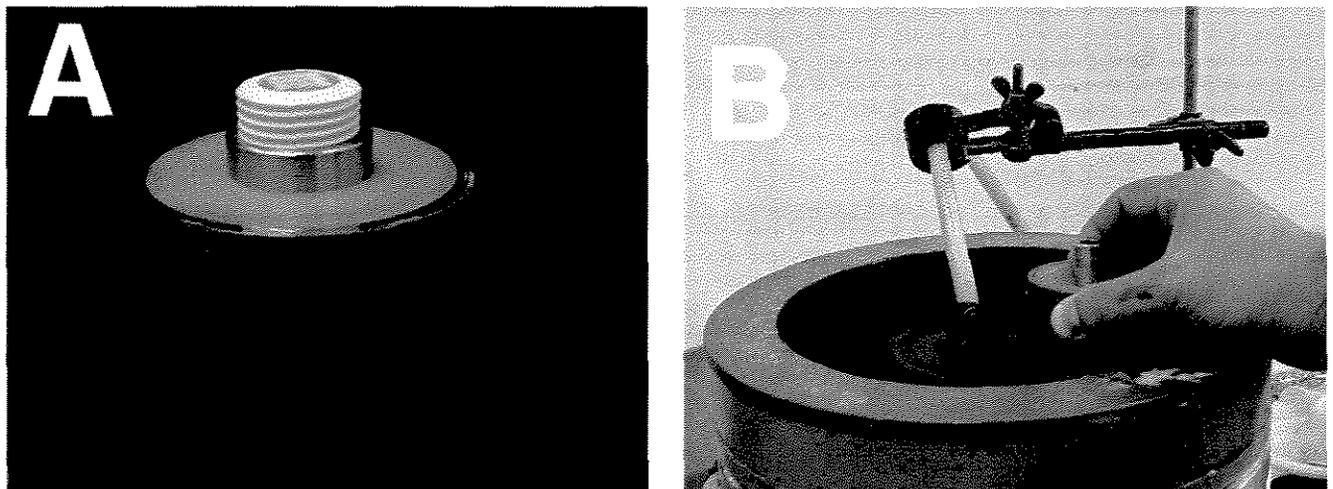


FIGURA 7: Amostra acoplada a base para o desgaste com lixa 600 (A) e amostra sendo desgastada em

uma politriz convencional (B).

Após o desgaste superficial das amostras, os procedimentos para delimitação da área a ser cimentada foram iniciados. Apesar de a maioria dos trabalhos publicados fazer a delimitação da área a ser cimentada com alguma espécie de fita adesiva, optou-se pela delimitação física da área a ser cimentada. Apesar das dificuldades inerentes ao processo de torneamento de um dente através da utilização de uma ferramenta de aço rápido, que pode provocar fratura da dentina e do esmalte adjacente, bem como superaquecimento do dente, optou-se pelo uso do torno mecânico, modificando-se apenas a forma de desgaste do dente que foi realizada com ponta diamantada sob refrigeração. Para efetuar esta delimitação de ares, foi utilizada uma peça de mão reta acoplada a um motor de bancada, sendo esta peça de mão fixada no castelo do torno mecânico. (Figura 8A).

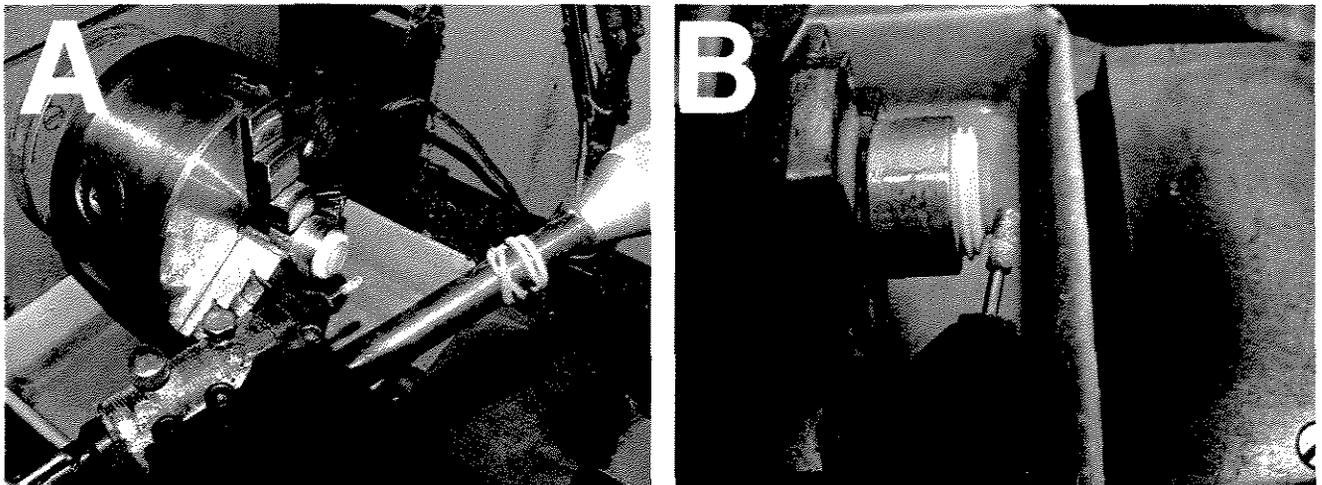


FIGURA 8: Aparato para a delimitação da área a ser cimentada montado em um torno mecânico (A) e vista lateral da ponta diamantada mostrando uma angulação de aproximadamente 30° (B).

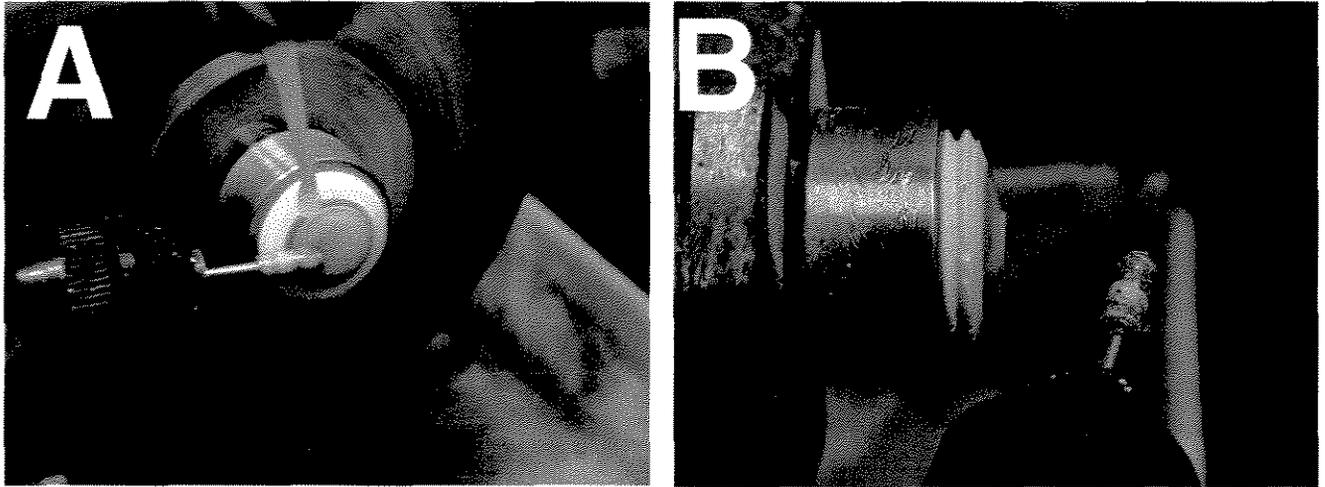


FIGURA 9: Amostra sendo delimitada sob refrigeração (A) e vista lateral da amostra após o desgaste (B).

Com o torno em movimento, a broca diamantada acoplada à peça de mão (também em movimento) foi encostada na superfície da dentina sob refrigeração com água, promovendo um desgaste angulado da superfície dentinária (Figura 9A). Com este procedimento, foi obtida uma área de cimentação de 4,5 mm de diâmetro. A seguir, as amostras foram removidas do dispositivo metálico e submetidas à limpeza ultra-sônica por 12 minutos.

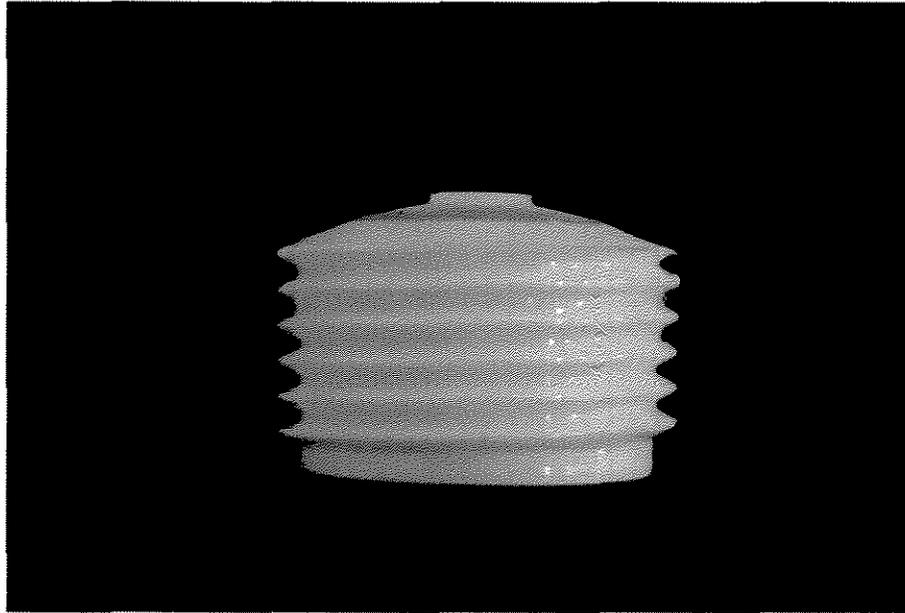


FIGURA 10: Amostra pronta para ser cimentada.

Preparação das amostras para o ensaio de resistência à tração

As 120 amostras embutidas foram divididas em 3 grupos com 20 amostras, referentes ao cimento resinoso e respectivo sistema adesivo utilizado. Cada um dos grupos foi subdividido em dois subgrupos de 10 amostras, referentes aos tempos de armazenagem propostos. Os cimentos e sistemas adesivos, bem como as composições de cada materiais estão descritos nas tabelas II e III. Cada uma das amostras teve a superfície a ser cimentada tratada de acordo com as recomendações dos fabricantes. As superfícies foram condicionadas, lavadas e receberam a aplicação do sistema adesivo. O passo seguinte foi a fotopolimerização do sistema adesivo aplicado sobre a superfície da amostra. (Figura 11A a 11F).

TABELA II: Descrição dos cimentos resinosos.

Grupo	Cimento resinoso	Composição*	Lote	Fabricante
I	Rely X	Bis-GMA, TEGDMA, Sílica, Zircônia, Aminas, Peróxido de benzoíla.	3415A3	3M Dental Products Division, St Paul, MN
II	Enforce	TEGDMA, BDMA, EDAB, EDAB, BHT, Pigmentos minerais, vidro de boro silicato de alumínio e bário, dióxido de titânio, Bis-GMA peróxido de benzoíla	53681	Dentsply Ind. e Com. Ltda. Petrópolis RJ
III	Dual Cement	Monômeros metacrílicos, sílica, carga radiopaca com flúor	03201	Vigodent SA – Rio de Janeiro RJ

*Informações contidas no manual de instruções

TABELA III: Descrição dos sistemas adesivos.

