

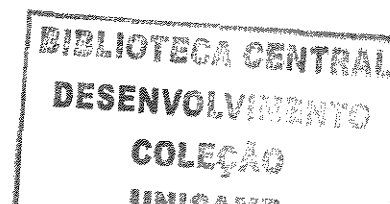
Caio Raphael Martins Soeiro



**RESISTÊNCIA À UNIÃO E PADRÃO DE
CONDICIONAMENTO EM ESMALTE DE
SISTEMAS ADESIVOS
AUTOCNDICIONANTES APLICADOS DE
FORMA PASSIVA OU ATIVA.**

Dissertação apresentada à Faculdade de Odontologia de Piracicaba, da Universidade Estadual de Campinas, para obtenção do Título de Mestre em Clínica Odontológica, área de concentração Dentística.

- Piracicaba -
2004 ✓



Caio Raphael Martins Soeiro



**RESISTÊNCIA À UNIÃO E PADRÃO DE
CONDICIONAMENTO EM ESMALTE DE
SISTEMAS ADESIVOS
AUTOCONDICIONANTES APLICADOS DE
FORMA PASSIVA OU ATIVA.**

Dissertação apresentada à Faculdade de Odontologia de Piracicaba, da Universidade Estadual de Campinas, para obtenção do Título de Mestre em Clínica Odontológica, área de concentração Dentística.

Orientador: Prof. Dr. Luiz André Freire Pimenta
Co-orientador: Prof. Dr. Roger William F. Moreira

Banca Examinadora:
Prof. Dr. Paulo Eduardo Capel Cardoso
Profa. Dra. Regina Puppin Rontanni
Prof. Dr. Lourenço Corrêa Sobrinho (Suplente)

- Piracicaba -
2004 ✓

Este exemplar foi devidamente corrigido de acordo com a resolução CCPG 036/CPG, 02/08/05 ✓

Assinatura do Orientador

IDADE	BC
CHAMADA	UNICAMP
SO21r	
EX	
IMBO BC/	65504
LOC.	16-86-05
C	☐
D	☒
REÇO	1.00
DATA	1º-13/05
CPD	

Bit. ID 363685

**FICHA CATALOGRÁFICA ELABORADA PELA
BIBLIOTECA DA FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE PIRACICABA**
Bibliotecário: Marilene Girello – CRB-8ª. / 6159

So21r	Soeiro, Caio Raphael Martins. Resistência à união e padrão de condicionamento em esmalte de sistemas adesivos autocondicionantes aplicados de forma passiva ou ativa. / Caio Raphael Martins Soeiro. -- Piracicaba, SP : [s.n.], 2005. Orientador: Luiz Andre Freire Pimenta. Dissertação (Mestrado) – Universidade Estadual de Campinas, Faculdade de Odontologia de Piracicaba. 1. Esmalte dentário. I. Pimenta, Luiz Andre Freire. II. Universidade Estadual de Campinas. Faculdade de Odontologia de Piracicaba. III. Título. (mg/fop)
-------	---

Título em inglês: Microtensile bond strength evaluation of self-etching adhesive systems on enamel

Palavras-chave em inglês (*Keywords*): Dental enamel

Área de concentração: Dentística

Titulação: Mestre em Clínica Odontológica

Banca examinadora: Paulo Eduardo Capel Cardoso; Regina Puppim Rontanni; Luiz Andre Freire Pimenta ✓

Data da defesa: 22/02/2005 ✓



UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS
FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE PIRACICABA



A Comissão Julgadora dos trabalhos de Defesa de Dissertação de MESTRADO, em sessão pública realizada em 22 de Fevereiro de 2005, considerou o candidato CAIO RAPHAEL MARTINS SOEIRO aprovado. ✓

PROF. DR. ROGER WILLIAM FERNANDES MOREIRA

PROF. DR. PAULO EDUARDO CAPEL CARDOSO

PROF.ª DRA. REGINA MARIA PUPPIN RONTANI

200515006

AGRADECIMENTOS

À Faculdade de Odontologia de Piracicaba da Universidade Estadual de Campinas em nome do seu diretor Prof. Dr. Thales Rocha de Matos Filho.

Ao Prof. Dr. Luiz André Freire Pimenta pela oportunidade de estar envolvido com a pesquisa e o ensino. A minha gratidão pela orientação durante este curso de mestrado.

Ao Prof. Dr. Pedro Luiz Rosalen pela coordenação dos cursos de pós-graduação.