Grupo	Sist. Adesivos	Composição	Lote	Fabricante
I	Single Bond	Bis-GMA, HEMA, ácido polialcenólico, etanol, água, ácido poliitacônico, DMA, fotoiniciador	03100	3M Dental Products Division, St Paul, MN
II	Prime & Bond 2.1	PENTA, resinas dimetacrilatos, fotoiniciadores, estabilizadores, hidrofluoretos, cetilamina e acetona	64541	Dentsply Ind. e Com. Ltda. Petrópolis RJ
III	One Coat Bond	HEMA, UDMA, MMA, Glicerol dimetacrilato, sílica e água	26801	Vigodent SA – Rio de Janeiro RJ

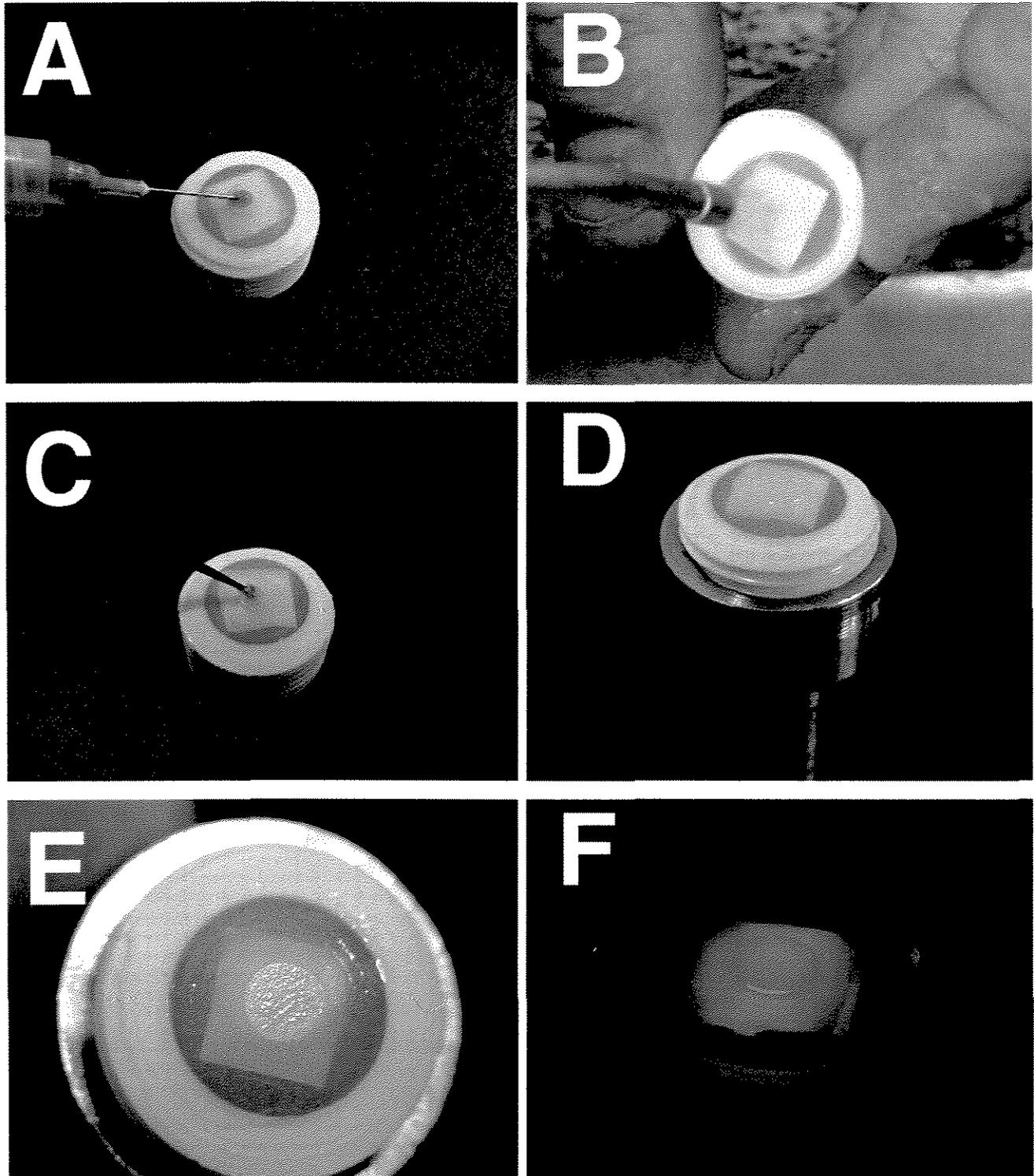


FIGURA 11: condicionamento da amostra (A), sendo lavada (B), adesivo sendo aplicado (C), Aspecto superficial logo após a aplicação (D), detalhe da superfície a ser cimentada (E) e fotopolimerização do adesivo (F).

Completada a preparação da superfície, as amostras foram colocadas no dispositivo metálico posicionador de forma que as superfícies a serem cimentadas ficassem paralelas entre si (Figura 12A e 12B).

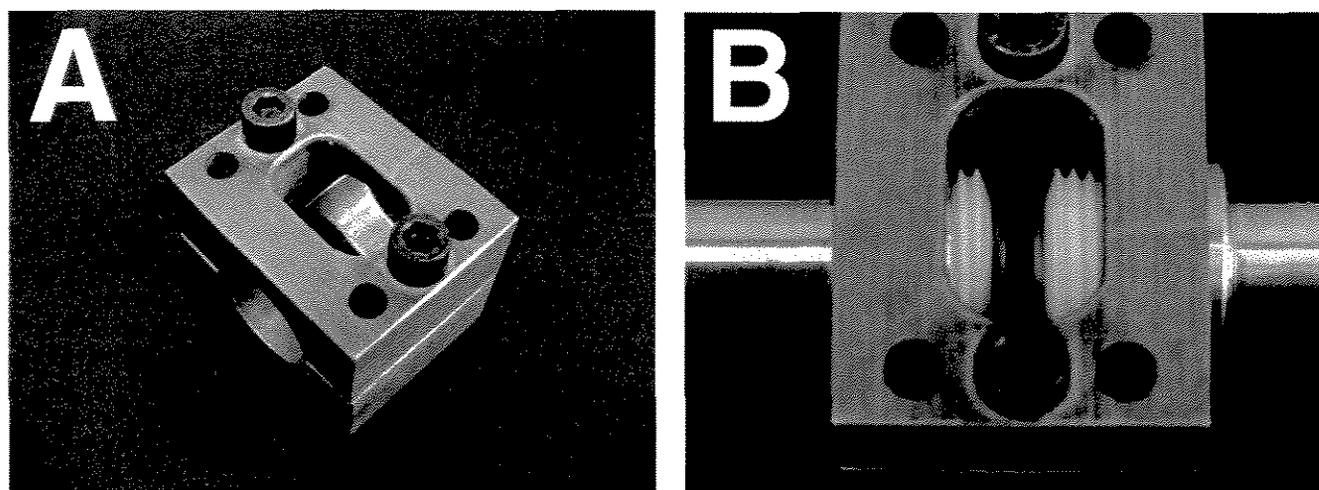


FIGURA 12: Dispositivo posicionador das amostras (A) e amostras posicionadas (B).

Partes iguais (base e catalisador) de cada cimento foram dispensadas sobre um bloco de papel impermeável (Figura 13A) e misturadas seguindo as recomendações de cada fabricante até a obtenção uma massa homogênea. Com o auxílio de uma espátula plástica, o cimento foi aplicado sobre a superfície da dentina condicionada através das aberturas laterais do dispositivo para cimentação (Figura 13B) e fotopolimerizados seguindo os tempos propostos por cada fabricante. Os parafusos do dispositivo para cimentação foram aliviados e as amostras colocadas em contato, com força manual (Figura 13C). Neste momento os parafusos da matriz foram atarraxados e os excessos dos cimentos removidos com o auxílio

de uma espátula plástica. A seguir, cada amostra foi fotopolimerizada com o auxílio de um aparelho Curing light XL 3000 (3M, Dental Products Division, St. Paul, MN) durante 80 segundos em cada janela lateral do dispositivo para cimentação, totalizando 160 segundos de exposição à luz (Figura 13D). A intensidade de luz do aparelho fotopolimerizador foi previamente aferida através de um radiômetro (Demetron).

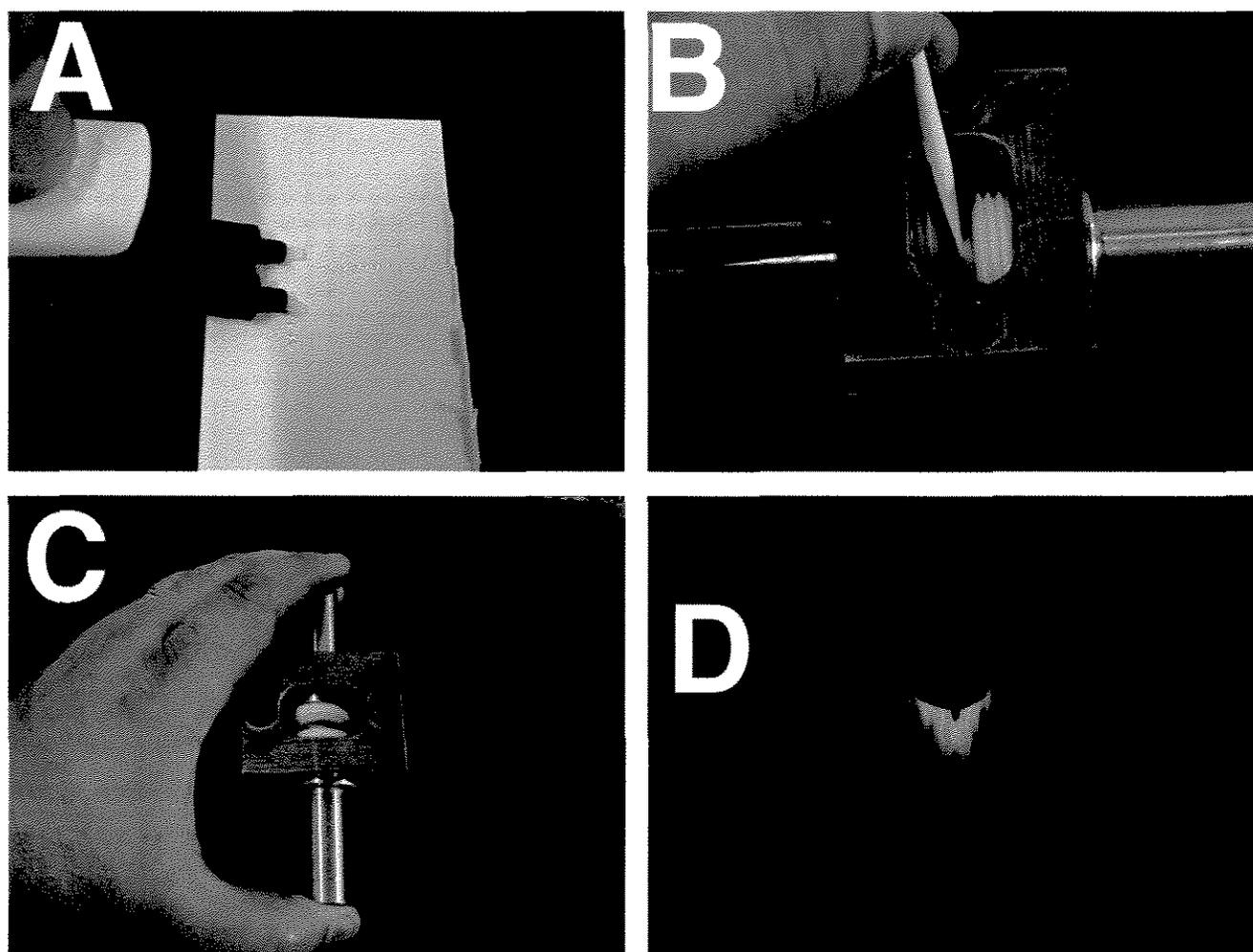


FIGURA 13: Cimento sendo dispensado (A); aplicação do cimento na superfície da dentina (B); aproximação das amostras (C) e fotopolimerização pelas janelas laterais do dispositivo de fixação (D).

Após a fotopolimerização, os corpos-de-prova foram retirados do dispositivo para cimentação (Figura 14A) e desrosqueados da base metálica que os fixava (Figura 14B). Em seguida, foram armazenados em estufa a 37^o C e 100% de umidade relativa pelos períodos de 30 minutos ou 24 horas.

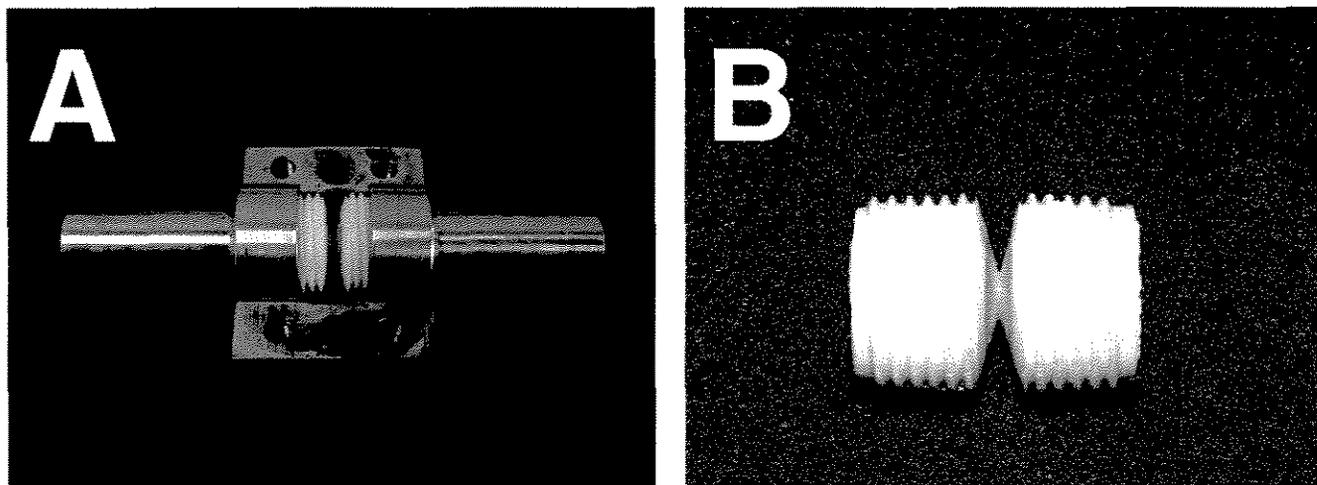


FIGURA 14: Abertura do dispositivo fixador (A) e corpo-de-prova pronto para o ensaio (B).

Para o ensaio de resistência à tração foi confeccionada uma matriz metálica em aço inox composta por três partes distintas. A primeira parte foi fixada no mordente da máquina de ensaio universal. A segunda parte da matriz contém o rolamento de tração axial SKF PSS 5302 (SKF, Germany). Este rolamento permite o auto-ajuste da matriz durante o ensaio de tração. A terceira parte sustenta os corpos-de-prova para a realização do ensaio de tração. O conjunto completo está disposto em corte transversal ilustrativo na Figura 15.

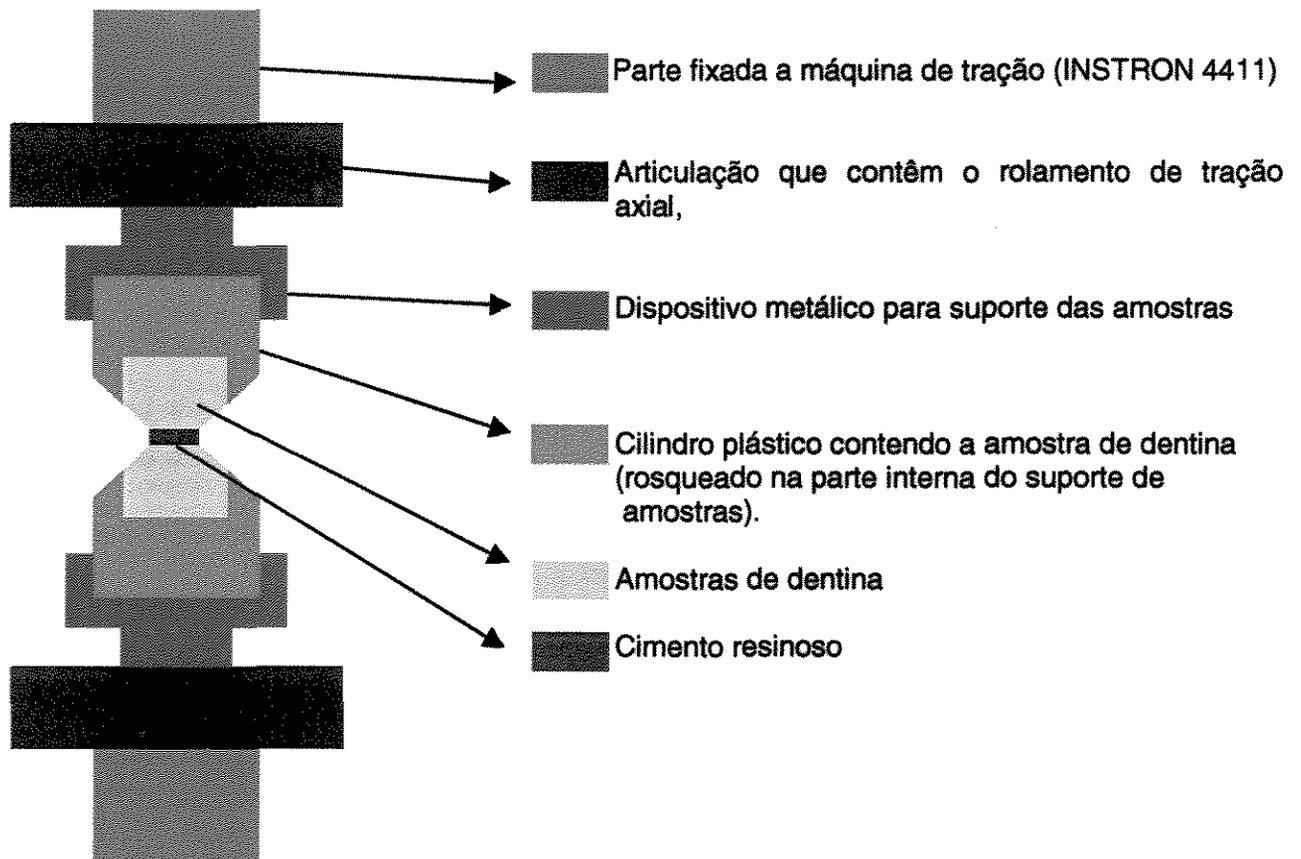


FIGURA 15: Diagrama da matriz para o ensaio de tração axial em corte transversal.

Em seguida, os corpos-de-prova foram montados na matriz metálica previamente fixada na máquina de ensaio universal INSTRON (Modelo 4411) para o ensaio de tração a uma velocidade de um mm/minuto (Figuras 16 e 17). Para este ensaio foi utilizada uma célula de carga de 50N.

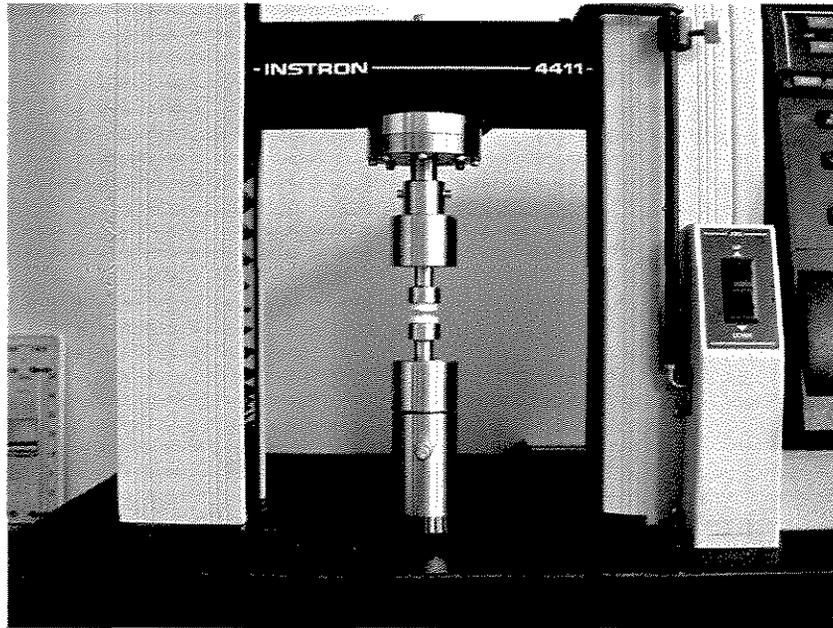


FIGURA 16: Vista geral da máquina de tração, matriz e corpo de prova posicionado.

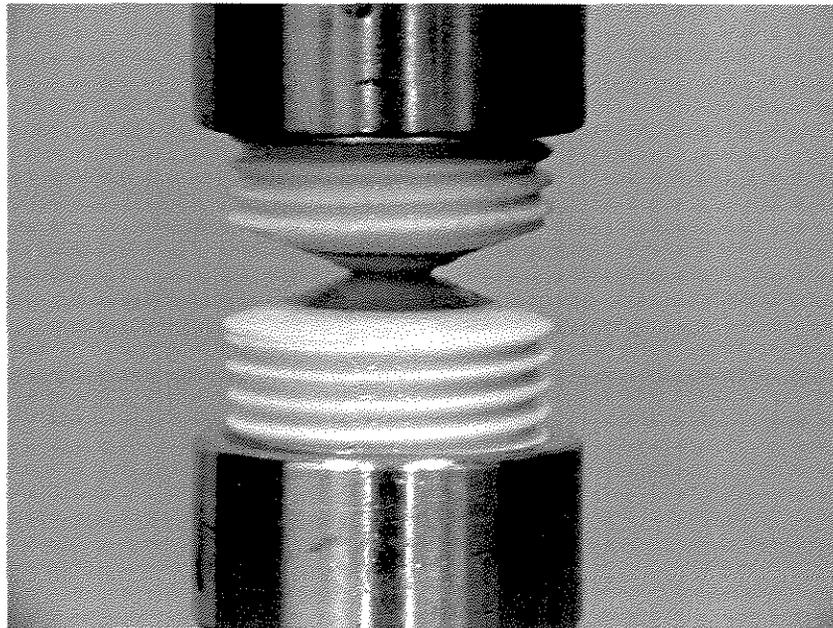


FIGURA 17: Corpo de prova em detalhe.