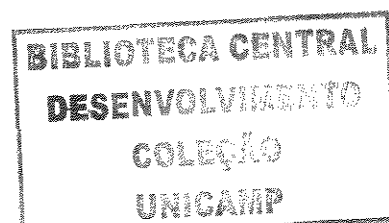
Ao Prof. Dr. Roger William Fernandes Moreira pela coordenação do programa de pós-graduação em Clínica Odontológica.

Aos professores da Área de Dentística, pela dedicação em transmitir os conhecimentos necessários à nossa formação enquanto mestres, em especial ao Prof. Dr. Luis Roberto Marcondes Martins, que sempre esteve ao meu lado com seus ensinamentos e conselhos.

À Prof. Dra. Gláucia Maria Bovi Ambrosano, que além da oportunidade do estágio a mim oferecido na Área de Bioestatística do Departamento de Odontologia Social da FOP, o qual foi extremamente proveitoso, válido e enriquecedor, esteve sempre ao meu lado como uma grande amiga.

Aos professores que prontamente aceitaram em participar da banca examinadora do meu exame de qualificação, Prof. Dr. Luis Alexandre Maffei Sartinni Paulillo, Prof. Dr. Mário Alexandre Coelho Shinorette e Prof. Dr. José Augusto Rodrigues, obrigado pela dedicação em ler nosso estudo e trazer informações e sugestões de grande valia ao enriquecimento deste trabalho.

Aos colegas de mestrado, em especial à grande amiga Cristina, um abraço muito especial por termos divididos juntos as alegrias e dificuldades durante esses dois longos anos.



Um agradecimento especial se faz necessário a duas personalidades que sempre me serviram de referência enquanto pesquisadoras e seres humanos. Muito obrigado a Vanessa Gallego Arias e Ana Karina Barbieri Bedran de Castro.

Aos funcionários da Área, Sr. Pedro e Fernandinha, dedico a gratidão pela ajuda durante esse período.

Aos grandes e verdadeiros amigos que estão sempre comigo compartilhando as vitórias e as derrotas, Juliana Cama, Giovana Tófoli, Simon, Érica, Cão, Pinga, Ju PA, Carlão, Aline, Pikachu, Arita ... obrigado.

Ao grande exemplo de amizade e carinho, muito obrigado a você Ló, por todo o apoio.

Indubitavelmente o grande agradecimento e minha eterna gratidão são dedicados aos meus pais, Nerimar e Antonio Carlos, à minha irmã Thais, a meus avós Carmem e Albertino (*in memoriam*). A estes, todo o carinho e amor que eu possa retribuir será pouco por tudo o que fazem por mim. Nada disso teria valor sem vocês. Muito obrigado.

Grato pela participação efetiva e valiosa dos professores componentes da banca examinadora do exame de defesa de tese de mestrado, Prof. Dr. Paulo Capel, Profa. Dra. Regina Puppin e Prof. Dr. Roger William, em substituição ao Prof. Dr. Luiz André.

Graças a Deus sempre, por nunca me abandonar nos momentos difíceis e estar sempre trazendo luz meus caminhos.

Friso por fim a menção ao órgão de fomento CAPES, pela cessão de bolsa de mestrado no período de 2004.

Agradeço ainda a todos que direta ou indiretamente contribuíram para o desenvolvimento deste trabalho.

"Não é digno de saborear o mel, aquele que se afasta da colméia com medo da picada das abelhas".

William Shakespeare

SUMÁRIO

RESUMO	01
ABSTRACT	02
1. INTRODUÇÃO	03
2. REVISÃO DE LITERATURA	08
3. PROPOSIÇÃO	23
4. MATERIAL E MÉTODOS	24
4.1 Teste de Microtração	24
4.2 Microscopia Eletrônica de Varredura	32
5. RESULTADOS	34
5.1 Teste de Microtração	34
5.2 Padrão de Fratura	35
5.3 Padrão de Condicionamento	36
6. DISCUSSÃO	39
7. CONCLUSÃO	46
REFERÊNCIAS	47
ANEXOS	52