Cada corpo-de-prova foi tracionado individualmente até o rompimento. A resistência de união à tração foi calculada pela seguinte fórmula:

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

Onde: (R_t) é a resistência a tração; (F), a força aplicada; e (A), área de união cimento resinoso / dentina.

Após a realização dos ensaios de tração axial, os corpos-de-prova foram retirados do embutimento e observados em microscópio eletrônico de varredura (MEV) para determinação do padrão de fratura.

RESULTADOS

Os valores originais obtidos durante os ensaios de tração estão dispostos no Apêndice (Quadros de VI a XI).

Os resultados obtidos foram submetidos à análise de variância multifatorial. De acordo com a Tabela IV, os fatores tratamento e material apresentaram diferença significativa em nível de 5% pelo ensaio F. Assim, os valores médios foram submetidos ao ensaio de Tukey e estão apresentados nas Tabelas V e VI e ilustrados na Figura 18.

TABELA IV: Análise de variância.

CAUSAS DA VARIAÇÃO	G.L.	S.Q.	Q.M.	VALOR F	PROB. > F
MATERIAL	2	122,8638995	61,4319498	55,0435	0,00001
TEMPO	1	10,9056311	10,9056311	9,7715	0,00318
MAT * TEM	2	8,1961129	4,0980564	3,6719	0,03106
RESIDUO	54	60,2673316	1,1160617		
TOTAL	59	202,2329751			

MÉDIA GERAL = 3,239333

COEFICIENTE DE VARIAÇÃO = 32,613 %

TABELA V: Valores médios de resistência à tração dos cimentos resinosos comparando-se os tempos de armazenagem (MPa)

CIMENTO RESINOSO	30 MINUTOS	24 HORAS
DUAL CEMENT	4,24 ± 1,26 a	6,14 ± 1,80 a
RELY X	2,53 ± 0,49 b	2,90 ± 1,12 b
ENFORCE	1,65 ± 0,46 c	1,94 ± 0,34 c

Médias seguidas por letras minúsculas distintas em coluna diferem ao nível de 5% de significância pelo ensaio de Tukey.

TABELA VI: Valores médios de resistência à tração dos cimentos comparando-se os materiais utilizados (MPa)

CIMENTO RESINOSO	30 MINUTOS	24 HORAS
DUAL CEMENT	4,24 ± 1,26 A	6,14 ± 1,80 B
RELY X	2,53 ± 0,49 C	2,90 ± 1,12 C
ENFORCE	1,65 ± 0,46 D	1,94 ± 0,34 D

Médias seguidas por letras maiúsculas distintas em linha diferem ao nível de 5% de significância pelo ensaio de Tukey.

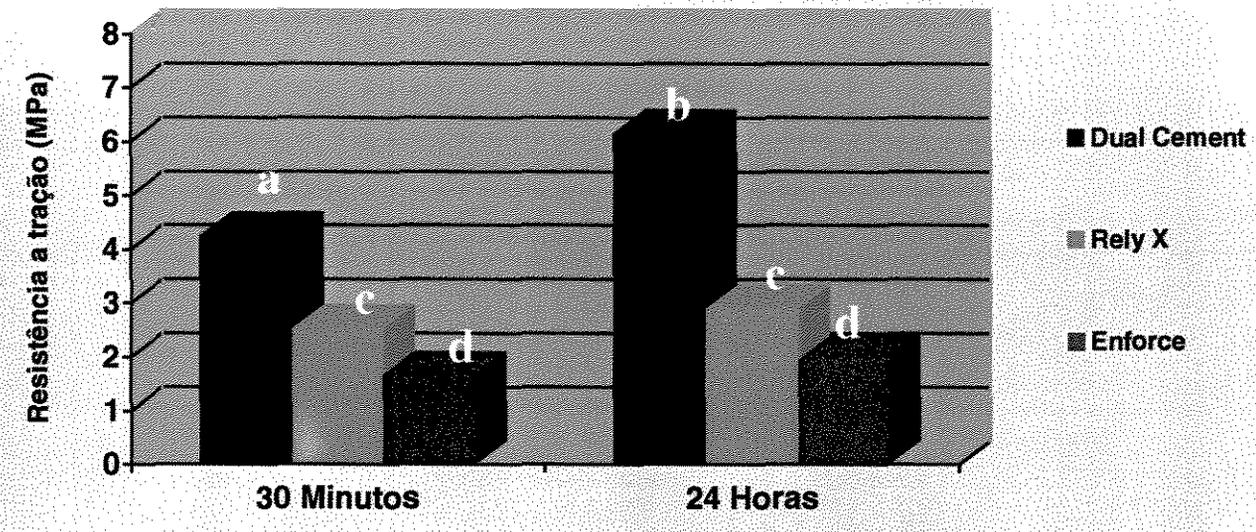


FIGURA 18: Representação gráfica dos valores médios de resistência à tração dos cimentos resinosos em 30 minutos e em 24 horas (MPa)

Análise morfológica da superfície

A observação fotomicrográfica na região fraturada mostra que os padrões de falha foram predominantemente mistos para os três grupos, os quais caracterizam-se por fraturas coesivas no cimento resinoso/coesiva na camada de adesivo, com a ocorrência de fratura coesiva também no substrato dental.



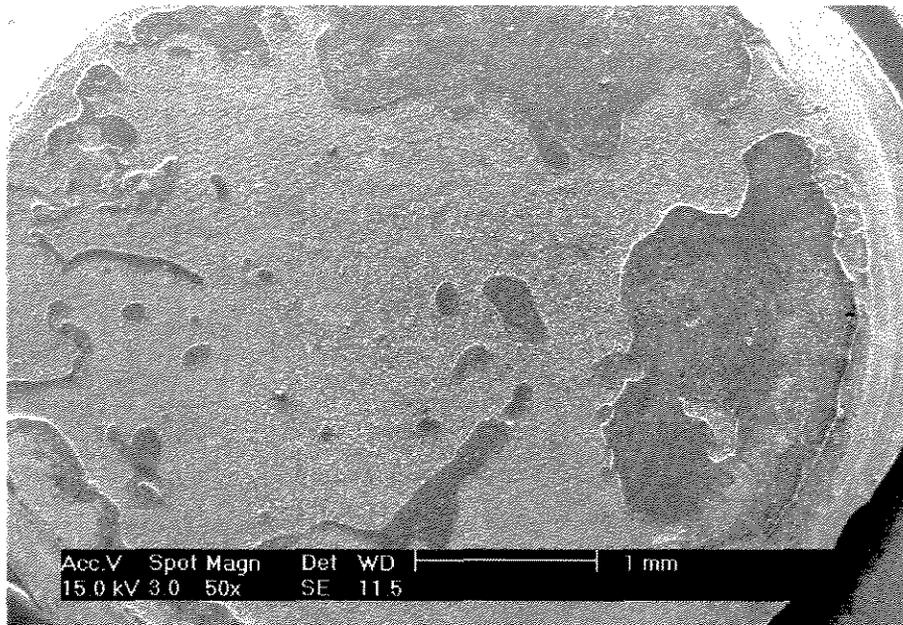


Figura 18: Aspecto morfológico na região de fratura do Grupo I (Rely X). Aumento de 50 vezes.

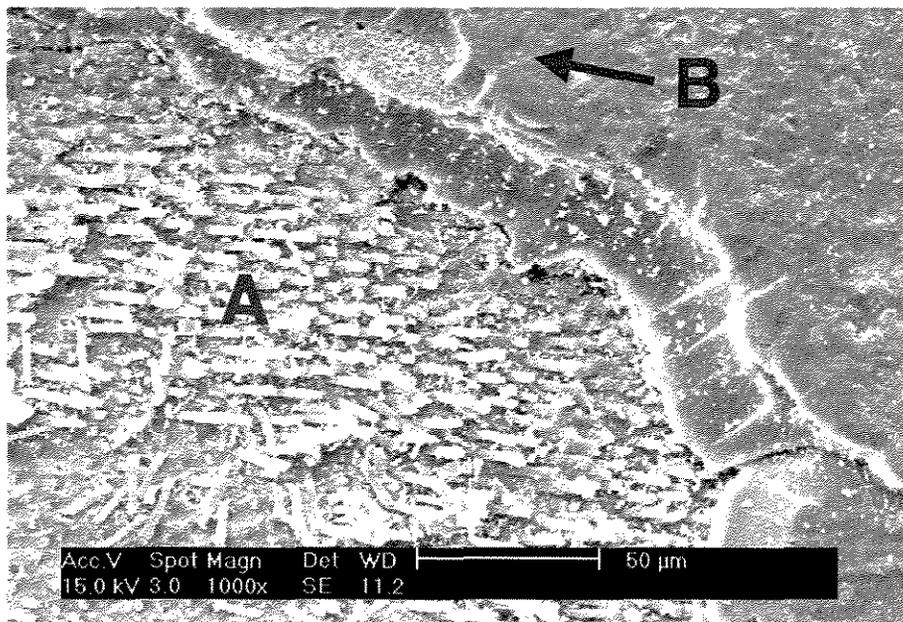


Figura 19: Aspecto morfológico representativo dos corpos-de-prova do Grupo I (Rely X), mostrando os “tags” de adesivo que foram arrancados dos túbulos dentinários durante o ensaio de tração (A) e fratura coesiva parcial da dentina (B). Aumento de 1000 vezes.

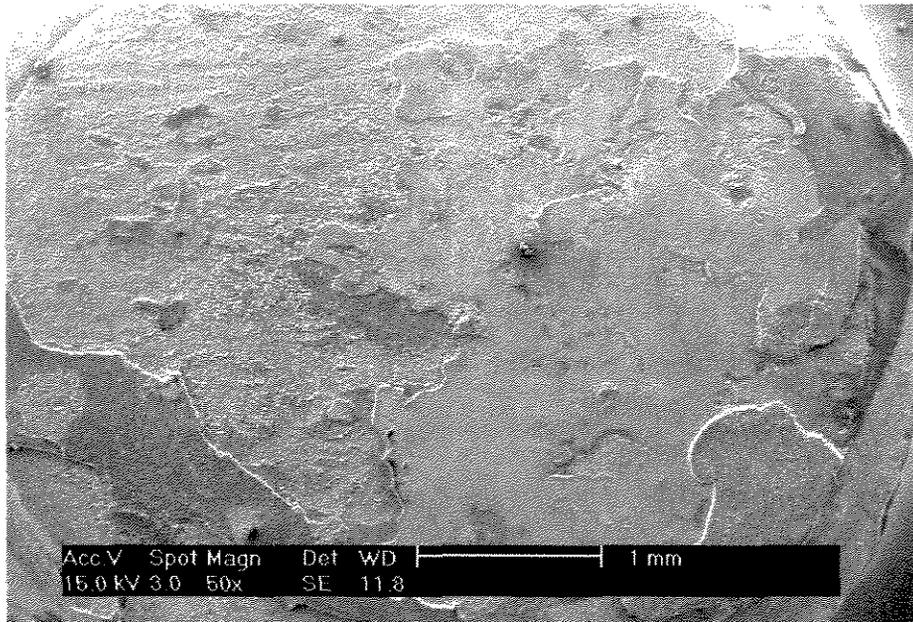


Figura 20: Aspecto morfológico na região de fratura do Grupo II (Enforce). Aumento de 50 vezes.