RESUMO

Os objetivos deste estudo "*in vitro*" foram avaliar a resistência de união ao esmalte e o padrão de condicionamento obtido por sistemas adesivos autocondicionantes quando aplicados de forma passiva e ativa. Foram utilizados 100 dentes bovinos, em que o esmalte vestibular foi regularizado através de desgaste superficial. Os corpos-de-prova foram divididos aleatoriamente em 10 grupos (n=10). Foram utilizados um adesivo convencional (Single Bond/3MESPE - SB) e 4 adesivos autocondicionantes (Tyrian SPE/BISCO - TY; Clearfil SE Bond/Kuraray - CL; One Up Bond F/Tokuyama - OU e Prompt-LPop/3MESPE - PL). Para cada sistema adesivo existiram dois grupos experimentais. Um no qual o adesivo foi aplicado de forma passiva (P) (Durante o tempo de espera prévio a polimerização, o adesivo foi mantido em repouso). E outro em que o adesivo foi aplicado de forma ativa (A) (Durante o tempo de espera, o adesivo esteve sendo re-aplicado até que o tempo de espera cessasse). Para o grupo controle, os dentes foram condicionados com ácido fosfórico 35%/3M/ESPE durante 30 segundos, lavados com spray de água por 15 segundos e secos com papel absorvente. O adesivo Single Bond foi aplicado segundo as recomendações do fabricante para o grupo experimental 1 (Controle passivo). O mesmo procedimento foi realizado para o grupo 2 (Controle ativo), exceto a forma de aplicação. Para os demais grupos, os dentes receberam a aplicação de cada adesivo nas recomendações de cada fabricante, de maneira passiva e ativa. Os corpos-de-prova foram restaurados com resina Filtek Z-250/3MESPE, através da confecção de um "bloco" de resina. Através de cortes em máquina de cortes seriados, foram obtidos espécimes em forma de "palito" com uma área de secção transversal de aproximadamente 1,0mm² que foram individualmente fixados ao dispositivo para ensaio de microtração (MT-JIG) de modo a posicionar a área de união perpendicularmente ao longo eixo da força de tração, feita em máquina de ensaio universal/EMIC DL500. Os valores de resistência à união foram submetidos à análise de variância (fatorial) e Teste de Tukey. Os resultados, em MPa/desvio padrão para cada grupo foram: SB/P - 10,86 (3,50)Ba; SB/A - 13,39 (1,24)Aa; TY/P - 9,17 (3,19)Aab; TY/A - 8,21 (3,88)Abc; CL/P - 8,58 (2,46)Aab; CL/A - 10,23 (3,58)Aabc; OU/P - 6,24 (1,61)Bb; OU/A - 11,90 (2,12)Aab; PL/P - 7,97 (0,91)Aab; PL/A - 7,22 (2,05)Ac. Para análise do padrão de condicionamento, foram utilizados 45 dentes bovinos (n=5). Para os grupos 1 e 2 (Controles), 5 dentes foram condicionados com ácido fosfórico 35% por 30 segundos, lavado com spray de água por 15 segundos e secos com jatos de ar. Os sistemas adesivos autocondicionantes foram aplicados de forma passiva e ativa. Cada espécime foi lavado com água por 15 segundos, com acetona por 10 segundos e seco com jatos de ar, sendo então levadas ao microscópio eletrônico de varredura JEOL 5600 LV. As imagens sugeriram relação entre o padrão de condicionamento e os valores de resistência à união obtidos, os quais mostraram diferenças estatísticas para alguns dos adesivos avaliados.

ABSTRACT

The aim of this study were evaluate the bond strength and conditioning pattern obtained from different self-etching adhesive systems applied on enamel by active and passive forms. 100 bovine incisors were sectioned in 6x6mm fragments from the buccal enamel surface. The specimens were divided into 10 groups (n=10). It was used one single bottle adhesive system (Single Bond/3MESPE - SB) as Control and four self-etching adhesive systems (Tyrian SPE/BISCO - TY; Clearfil SE Bond/Kuraray - CL; One Up Bond F/Tokuyama - OU and Prompt-LPop/3MESPE - PL). For each adhesive system, there were two experimental groups. The adhesive was applied by passive form (P) (during the waiting time previous the polymerization, the adhesive was left intact over the enamel surface) or the adhesive was applied by active form (A) (the adhesive was re-applied during the waiting time previous the polymerization). For the Control group, the tooth were conditioned with 35% phosphoric acid/3MESPE for 30 seconds, washed with water spray for 15 seconds and blot dried with absorbent paper. Single Bond was applied following the manufacture's instructions (passive control group)(Group 1). The same procedure was made for active control group (Group 2), except during the waiting time previous the polymerization, the adhesive was continuously reapplied on the enamel surface. The self-etching adhesives were applied following the manufacturer's instructions, receiving both applications forms (passive and active). The specimens were restored with Filtek Z-250/3MESPE. Using a saw machine, were obtained specimens in a stick (beam) shape with 1,0mm² transversal sectional area. Those sticks were individually fixed in a microtensile jig, attached in an universal testing machine. The bond strength values were analyzed by Two-way ANOVA and Tukey's test. The means, and standard deviations, expressed in MPa, were: SB/P - 10,86 (3,50)Ba; SB/A - 13,39 (1,24)Aa; TY/P - 9,17 (3,19)Aab; TY/A - 8,21 (3,88)Abc; CL/P - 8,58 (2,46)Aab; CL/A - 10,23 (3,58)Aabc; OU/P - 6,24 (1,61)Bb; OU/A - 11,90 (2,12)Aab; PL/P - 7,97 (0,91)Aab; PL/A - 7,22 (2,05)Ac. For conditioning pattern analysis, 45 bovine incisors (n=5) were used. For groups 1 and 2, the teeth were conditioned with 35% phosphoric acid for 30 seconds, washed with water spray for 15 seconds and air dried. The self-etching adhesives were applied by passive and active forms. After that, those specimens were washed with water spray for 15 seconds, washed with acetone for 10 seconds and air dried. The specimens were prepared for SEM and observed in a JEOL 5600 LV. The images suggested that the conditioning pattern is related to bond strength values, that presented statistical differences for some adhesives studied.