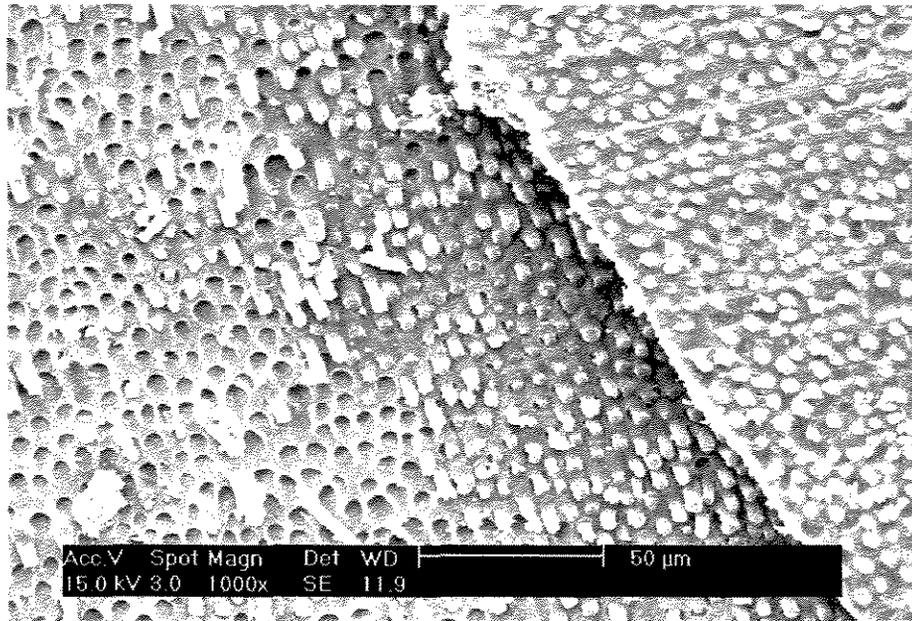


Figura 21: Aspecto morfológico representativo dos corpos-de-prova do Grupo II (Enforce), observando-se fraturas coesivas do cimento e do adesivo. Aumento de 1000 vezes.

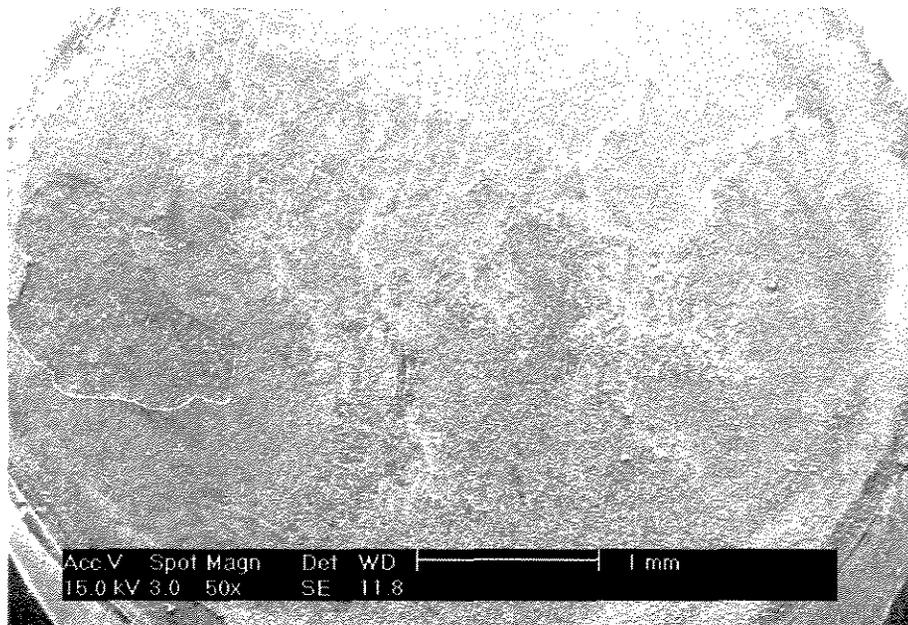


Figura 22: Aspecto morfológico na região de fratura do Grupo III (Dual Cement). Aumento de 50 vezes.

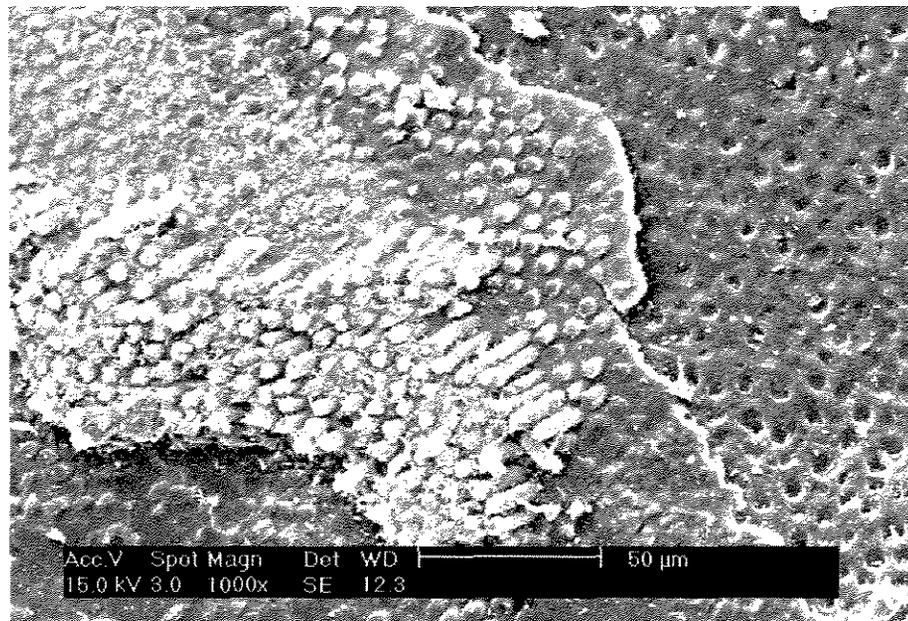


Figura 23: Aspecto morfológico representativo dos corpos-de-prova do Grupo III (Dual Cement), com ênfase ao tamanho dos “tags” de adesivo e a falha coesiva do cimento resinoso. Aumento de 1000 vezes.

DISCUSSÃO DOS RESULTADOS

O procedimento restaurador adesivo tem por objetivo relacionar as propriedades físicas do material restaurador à capacidade de união com as estruturas do dente, de tal forma a se aproximar das condições funcionais e estéticas do dente existentes antes da restauração.

Em nosso estudo, os maiores valores de resistência para tração ocorridos em 30 minutos e 24 horas foram apresentados pelo cimento *Dual Cement* (Vigodent) (4,24 e 6,14 MPa respectivamente), seguidos pelo cimento *Rely X* (3M) (2,53 e 2,90 MPa) e pelo cimento *Enforce* (Dentsply) (1,65 e 1,94 MPa).

As diferenças numéricas e estatísticas sugerem que a composição dos sistemas adesivos, a complexidade do substrato e o método de ensaio foram os responsáveis por tais diferenças.

O fabricante do cimento *Dual Cement* (Vigodent) recomenda a utilização do agente de união universal *One Coat Bond* (Coltène). Este adesivo apresenta-se na forma de frasco único, tendo por base os monômeros hidroxyethylmetacrilato (HEMA) e uretanodimetacrilato (UDMA), ácido poliacrílico modificado, sílica, utilizando água como solvente. Esta composição e a utilização da água como solvente confere ao sistema adesivo características hidrófilas que auxiliam a penetração dos monômeros nas fibras colágenas formando uma camada composta por fibras colágenas e monômeros polimerizados, chamada camada híbrida (NAKABAYASHI,1992). Esta capacidade de penetração do adesivo pode, também, ser verificada na fotomicrografia representativa do Grupo III pelo tamanho dos “tags” de adesivo que foram arrancados do interior dos túbulos dentinários durante o ensaio de tração (Figura 23). Os resultados numericamente superiores obtidos em relação a

este grupo sugerem que o tipo e a quantidade de solvente presente, bem como a condição bipolar e a viscosidade do monômero, determinados pela quantidade de sílica presente foram fatores que determinaram melhor desempenho do material. A imagem fotomicrográfica representativa também sugere uma maior homogeneidade do agente cimentante o que foi verificado pela menor incidência de fraturas coesivas do cimento resinoso, concluindo-se que a resistência coesiva do cimento aliado ao poder de penetração do adesivo utilizado conferiram a este grupo os melhores resultados (Figura 22).

Da mesma forma, o fabricante do cimento Rely X (3M) recomenda a utilização do sistema adesivo “Single Bond”, que possui na composição o monômero hidrófilo HEMA e o Bis-GMA, tendo a água e álcool como solvente, o que torna a técnica de utilização bem menos sensível que o primeiro grupo e mais sensível que o segundo grupo. Este fato certamente teria influência nos resultados obtidos. As fotomicrografias obtidas deste Grupo mostram que o padrão de fratura do cimento, apesar de ser coesiva, é menos homogêneo que o Grupo anterior (Figura 18). O comportamento do adesivo também foi diferenciado, apresentando “tags” de resina em um comprimento aparente o de comprova o bom desempenho do adesivo quanto a penetração na dentina, mas com regiões em que há fratura coesiva do substrato dental. Esta ocorrência certamente influenciou nos resultados obtidos neste Grupo (Figura 19).

Com resultado numérico inferior ao dois anteriores, mas estatisticamente igual ao segundo grupo, está o cimento *Enforce* (Dentsply) que utiliza o sistema de união Prime & Bond 2.1. Este agente adesivo possui características hidrófilas (monômero PENTA). A diferença na formulação deste material fica por conta do solvente empregado que é a acetona. Pode-se verificar pela fotomicrografia representativa deste Grupo que o cimento resinoso apresentou a maior incidência de fraturas coesivas quando comparado aos dois

grupos anteriores (Figura 20). Além disso, na fotomicrografia em maior aumento, pode-se verificar que os prolongamentos de adesivo intratubulares (tags) são menores que aqueles obtidos nos outros dois grupos, embora este Grupo não apresente fraturas coesivas na dentina (Figura 21). Este padrão encontrado nas imagens com certeza contribuiu para os valores numéricos encontrados.

Na realidade, quando aplicamos um sistema adesivo na superfície de um dente após os procedimentos usuais de condicionamento, duas questões simples e fundamentais são esquecidas: 1) Quanto o adesivo penetrará na camada desmineralizada? 2) Após a evaporação do solvente, que quantidade de adesivo efetivamente permanecerá no substrato promovendo a hibridização? Ambas respostas estariam na dependência do solvente.

O fator importante seria o tipo de solvente empregado. A acetona presente no *Prime & Bond 2.1*, por exemplo, apresenta elevado potencial de fixação no colágeno, mas tem características negativas, como alta pressão de vapor e velocidade de volatilização alta, o que torna a técnica mais sensível. Por conta destas características pode-se presumir que a quantidade de adesivo que irá penetrar nas fibras colágenas e túbulos dentinários será menor, como pode ser verificado na figura 21.

Outro solvente bastante empregado e presente na composição do sistema adesivo *Single Bond* é o álcool (Etanol). O álcool apresenta algum potencial de umedecimento das fibras colágenas, o que equivale dizer que a técnica de uso com este tipo de solvente não é tão crítica quanto à técnica em que a acetona está presente. Apresenta ainda potencial intermediário de penetração entre as fibras colágenas entre a acetona e a água, fator que certamente contribuiu nos resultados numéricos e fotomicrogáficos obtidos (Figura 19).