1) INTRODUÇÃO:

A busca pela estética é o objetivo da grande maioria das pessoas, onde o ideal de um corpo “perfeito” é sinônimo de saúde e bem estar social. Desta forma, é inevitável o enquadramento do sorriso nesse contexto.

Frente a este parâmetro, as resinas compostas se apresentam como um dos principais materiais de eleição no tratamento restaurador, não exclusivamente devido ao seu caráter estético, mas também a sua praticidade de uso e a sua capacidade de união à estrutura dental quando associada a sistemas adesivos, limitando, desta forma, desgastes de estrutura hígida apenas visando retenção do material (XU, 1999). Tal capacidade de aderir ao dente e de produzir selamento marginal são alcançados adotando-se técnicas adesivas que utilizam monômeros hidrófilos e hidrófobos, conhecidos como sistemas adesivos. Uma adesão adequada à estrutura dental poderá reduzir a microinfiltração, a penetração bacteriana, evitando, conseqüentemente, o desenvolvimento de cáries recorrentes e proporcionando menor sensibilidade pós-operatória, reduzindo as possibilidades de inflamações pulpares (BRÄNNSTRÖM & NYBÖRG, 1973; NAKABAYASHI, KOJIMA & MASUHARA, 1982; SHIMADA *et al.* 2002). Para ser efetivo, portanto, um agente adesivo precisa alcançar uma forte e imediata adesão com a estrutura dental e o material restaurador. Com o uso de compósitos, tais adesivos precisam ainda resistir aos efeitos gerados pelas forças de contração de polimerização do material, objetivando, com isso, minimizar a formação de fendas microscópicas na interface adesiva (SHIMADA *et al.* 2002). Os sistemas adesivos devem ser fáceis de usar, não devem ser sensíveis à técnica e apresentar boa performance em dentina e esmalte (CARDOSO, BRAGA & CARRILHO, 1998; TOLEDANO *et al.* 2001).

Para que uma boa adesão ao esmalte seja alcançada, se faz necessário à criação de microporosidades em sua estrutura de forma adequada (GLASSPOOLE, ERICKSON & DAVIDSON, 2001). A infiltração da resina fluida na zona porosa do esmalte condicionado resulta na formação de *tags* resinosos, o que proporciona a retenção micromecânica da resina ao esmalte (HAYAKAWA, KIKUTAKE & NEMOTO, 1998;

KANEMURA, SANO & TAGAMI, 1999; NAKABAYASHI, KOJIMA & MASUHARA, 1982; SHIMADA *et al.* 2002; SHINCHI, SOMA & NAKABAYASHI, 2000).

O uso do condicionamento ácido da estrutura dental é aceito como um pré-tratamento dos procedimentos adesivos para que se obtenha uma união mais confiável (BUONOCORE, 1955; BUONOCORE, WILEMAN & BRUDEVOLD, 1956). Altos valores de resistência de união ao esmalte podem ser obtidos através do prévio condicionamento com ácidos, o que gera maior área de superfície e uma diminuição da tensão superficial dessa estrutura, favorecendo o molhamento da mesma, permitindo assim que o sistema adesivo alcance retenção de forma adequada (GLASSPOOLE, ERICKSON & AVIDSON, 2001; GWINNETT, 1971; RETIEF, 1973; SILVERSTONE, 1973).

Desde a introdução dos *primers* dentinários, sistemas adesivos do tipo “três-passos”, ou “múltiplos-frascos” (ácido + *primers* + adesivo) tem aumentado sua aceitação e confiabilidade para adesão de resinas compostas. Estes sistemas requerem condicionamento ácido da estrutura dental e aplicação de um *primer*, previamente ao uso da resina fluida, visando à obtenção de máxima força de união. Vários esforços têm sido feitos com o intuito de simplificar os procedimentos adesivos, sendo desenvolvidos, desta forma, sistemas adesivos do tipo “dois-passos” (ácido + *primer*/adesivo). Estes sistemas adesivos, que fazem uso de condicionamento ácido prévio, e contêm *primer* e adesivo, em um único frasco, são conhecidos como *self-priming adhesive systems* (FERRARI, GORACCI & GARCIA-GODOY, 1997; MIYAZAKI, SATO & ONOSE, 2000; SWIFT & BAYNE, 1997).

Além disso, mais recentemente, têm sido desenvolvidos sistemas adesivos que combinam em apenas um passo clínico a função do condicionamento ácido e do *primer*. São os chamados *self-etching primers adhesive systems* (OGATA *et al.* 2001) ou sistemas adesivos autocondicionantes. Tornaram-se uma opção atrativa do ponto de vista clínico para obtenção de união. São relativamente fáceis de utilizar, requerem poucos passos de aplicação, dispensam lavagem com água e possuem um protocolo de trabalho reduzido (PASHLEY & TAY, 2001). Sua principal vantagem em relação aos sistemas adesivos tradicionais, e o motivo a que sua criação se deve, é a tentativa da formação de uma camada híbrida contínua entre a estrutura dental e a

resina composta, principalmente em dentina, onde algumas vezes não é observada uma infiltração completa do adesivo por entre a zona de colágeno exposta pela desmineralização com ácido fosfórico, deixando fendas na hibridização que, a longo prazo, possam levar a degradação do tratamento restaurador (SANO, 1994; TITLEY *et al.* 1994; VAN MEERBEECK *et al.* 1993). Essa capacidade dos adesivos autocondicionantes em dispensarem o prévio condicionamento com ácido fosfórico, se deve a presença de *primers* que contêm monômeros ácidos. Ao serem aplicados à superfície da estrutura dental coberta pela *smear layer*, agem simultaneamente descalcificando a estrutura do esmalte e da dentina, modificando ou dissolvendo a *smear layer*, e preenchendo, ao mesmo tempo, as porosidades criadas com resina fluida (BARKMEIER, LOS & TRILO, 1995; GORDAN, VARGAS & DENEHY, 1998; HANNIG, REINHARDT & BOTT, 1999; WATANABE, NAKABAYASHI & PASHLEY, 1994), permitindo que uma camada híbrida contínua e livre de fendas entre a estrutura dental e a resina composta seja criada (MIYAZAKI, SATO & ONOSE, 2000).

Devido ao objetivo principal destes adesivos estar focado na estrutura dentinária, poucos são os estudos avaliando a habilidade dos sistemas adesivos autocondicionantes em condicionar adequadamente o esmalte e prover uma forte e durável união neste (GLASSPOOLE, ERICKSON & DAVIDSON, 2001). Em alguns trabalhos, o esmalte tratado com adesivos do tipo *self-etching* apresenta valores de resistência de união equivalentes aos obtidos em esmalte condicionado com ácido fosfórico (BARKMEIER, LOS & TRILO, 1995; BLUNCK & ROULET, 1999; HAYAKAWA, KIKUTAKE & NEMOTO, 1998; KANEMURA, SANO & TAGAMI, 1999; OGATA *et al.* 2001; PERDIGÃO *et al.* 1997), além de apresentarem excelente performance clínica com altos índices de retenção em situações *in vivo* (LATTI *et al.* 1997; OGATA *et al.* 2001). Entretanto, em outros estudos, a força de união destes sistemas adesivos ao esmalte mostra-se inferior a apresentada em esmalte condicionado com ácido fosfórico (GLASSPOOLE, ERICKSON & DAVIDSON, 2001; HARA *et al.* 1997; MIYAZAKI, SATO & ONOSE, 2000).

Uma alternativa para melhorar a capacidade de condicionar o esmalte desses sistemas adesivos seria o modo com que estes são aplicados. Um onde o sistema adesivo é aplicado de forma passiva, ou seja, durante o tempo de espera preconizado por cada fabricante previamente a polimerização, o adesivo deve ser mantido intacto,

em repouso. E outro no qual o sistema de união é aplicado de forma ativa, onde, durante o tempo de espera preconizado por cada fabricante, o sistema adesivo deva ser repetidamente aplicado até que o tempo de espera cesse e que a polimerização possa ser efetivada.