Um terceiro solvente que é utilizado pelos sistemas adesivos *One Coat Bond* e *Single Bond* é a água. A água apresenta elevado potencial de umedecimento das fibras

colágenas, com baixa pressão de vapor, promovendo aos adesivos que utilizam água como solvente excelente difusão entre as fibras colágenas. A técnica de utilização destes adesivos não é tão sensível quanto os adesivos baseados em acetona, podendo, inclusive, a dentina estar mais seca do que o recomendado, o que permitiria hibridização satisfatória do tecido dentinário condicionado (Figura 19).

Outra consideração e talvez a mais importante sob este aspecto seria a quantidade de solvente presente no adesivo, independente do tipo. Em um sistema adesivo com maior quantidade de solvente, a capacidade de penetração é maior, porém após a eliminação do solvente, a quantidade de monômero presente será menor, fato que poderia comprometer a efetividade da união. Já em um sistema adesivo onde a quantidade de solvente é menor, provavelmente seu poder de penetrar as fibras colágenas seria comprometido, porém após a evaporação do solvente a quantidade de monômero presente será maior o que, teoricamente, aumentaria a resistência de união. Este fato explica as variações entre cimentos encontradas no ensaio, já que em relação ao tempo não houve diferença estatística significativa.

Os ensaios “in vitro” também encontram dificuldades de padronização no substrato dental como um todo, devido a grande variação da estrutura na área de união (OLSSON, S., ØILO, G. 1993, PASHLEY, D.H. 1992, RUEGGERBERG, A. 1991).

Como substrato dentinário, a dentina da face vestibular de um dente é bem diferente da face oclusal ou proximal, assim como entre dentes. O dente que já sofreu algum processo carioso muitas vezes possui dentina esclerosada, o que não acontece com o dente recém-erupcionado (PASHLEY et al., 1995), este apresentando maior número e diâmetro

dos túbulos dentinários na dentina mais próxima da polpa. Além disso, a dentina mais sólida seria a dentina da face vestibular junto à junção amelo-dentinária (OLSSON & ØILO, 1993).

Segundo RUEGGEBERG ³² (1991), o preparo da superfície, a profundidade e o local de união são também fatores que podem alterar os valores de união. Quanto mais profundo, maiores e mais numerosos são os túbulos dentinários. Além do que análises morfológicas comprovam que a superfície oclusal possui mais túbulos dentinários do que a superfície lingual.

Em alguns estudos são utilizados terceiros molares inclusos ou recém-erupcionados, constituídos por dentina totalmente diferente daquela de um dente similar, restaurado devido ao processo cariioso (PASHLEY, 1992). Portanto, fica evidente que nos trabalhos de pesquisa deve-se optar por dentes “funcionais” que apresentam variações estruturais semelhantes à dos existentes em uso na cavidade bucal. Este fato também permite a defesa da utilização de dentes bovinos nas avaliações e ensaios de novos materiais odontológicos. São dentes que estão sob impacto mastigatório e, portanto, sujeitos a alterações morfológicas e patológicas similares à dos dentes humanos. Outra vantagem a ser relacionada é a padronização destes elementos dentais, pois é possível conseguir dentes bovinos em número expressivo, com a mesma idade e mesmo padrão de desgaste, o que atenuaria a variável morfológica e, conseqüentemente, está mais próximos dos resultados clínicos.

Como uma das conseqüências da heterogeneidade do substrato é a ocorrência do alto coeficiente de variação (quando comparado a substratos como metais ou cerâmicas). Trabalho realizado por CARDOSO *et al.* (1998) mostrou que os ensaios de tração e cisalhamento apresentavam os maiores coeficientes de variação (57,81% e 52,48%,

respectivamente). Já o ensaio de microtração apresentou um coeficiente de variação de 33,67%, o que foi explicado pela pequena interface adesiva utilizada, a qual contém poucos defeitos quando comparada com interfaces maiores, como àquelas utilizadas nos ensaios de tração e cisalhamento. Assim, diferentes detalhes em um mesmo método podem proporcionar resultados totalmente discrepantes (PASHLEY et al., 1995).

Outro fator a ser considerado relacionado ao substrato dentinário é a forma geométrica das amostras antes da cimentação. Em nosso estudo, optamos por uma separação física da área delimitada para cimentação, pois alguns autores sugerem que o vedamento proporcionado pelas fitas adesivas não é eficiente, ocasionando valor de resistência de união à dentina artificialmente mais altos (ASMUSSEN et al. 1993). Em nosso experimento usamos torno mecânico no qual foi acoplada uma broca diamantada em uma peça de mão reta. Tal equipamento permitiu exata delimitação da área a ser cimentada sem os possíveis inconvenientes das fitas adesivas. Pois o contato físico das amostras ficou restrito à área a ser cimentada. Este procedimento também permitiu que o excesso de cimento presente, quando as duas amostras eram unidas, fosse eficientemente retirado proporcionando padronização do limite da área que ficou em contato com o cimento. Isso permite supor que, em relação à cimentação, os dados relacionados encontram-se muito próximos da realidade clínica.

Em relação ao ensaio de tração, podemos fazer algumas considerações sobre métodos de ensaio. WATANABE & NAKABAYASHI ³⁹, em 1994, descreveram alguns fatos sobre os métodos utilizados no Japão para se mensurar a união de compósitos sobre a dentina. Os mais utilizados são o ensaio de tração e o de cisalhamento, apesar de existir um terceiro ensaio chamado "push-out test". Segundo os autores, o ensaio de tração é o mais usado, apesar de ser mais difícil conseguir corpos-de-prova perpendiculares ao substrato em

estudo. Com isso, pode haver distorção nos valores devido ao movimento de deslocamento lateral das amostras. Em 1991, um grupo de pesquisadores trabalhando para *International Organization for Standardization* (ISO), criaram uma normatização denominada TR 11405, a qual tem por objetivo padronizar os ensaios de união à estrutura dental. Nesta especificação são encontradas diretrizes que vão desde a obtenção e armazenagem dos dentes, até os aparatos mecânicos que deveriam ser empregados para os ensaios de tração e cisalhamento.

Com base nos dados levantados, fica evidente que uma das maiores dificuldades desta forma de ensaio é fazer com que a força aplicada sobre o corpo-de-prova passe exatamente pelo longo eixo do mesmo. Desta forma, em tese, seriam anuladas as forças de torção e de cisalhamento presentes nos ensaios que são realizados com o auxílio de travessas metálicas ou de fios ortodônticos embutidos na resina. Em nosso ensaio, optamos por uma matriz bi-articulada composta por dois rolamentos de tração axial. Esta matriz permite que, durante o ensaio, forças complexas como torção e cisalhamento sejam eliminadas havendo apenas a força de tração. Isso é conseguido por um processo de auto-ajuste dos rolamentos de tração axial. A medida que a máquina de ensaios é acionada e que a força aplicada começa a agir sobre a matriz, os rolamentos colocados nos dois extremos da matriz fazem com que os corpos-de-prova sejam posicionados no centro geométrico da força aplicada, sem possibilidades de desvio ou difusão da força aplicada.

Outro fator fundamental já mencionado é o fato de a amostra ter sido delimitada em torno mecânico. Isso permite que a força de tração exercida sobre o corpo-de-prova passe exatamente pelo centro geométrico do mesmo, fato este que poderá resultar em valores numéricos substancialmente diferentes daqueles encontrados em ensaios onde a força de tração não passa pelo centro geométrico do corpo-de-prova.

Poder-se-ia argumentar que este fato não tem relevância clínica, pois que os esforços mastigatórios são complexos; porém há uma profunda relevância quanto ao comportamento mecânico intrínseco do cimento e do substrato, pois se analisarmos seu comportamento em separado teremos subsídios para prevermos possíveis falhas durante sua utilização “in vivo”.

Os resultados deste estudo mostraram que a forma geométrica, forma de delimitação da amostra, o agente de união, bem como a composição dos cimentos desempenha função importante na resistência de união à tração. Porém esta resistência apresenta um forte caráter tempo-dependente, apresentando uma proporcionalidade direta entre o tempo de cimentação e o aumento da resistência.

CONCLUSÃO

Tendo por base os resultados obtidos da análise estatística e discutidos nesta pesquisa podemos concluir que:

1. Os valores médios de resistência à tração, para os grupos I (*Rely X*) e II (*Enforce*), obtidos a partir de corpos-de-prova tracionados nos períodos de 30 minutos não diferiram estatisticamente ($p < 0,05$) dos tracionados em 24 horas, com exceção do grupo III (*Dual Cement*) que apresentou diferença estatística superior aos demais grupos.

2. Os valores médios de resistência à tração obtida individualmente para os grupos I (*Rely X*), grupo II (*Enforce*) e III (*Dual Cement*) apresentaram diferenças estatísticas significantes entre si ($P < 0,05$) sendo que o grupo III (*Dual Cement*) apresentou a maior diferença.

3. Comparando-se os tempos e os valores obtidos, verifica-se uma proporcionalidade direta entre o tempo e a resistência, o que indica um tempo maior para que o processo de polimerização ocorra de forma satisfatória.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS*

1. AL-SALEHI, S.K., BURKE, F.J.T. Methods used in dentin bonding tests: An analysis of 50 investigations on bond strength. *Quintessence int.*, Berlin, v.28, n. 11, p.717 - 723, 1997.
2. ASMUSSEN, E., ATTAL, J., DEGRANGE, M., Adherence of resin-based luting agents assessed by the energy of fracture. *Acta Odontol Scand* , Oslo, v. 51, p. 235 – 240, 1993.
3. BARKMEIER W.W., SHAFER S.E., GWINNETT A.J. Effects of 15 vs 60 seconds enamel acid conditioning on adhesion and morphology. *Oper Dent.*, Seattle, v. 11, p. 111 – 116, 1986.
4. BERTOLOTTI, R.L. Conditioning of the dentin substrate. *Oper Dent.*, Seattle, p 131 - 136, July, 1992. [Supplement, 5]
5. BROSH T. et al., Effect of combinations os surface treatments and bonding agents on the bond strength of repaired composites. *J. prosth. Dent.* , Saint Louis, v. 77, n. 2, p. 122 – 126, 1997.

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

6. BUONOCORE, M. G. Simple method of increasing the adhesion of acrylic filling materials to enamel surfaces. *J. dent. Res.*, Washington, v. 34, p. 849 – 853, 1955.
7. BURROW, M.F. et al. Early tensile bond strengths of several enamel and dentin bonding systems. *J. dent. Res.*, Washington, v.73, n.2, p.522 - 528, Feb. 1994.
8. CARDOSO, P.E.C., BRAGA, R.R, CARRILHO, M.R.O. Evaluation of micro-tensile, shear and tensile tests determining the bond strength of three adhesive systems. *Dent. Mater.*, Washington, v.14, p.394 - 398, Nov. 1998.
9. CHARLTON, D.G., BEATTY, M.W. The effect of dentin surface moisture on bond strength to dentin bonding agents. *Operative Dent.*, Seattle, v.19, n.4, p.154 - 158, Aug. 1994.
10. DELLA BONA A., VAN NOORT R., Shear vs. Tensile bond strength of resin composite bonded to ceramic. *J. dent. Res.*, Washington, v. 74, n. 9, p. 1591 - 1596, 1995.
11. EICK, J.D. et al. The dentinal surface: its influence on dentinal adhesion. Part II *Quintessence int.*, Berlin, v.23, n.1, p.43 - 51, Jan. 1992.