Explicações para tais performances podem ser encontradas no padrão microscópico que estes sistemas adesivos apresentam. Um estudo da morfologia da superfície de esmalte condicionado mostrou que a aplicação de *self-etching primers* não resulta na mesma profundidade de desmineralização do que a obtida através do uso de ácido fosfórico (PERDIGÃO *et al.* 1997). Um condicionamento mais agressivo, como o obtido pelo uso do ácido fosfórico em um breve tempo de aplicação, resulta em um padrão de esmalte poroso, potencialmente retentivo (GARCIA-GODOY & GWINNETT, 1991; PASHLEY & TAY, 2001). Um padrão de condicionamento similar também pode ser produzido através do uso de um ácido moderadamente agressivo, como o encontrado em agentes condicionantes sem enxágüe, independente do tempo de aplicação destes (CEHRELI & ALTAY, 2000; PASHLEY & TAY, 2001), embora não haja uma correlação direta entre a agressividade do agente condicionante e os valores de união obtidos em esmalte intacto (PASHLEY & TAY, 2001).

Estudos de microscopia eletrônica de varredura (MEV) mostram que sistemas adesivos autocondicionantes aplicados de forma passiva, apresentam mínima penetração da resina fluida ao esmalte, ao passo que quando aplicados de forma ativa, se verifica maior penetração da resina ao esmalte (GLASSPOOLE, ERICKSON & DAVIDSON, 2001). Tal efeito pode estar relacionado a maior quantidade de *primers* ácidos agindo na estrutura mineral, proporcionando assim maior desmineralização da estrutura do esmalte, com isso, permitindo maior espessura de resina polimerizada no interior desse.

Para quantificar a resistência de união obtida através do uso de sistemas adesivos, testes laboratoriais são utilizados, permitindo indicar o possível desempenho do mecanismo de adesão da interface dente/resina, quando em condições práticas. O teste de microtração se destaca pela utilização de pequenas áreas superficiais (SANO, 1994), resultando em valores mais altos de união quando comparados aos testes que utilizam áreas de adesão maiores. Isso se deve a uma distribuição mais

proporcional das tensões na interface adesiva, e conseqüentemente um maior número de falhas adesivas na junção dente/resina é constatado (ARMSTRONG, BOYER & KELLER, 1998; PHRUKKANON, BURROW & TYAS, 1998; SCHREINER, 1998), proporcionando melhor avaliação dos valores de união (PASHLEY & TAY, 2001).

Por estas razões, existem indícios de que a forma de aplicação diferenciada dos sistemas adesivos autocondicionantes disponíveis no mercado possa modificar o padrão de condicionamento, bem como alterar os valores de resistência de união entre a resina composta e o esmalte, gerando assim, maior segurança na prática clínica destes adesivos. Assim, a hipótese nula a ser testada é que a forma de aplicação dos sistemas adesivos não interfere nos valores de resistência à união por microtração. Por outro lado, na hipótese alternativa, a forma de aplicação dos sistemas adesivos interfere nos valores de resistência à união por microtração.

2) REVISÃO DE LITERATURA:

BUONOCORE, em 1955, acreditando que a solução ácida de fosfomolibdico e ácido fosfórico 85% promoveriam uma alteração física e química do esmalte após aplicação de 30 segundos, analisou o seu efeito na adesão dos materiais restauradores acrílicos às superfícies hígidas do esmalte. Os resultados mostraram maior retenção da resina acrílica, avaliada diante do fator tempo no meio intra-oral dos voluntários e diante das irregularidades criadas pela desmineralização seletiva. O tratamento com ácido fosfórico apresentou melhores resultados quando comparado ao ácido fosfomolibdico oxálico.

Um ano depois, BUONOCORE, WILEMAN & BRUDEVOLD relataram a primeira tentativa de união ao substrato dentinário utilizando resina acrílica, após o condicionamento ácido. Foi utilizada uma resina adesiva a base de ácido glicerofosfórico dimetacrilato a qual tinha uma afinidade química particular pela estrutura dental. As superfícies dentinárias dos dentes extraídos foram tratadas com uma solução de ácido clorídrico a 7%, por 1 minuto, em seguida houve a aplicação do material adesivo. Os resultados do teste de tração mostraram que a adesão foi aproximadamente o dobro, quando comparados ao grupo controle, onde não houve o condicionamento. O armazenamento em água por um longo período produziu significativa redução na resistência adesiva. A partir desses resultados, foi sugerido que havia adesão devido à possibilidade de combinação química entre um dos constituintes da resina e a matriz orgânica da dentina.

GWINNETT, em 1971, estudou as mudanças histológicas topográficas do esmalte humano frente a vários agentes condicionantes ácidos, com mudanças na profundidade do tecido. Foi utilizado para tanto microscopia de luz, microradiografia e microscopia eletrônica de varredura. Os ácidos utilizados foram: Ácido cítrico 50%, Ácido fórmico 10%, Ácido fosfórico 85%, 50% e 10% e 0,1N e 0,5N de Ácido hidrocloreídrico. Todos os ácidos foram aplicados por 2 minutos sobre a superfície do

esmalte. O autor atribuiu as diferenças observadas nos padrões de condicionamento à diferenças intrínsecas na histologia e/ou solubilidade do esmalte.

SILVERSTONE, em 1973, investigou *in vitro* a retenção de selantes de fissuras em 400 oclusais de dentes posteriores humanos. Os dentes foram submetidos a fluidos condicionantes ácidos. Dos ácidos avaliados (ácido fosfórico, ácido cítrico, ácido poliacrílico e EDTA), o ácido fosfórico se mostrou o mais eficaz em profundidade de desmineralização do tecido. O autor concluiu que os três materiais estudados (Epoxylite 9075, Nuva-Seal e TP 226) se mostraram eficazes em termos de retenção à estrutura do esmalte.

RETIEF, em 1973, teve por objetivo avaliar o efeito do condicionamento com ácido fosfórico na superfície do esmalte, para isto, observou-se: microinfiltração, ângulo de contato entre a resina e a superfície de esmalte condicionada e não condicionada, interface entre resina e esmalte e o efeito do condicionamento ácido *in vivo*. Os estudos realizados *in vitro* foram feitos através de microscopia eletrônica de varredura. Os corpos de prova foram confeccionados em incisivos humanos e condicionados com ácido fosfórico a 50% por 60 segundos. Para o estudo *in vivo* superfícies vestibulares de pré-molares foram condicionadas com o mesmo ácido pelo mesmo tempo. Um dente foi extraído após este procedimento e o dente contra-lateral 14 dias após o condicionamento. A microinfiltração foi avaliada através do método de penetração do corante. O ângulo de contato da resina epóxica não polimerizada usada na formulação adesiva foi mensurado na superfície condicionada e não condicionada do esmalte. A observação dos espécimes através de microscopia eletrônica de varredura detectou um aumento na rugosidade superficial do esmalte condicionado. No estudo *in vivo* detectou-se que a desmineralização do esmalte imediatamente após a extração do elemento tratado com ácido, praticamente recuperou-se e voltou ao normal após 14 dias. O autor constatou ainda que o esmalte condicionado produz íntimo contato entre o adesivo e a superfície tratada. Não foi detectada microinfiltração através do teste utilizado. Concluiu-se que os benefícios do condicionamento ácido do esmalte melhoram na adaptação e retenção do material.

BRÄNNSTRÖN & NYBORG, em 1973, avaliaram o crescimento bacteriano no espaço entre o dente e restaurações em compósito. Concluíram que se a cavidade não for livre de bactérias antes da inserção do material restaurador, estas podem proliferar nesse espaço e causar danos à polpa. Se a cavidade estiver livre de bactérias e bactérias do fluido oral penetrarem em fendas existentes entre o material restaurador e o dente, estas também podem gerar injúrias ao tecido pulpar.

Através do teste de tração, NAKABAYASHI, KOJIMA & MASUHARA, em 1982, realizaram um estudo verificando a efetividade da solução 4-metacriloxietil trimelitato anidrido (4-META) na adesão de um cilindro de acrílico ao esmalte e às dentinas humana e bovina condicionadas com uma solução de ácido cítrico a 10% e cloreto férrico 3% (10-3), por trinta segundos. Realizada a análise em microscopia eletrônica de varredura (MEV), os autores observaram que monômeros resinosos com grupos hidrófilos e hidrófobos, como o 4-META, infiltravam-se por entre as fibrilas colágenas expostas pelo tratamento ácido constituindo uma zona mista, ácido-resistente, de dentina desmineralizada infiltrada pela resina, denominada camada híbrida. A partir de tal achado e do aumento na resistência de união da resina (18 MPa), os autores concluíram que a obtenção de uma ótima adesão não se dava apenas pela formação de *tags* no interior dos túbulos dentinários e sim principalmente pela retenção micromecânica dos agentes resinosos com as fibrilas colágenas no interior da dentina intertubular.