12. FUSAYAMA T., et al. Non-pressure adhesion of a new adhesive restorative resin.
J. dent. Res., Washington, v. 58, n. 4, p. 1364 – 1370 , 1979.
13. GOES, M.F., et al. Effect of drying methods on resin bond strength to dentin
J. dent. Res., Washington, v.76, p.65, Mar. 1997 [abstract 416].
14. GWINNETT A. J., MATSUI A., A study of enamel adhesives. *Archs. Oral Biol.* ,
New York, , v.12, p. 1615 – 1620, 1967.
15. KITASAKO, Y., et al., Shear and tensile bond testing for resin cement evaluation.
Dent Mater., Washington, v. 11, p. 298 – 304, 1995.
16. KONISHI, N., et al. Dentin shear strength: effect of distance from pulp. *J. dent.
Res.*, Washington, v.76, p.188, Mar. 1997 [abstract 1400].
17. MIYAZAKI M., et al., Influence of light irradiation of dentine primers on dentine –
resin bond. *J. dent. Res.*, Washington, v. 23, p. 371 - 374, 1995.
18. NAKABAYASHI, N. Adhesive bonding with 4-META. *Operative Dent.*, Seattle, v.5,
p. 125 – 130, 1992. [Suplement, 5].

19. ØILO, G., OLSSON, S. Tensile bond strength of dentin adhesives: a comparison of materials and methods. *Dent. Mater.*, Washington, v.6, n.2, p.138 - 144, Apr. 1990.
20. ØILO, G., AUSTRHEIM, E.K. In vitro quality testing of dentin adhesives. *Acta odont. scand.*, Oslo, v. 51, n.4, p. 263 - 269, Aug. 1993.
21. ØILO, G. Bond strength testing - what does it mean ? *Int. Dent. J.*, Guildford v.43, n.5, p. 492 - 498, Oct. 1993.
22. OLSSON, S., ØILO, G. The structure of dentin surfaces exposed for bond strength measurements. *Scand. J. Dent. Res.*, Copenhagen, v.101, n.3, p.180 - 184, Jun. 1993.
23. OSHIMA, H.M.S. Influência de sistema utilizados em ensaios mecânicos de tração sobre a resistência de união. Piracicaba, 2001 [Tese de doutorado – Faculdade de Odontologia de Piracicaba - UNICAMP].
24. PASHLEY, D.H. The effects of acid etching on the pulpodentin complex. *Operative Dent.*, Seattle, v.17, p.229 - 242, 1992.
25. PASHLEY, D.H., et al. Adhesion testing of dentin bonding agents: A review. *Dent Mater.*, Washington, v.11, n.2, p.117 - 125, Mar. 1995.

26. RETIEF, et al.. Tensile bond strengths of dentin bonding agents to dentin. **Dent Mater.**, Washington, v.2, p.72 - 77, 1986.
27. RUEGGERBERG, A. Substrate for adhesion testing to tooth structure - Review of the literature. **Dent. Mater.**, Washington, v.7, n.1, p.2 - 10, Jan. 1991.
28. SÖDERHOLM K. M., REETZ E. A., Factors affecting reliability of a resin-based cement joint. **Gen. Dentistry**, Chicago, v. 44, n. 4, p. 296 – 302, 1996
29. SUDSANGIAM, S., VAN NOORT, R. Do dentin bond strength tests serve a useful purpose? **J. Adhesive Dent.**, v.1, n.1, p.57 - 67, Jan. 1999.
30. TAKEMORI, T. et al. Factors affecting tensile bond strength of composite to dentin. **Dent. Mater.**, Washington, v.8, n.3, p.136 - 138, Mar. 1993.
31. VAN NOORT, et al. The effect of local interfacial geometry on the measurement of the tensile bond strength to dentin. **J. dent. Res.**, Washington v.70, n.5, p.889 - 893, May. 1991.
32. WATANABE, I., NAKABAYASHI, N. Measurement methods for adhesion to dentine: the current status in Japan. **J. Dent.**, Oxford, v.22, n.2, p.67 - 72, Apr. 1994.

33. VISURI, S.R. et al. Shear strength of composite bonded to Er:YAG laser-prepared dentin. *J. dent. Res.*, Washington, v.75, n.1, p.599 - 605, Jan. 1996.

APÊNDICE

TABELA VII: Leitura dos valores de resistência para o cimento *Rely X* em 30 minutos.

Amostras	KgF	Diâmetro em mm	Diâmetro em cm	Raio em cm	Área	Kg F / cm ²	MPa
1	4,02	4,5	0,45	0,225	0,16	25,28	2,48
2	3,35	4,5	0,45	0,225	0,16	21,06	2,07
3	3,55	4,5	0,45	0,225	0,16	22,32	2,19
4	4,56	4,5	0,45	0,225	0,16	28,67	2,81
5	3,91	4,5	0,45	0,225	0,16	24,58	2,41
6	5,23	4,5	0,45	0,225	0,16	32,88	3,22
7	5,02	4,5	0,45	0,225	0,16	31,56	3,10
8	4,73	4,5	0,45	0,225	0,16	29,74	2,92
9	4,12	4,5	0,45	0,225	0,16	25,90	2,54
10	2,62	4,5	0,45	0,225	0,16	16,47	1,62
						Média	2,53

TABELA VIII: Leitura dos valores de resistência para o cimento *Rely X* em 24 horas.

	KgF	Diâmetro em mm	Diâmetro em cm	Raio em cm	Área	Kg F / cm ²	MPa
1	3,16	4,5	0,45	0,225	0,16	19,87	1,95
2	3,55	4,5	0,45	0,225	0,16	22,32	2,19
3	6,83	4,5	0,45	0,225	0,16	42,94	4,21
4	4,12	4,5	0,45	0,225	0,16	25,90	2,54
5	6,71	4,5	0,45	0,225	0,16	42,19	4,14
6	2,69	4,5	0,45	0,225	0,16	16,91	1,66
7	6,85	4,5	0,45	0,225	0,16	43,07	4,22
8	3,58	4,5	0,45	0,225	0,16	22,51	2,21
9	2,89	4,5	0,45	0,225	0,16	18,17	1,78
10	6,77	4,5	0,45	0,225	0,16	42,57	4,17
						Média	2,91

TABELA IX: Leitura dos valores de resistência para o cimento *Enforce* em 30 minutos.

	KgF	Diâmetro em mm	Diâmetro em cm	Raio em cm	Área	Kg F / cm²	MPa
1	1,90	4,5	0,45	0,225	0,16	11,95	1,17
2	2,56	4,5	0,45	0,225	0,16	16,10	1,58
3	4,40	4,5	0,45	0,225	0,16	27,67	2,71
4	2,21	4,5	0,45	0,225	0,16	13,90	1,36
5	2,12	4,5	0,45	0,225	0,16	13,33	1,31
6	2,63	4,5	0,45	0,225	0,16	16,54	1,62
7	3,36	4,5	0,45	0,225	0,16	21,13	2,07
8	2,67	4,5	0,45	0,225	0,16	16,79	1,65
9	2,04	4,5	0,45	0,225	0,16	12,83	1,26
10	3,02	4,5	0,45	0,225	0,16	18,99	1,86
						Média	1,66

TABELA X: Leitura dos valores de resistência para o cimento *Enforce* em 24 horas.

	KgF	Diâmetro em mm	Diâmetro em cm	Raio em cm	Área	Kg F / cm²	MPa
1	3,03	4,5	0,45	0,225	0,16	19,05	1,87
2	2,43	4,5	0,45	0,225	0,16	15,28	1,50
3	2,37	4,5	0,45	0,225	0,16	14,90	1,46
4	3,67	4,5	0,45	0,225	0,16	23,08	2,26
5	2,69	4,5	0,45	0,225	0,16	16,91	1,66
6	3,58	4,5	0,45	0,225	0,16	22,51	2,21
7	3,02	4,5	0,45	0,225	0,16	18,99	1,86
8	3,78	4,5	0,45	0,225	0,16	23,77	2,33
9	3,96	4,5	0,45	0,225	0,16	24,90	2,44
10	3,08	4,5	0,45	0,225	0,16	19,37	1,90
						Média	1,95

TABELA XI: Leitura dos valores de resistência para o cimento *Dual cement* em 30 minutos.

	KgF	Diâmetro em mm	Diâmetro em cm	Raio em cm	Área	Kg F / cm²	MPa
1	5,40	4,5	0,45	0,225	0,16	33,95	3,33
2	6,81	4,5	0,45	0,225	0,16	42,82	4,20
3	4,67	4,5	0,45	0,225	0,16	29,36	2,88
4	4,86	4,5	0,45	0,225	0,16	30,56	3,00
5	4,61	4,5	0,45	0,225	0,16	28,99	2,84
6	8,77	4,5	0,45	0,225	0,16	55,14	5,41
7	6,40	4,5	0,45	0,225	0,16	40,24	3,95
8	7,75	4,5	0,45	0,225	0,16	48,73	4,78
9	9,87	4,5	0,45	0,225	0,16	62,06	6,09
10	9,66	4,5	0,45	0,225	0,16	60,74	5,96
						Média	4,24

TABELA XII: Leitura dos valores de resistência para o cimento *Dual cement* em 24 horas.

	KgF	Diâmetro em mm	Diâmetro em cm	Raio em cm	Área	Kg F / cm²	MPa
1	12,52	4,5	0,45	0,225	0,16	78,72	7,72
2	8,52	4,5	0,45	0,225	0,16	53,57	5,25
3	16,23	4,5	0,45	0,225	0,16	102,05	10,01
4	10,12	4,5	0,45	0,225	0,16	63,63	6,24
5	10,62	4,5	0,45	0,225	0,16	66,77	6,55
6	5,15	4,5	0,45	0,225	0,16	32,38	3,18
7	9,92	4,5	0,45	0,225	0,16	62,37	6,12
8	8,45	4,5	0,45	0,225	0,16	53,13	5,21
9	8,14	4,5	0,45	0,225	0,16	51,18	5,02
10	9,91	4,5	0,45	0,225	0,16	62,31	6,11
						Média	6,14

SANEST – SISTEMA DE ANÁLISE ESTATÍSTICA
 Autores: Elio Paulo Zonta – Amauri Almeida Machado
 Instituto Agronômico de Campinas - I A C
 ANÁLISE DA VARIÁVEL ENSAIO – ARQUIVO:

CÓDIGO DO PROJETO: TESE

RESPONSÁVEL: CHAVES

DELINEAMENTO EXPERIMENTAL: TESE DOUTORADO

OBSERVAÇÕES NÃO TRANSFORMADAS

NOME DOS FATORES	
FATOR	NOME
A	MATERIAL
B	TEMPO

QUADRO DA ANÁLISE DE VARIÂNCIA

CAUSAS DA VARIACÃO	G.L.	S.Q.	Q.M.	VALOR F	PROB. > F
MATERIAL	2	122.8638995	61.4319498	55.0435	0.00001
TEMPO	1	10.9056311	10.9056311	9.7715	0.00318
MAT * TEM	2	8.1961129	4.0980564	3.6719	0.03106
RESIDUO	54	60.2673316	1.1160617		
TOTAL	59	202.2329751			

MÉDIA GERAL = 3.239333

COEFICIENTE DE VARIACÃO = 32.613 %

ENSAIO DE TUKEY PARA MÉDIAS DE MATERIAL

	NUM. TRAT.	NOME	NUM. REPET.	MÉDIAS	MÉDIAS ORIGINAIS	5%	1%
NUM.ORDEM							
1	3	<i>DUAL CEM</i>	20	5.192500	5.192500	a	A
2	1	<i>RELY X</i>	20	2.721500	2.721500	b	B
3	2	<i>ENFORCE</i>	20	1.804000	1.804000	c	C

MÉDIAS SEGUIDAS POR LETRAS DISTINTAS DIFEREM ENTRE SÍ AO NÍVEL DE SIGNIFICÂNCIA INDICADO

D. M. S. 5% = 0.80601

- D.M.S. 1% = 1.01743

ENSAIO DE TUKEY PARA MÉDIAS DE MATERIAL
DENTRO DE 30 MINUTOS DO FATOR TEMPO

NUM.ORDEM	NUM. TRAT.	NOME	NUM. REPET.	MÉDIAS	MÉDIAS ORIGINAIS	5%	1%
1	3	<i>DUAL CEM</i>	10	4.244000	4.244000	a	A
2	1	<i>RELY X</i>	10	2.536000	2.536000	b	B
3	2	<i>ENFORCE</i>	10	1.659000	1.659000	c	C

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

NUM.ORDEM	NUM. TRAT.	NOME	NUM. REPET.	MÉDIAS	MÉDIAS ORIGINAIS	5%	1%
1	3	<i>DUAL CEM</i>	10	6.141000	6.141000	a	A
2	1	<i>RELY X</i>	10	2.907000	2.907000	b	B
3	2	<i>ENFORCE</i>	10	1.949000	1.949000	c	B

MÉDIAS SEGUIDAS POR LETRAS DISTINTAS DIFEREM ENTRE SÍ AO NÍVEL DE SIGNIFICÂNCIA INDICADO

D. M. S. 5% = 1.13986

- D.M.S. 1% = 1.43886

ENSAIO DE TUKEY PARA MÉDIAS DE TEMPO

NUM.ORDEM	NUM. TRAT.	NOME	NUM. REPET.	MÉDIAS	MÉDIAS ORIGINAIS	5%	1%
1	2	24 HORAS	30	3.665667	3.665667	a	A
2	1	30 MIN.	30	2.813000	2.813000	b	B

MÉDIAS SEGUIDAS POR LETRAS DISTINTAS DIFEREM ENTRE SÍ AO NÍVEL DE SIGNIFICÂNCIA INDICADO

D. M. S. 5% = 0.54758

- D.M.S. 1% = 0.72869

ENSAIO DE TUKEY PARA MÉDIAS DE TEMPO DENTRO DE *RELY X* E DO FATOR MATERIAL

NUM.ORDEM	NUM. TRAT.	NOME	NUM. REPET.	MÉDIAS	MÉDIAS ORIGINAIS	5%	1%
1	2	24 HORAS	10	2.907000	2.907000	a	A
2	1	30 MIN.	10	2.536000	2.536000	a	A

ENSAIO DE TUKEY PARA MÉDIAS DE TEMPO DENTRO DE *ENFORCE* E DO FATOR MATERIAL

NUM.ORDEM	NUM. TRAT.	NOME	NUM. REPET.	MÉDIAS	MÉDIAS ORIGINAIS	5%	1%
1	2	24 HORAS	10	1.949000	1.949000	a	A
2	1	30 MIN.	10	1.659000	1.659000	a	A

ENSAIO DE TUKEY PARA MÉDIAS DE TEMPO DENTRO DE *DUAL CEM* E DO FATOR MATERIAL

NUM.ORDEM	NUM. TRAT.	NOME	NUM. REPET.	MÉDIAS	MÉDIAS ORIGINAIS	5%	1%
1	2	24 HORAS	10	6.141000	6.141000	a	A
2	1	30 MIN.	10	4.244000	4.244000	b	B

MÉDIAS SEGUIDAS POR LETRAS DISTINTAS DIFEREM ENTRE SÍ AO NÍVEL DE SIGNIFICÂNCIA INDICADO

D. M. S. 5% = 0.94844

- D.M.S. 1% = 1.26214

SANEST – SISTEMA DE ANÁLISE ESTATÍSTICA
Autores: Elio Paulo Zonta – Amauri Almeida Machado
Instituto Agronômico de Campinas - I A C
ANÁLISE DA VARIÁVEL ENSAIO – ARQUIVO:

CÓDIGO DO PROJETO: TESE

RESPONSÁVEL: CHAVES

DELINEAMENTO EXPERIMENTAL: TESE DE DOUTIRADO

OBSERVAÇÕES NÃO TRANSFORMADAS

ANÁLISE FIXANDO O NÍVEL *RELY X* DO FATOR MATERIAL E NÍVEL 30 MIN. DO FATOR TEMPO

ESTATÍSTICAS	ENSAIO
NUM. OBS.	10
VALOR MIN.	1.620000
VALOR MAX.	3.220000
AMPLITUDE	1.600000
TOTAL	25.360001
MÉDIA	2.536000
VARIÂNCIA	0.244827
D. PADRÃO	0.494800
D. P. MÉDIA	0.156469
COEF. VAR. %	19.511026
COEF. ASSIM.	-0.325583
COEF. CURT.	2.292864
MEDIANA	2.510000
QUATRIL INF.	2.190000
QUATRIL SUP.	2.920000
IC 5% L.S.	2.889621
IC 5% L.I.	2.182379
IC 1% L.S.	3.044526
IC 1% L.I.	2.027474

SANEST – SISTEMA DE ANÁLISE ESTATÍSTICA
Autores: Elio Paulo Zonta – Amauri Almeida Machado
Instituto Agronômico de Campinas - I A C
ANÁLISE DA VARIÁVEL ENSAIO – ARQUIVO:

CÓDIGO DO PROJETO: TESE

RESPONSÁVEL: CHAVES

DELINEAMENTO EXPERIMENTAL: TESE DE DOUTORADO

OBSERVAÇÕES NÃO TRANSFORMADAS

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

ESTATÍSTICAS	ENSAIO
NUM. OBS.	10
VALOR MIN.	1.660000
VALOR MAX.	4.220000
AMPLITUDE	2.560000
TOTAL	29.070000
MÉDIA	2.907000
VARIÂNCIA	1.268090
D. PADRÃO	1.126095
D. P. MÉDIA	0.356102
COEF. VAR. %	38.737354
COEF. ASSIM.	0.275696
COEF. CURT.	1.235984
MEDIANA	2.375000
QUATRIL INF.	1.950000
QUATRIL SUP.	4.170000
IC 5% L.S.	3.711792
IC 5% L.I.	2.102209
IC 1% L.S.	4.064333
IC 1% L.I.	1.749667

SANEST – SISTEMA DE ANÁLISE ESTATÍSTICA
Autores: Elio Paulo Zonta – Amauri Almeida Machado
Instituto Agronômico de Campinas - I A C
ANÁLISE DA VARIÁVEL ENSAIO – ARQUIVO:

CÓDIGO DO PROJETO: TESE

RESPONSÁVEL: CHAVES

DELINEAMENTO EXPERIMENTAL: TESE DOUTORADO

OBSERVAÇÕES NÃO TRANSFORMADAS

ANÁLISE FIXANDO O NÍVEL *ENFORCE* DO FATOR MATERIAL E NÍVEL 30 MIN. DO FATOR TEMPO

ESTATÍSTICAS	ENSAIO
NUM. OBS.	10
VALOR MIN.	1.170000
VALOR MAX.	2.710000
AMPLITUDE	1.540000
TOTAL	16.590000
MÉDIA	1.659000
VARIÂNCIA	0.214588
D. PADRÃO	0.463236
D. P. MÉDIA	0.146488
COEF. VAR. %	27.922613
COEF. ASSIM.	1.164369
COEF. CURT.	3.634710
MEDIANA	1.600000
QUATRIL INF.	1.310000
QUATRIL SUP.	1.860000
IC 5% L.S.	1.990063
IC 5% L.I.	1.327937
IC 1% L.S.	2.135087
IC 1% L.I.	1.182914

SANEST – SISTEMA DE ANÁLISE ESTATÍSTICA
Autores: Elio Paulo Zonta – Amauri Almeida Machado
Instituto Agronômico de Campinas - I A C
ANÁLISE DA VARIÁVEL ENSAIO – ARQUIVO:

CÓDIGO DO PROJETO: TESE

RESPONSÁVEL: CHAVES

DELINEAMENTO EXPERIMENTAL: TESE DOUTORADO

OBSERVAÇÕES NÃO TRANSFORMADAS

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

ESTATÍSTICAS	ENSAIO
NUM. OBS.	10
VALOR MIN.	1.460000
VALOR MAX.	2.440000
AMPLITUDE	0.980000
TOTAL	19.490000
MÉDIA	1.949000
VARIÂNCIA	0.121321
D. PADRÃO	0.348312
D. P. MÉDIA	0.110146
COEF. VAR. %	17.871307
COEF. ASSIM.	-0.031500
COEF. CURT.	1.661536
MEDIANA	1.885000
QUATRIL INF.	1.660000
QUATRIL SUP.	2.260000
IC 5% L.S.	2.197930
IC 5% L.I.	1.700070
IC 1% L.S.	2.306974
IC 1% L.I.	1.591026

SANEST – SISTEMA DE ANÁLISE ESTATÍSTICA
Autores: Elio Paulo Zonta – Amauri Almeida Machado
Instituto Agronômico de Campinas - I A C
ANÁLISE DA VARIÁVEL ENSAIO – ARQUIVO:

CÓDIGO DO PROJETO: TESE

RESPONSÁVEL: CHAVES

DELINEAMENTO EXPERIMENTAL: TESE DOUTORADO

OBSERVAÇÕES NÃO TRANSFORMADAS

ANÁLISE FIXANDO O NÍVEL *DUAL CEM* DO FATOR MATERIAL E NÍVEL 30 MIN. DO FATOR TEMPO

ESTATÍSTICAS	ENSAIO
NUM. OBS.	10
VALOR MIN.	2.840000
VALOR MAX.	6.090000
AMPLITUDE	3.250000
TOTAL	42.439999
MÉDIA	4.244000
VARIÂNCIA	1.589137
D. PADRÃO	1.260610
D. P. MÉDIA	0.398640
COEF. VAR. %	29.703342
COEF. ASSIM.	0.290032
COEF. CURT.	1.596734
MEDIANA	4.075000
QUATRIL INF.	3.000000
QUATRIL SUP.	5.410000
IC 5% L.S.	5.144926
IC 5% L.I.	3.343074
IC 1% L.S.	5.539579
IC 1% L.I.	2.948421

SANEST – SISTEMA DE ANÁLISE ESTATÍSTICA
 Autores: Elio Paulo Zonta – Amauri Almeida Machado
 Instituto Agronômico de Campinas - I A C
ANÁLISE DA VARIÁVEL ENSAIO – ARQUIVO:

CÓDIGO DO PROJETO: TESE

RESPONSÁVEL: CHAVES

DELINEAMENTO EXPERIMENTAL: TESE DOUTORADO

OBSERVAÇÕES NÃO TRANSFORMADAS

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

ESTATÍSTICAS	ENSAIO
NUM. OBS.	10
VALOR MIN.	3.180000
VALOR MAX.	10.010000
AMPLITUDE	6.830000
TOTAL	61.410000
MÉDIA	6.141000
VARIÂNCIA	3.258410
D. PADRÃO	1.805107
D. P. MÉDIA	0.570825
COEF. VAR. %	29.394344
COEF. ASSIM.	0.657877
COEF. CURT.	3.606416
MEDIANA	6.115000
QUATRIL INF.	5.210000
QUATRIL SUP.	6.550000
IC 5% L.S.	7.437064
IC 5% L.I.	4.850936
IC 1% L.S.	7.996181
IC 1% L.I.	4.285819