Uma revisão histórica do comportamento dos adesivos dentinários foi publicada por FUSAYAMA em 1990. Nesse trabalho, o autor descreve desde o desenvolvimento da resina composta de Bis-GMA até as inovações que permitiram a melhora nas propriedades físicas do material, estendendo seu uso aos dentes posteriores. Descreve a importância do desenvolvimento da técnica adesiva restauradora em detrimento a técnica na qual a retenção mecânica era responsável pela manutenção da restauração na boca, desgastando uma maior quantidade de estrutura dental sadia, excluindo dos preparos cavitários as chamadas formas de resistência e extensão para prevenção.

Através de um estudo utilizando MEV e microscopia eletrônica de transmissão (MET), VAN MEERBEEK *et al.*, no ano de 1993, examinaram morfologicamente a zona de difusão resina/dentina produzida por um sistema adesivo que incorpora a *smear layer*, descalcificando simultaneamente a dentina superficial (Clearfil Liner Bond System). Três subcamadas dentro da zona de interdifusão foram observadas. A camada superior, representada na sua maioria pelo adesivo dentinário, contendo poucas características estruturais, com algumas projeções pigmentadas em sua base, expandindo para dentro da rede de colágeno subjacente e confinadas pelas fibrilas colágenas paralelas à interface de união adesiva. Na segunda camada, fibrilas colágenas parcialmente alteradas estavam condensadas, a maioria delas paralelas à interface e perpendiculares aos túbulos dentinários. Finalmente, uma terceira camada densa, contendo cristais de hidroxiapatita, demarcou a camada de dentina desmineralizada da camada de dentina inalterada. A difusão no interior da superfície de dentina desmineralizada era visualizada, diminuindo com a profundidade, mostrando a redução em profundidade da dentina nos espaços interfibrilares.

Em 1994, foi testado por SANO *et al.* A relação entre a área de superfície dentinária e a resistência à tração dos materiais adesivos. O esmalte oclusal de terceiros molares humanos foi removido e um bloco de compósito foi unido à superfície dentinária planificada, após aplicação de agentes adesivos. Vinte e quatro horas depois, os espécimes foram seccionados paralelamente ao longo eixo do dente em 10-20 finas secções constituídas, na metade superior por resina composta e na metade inferior por dentina. Estas pequenas secções eram preparadas usando-se uma ponta diamantada em alta rotação até configurarem uma ampulheta na porção mais estreita da interface de união adesiva. A área de superfície foi variada alterando a espessura e a largura. A resistência à tração foi avaliada utilizando-se garras feitas sob medida em uma máquina universal de ensaio. Os resultados mostraram que a resistência à tração apresentava relação inversa à área de superfície unida. Em áreas abaixo de 0,4 mm² os valores médios de resistência adesiva foram 55 MPa para o Clearfil Liner Bond, 23,8 MPa para o Scotchbond Multi-Purpose e 20 MPa para o Vitremer. Os autores concluíram que esse novo método permite mensurações múltiplas

feitas com apenas um único dente, produzindo menor variação nos resultados, além de apresentar fraturas adesivas na maioria dos espécimes.

As características da camada híbrida formada pela penetração de um sistema adesivo autocondicionante experimental sobre a *smear layer* foram avaliadas por WATANABE *et al.* Em 1994, através de microscopia eletrônica de transmissão. Dentes bovinos receberam pré-tratamento com diferentes concentrações de Fenil-P dissolvidas em solução de HEMA à 30% por 1 minuto. O grupo controle recebeu tratamento com uma solução de HEMA 30% e água 70%. O sistema autocondicionante experimental avaliado neste estudo continha concentrações do monômero resinoso ácido Fenil-P muito mais altas do que os outros sistemas adesivos disponíveis no mercado. O pré-tratamento com soluções contendo 20% de Fenil-P promoveu os melhores resultados de resistência adesiva. Este adesivo incorporou a *smear layer* na camada híbrida, sem a remoção dos *smear plugs*, causando uma redução da permeabilidade dentinária.

TITLEY *et al.*, em 1994, examinaram como os *primers* do sistema de união Scotchbond Multi-Purpose influenciam na molhabilidade do colágeno na zona desmineralizada da dentina atacada por ácido e a penetração e adaptação dos monômeros adesivos através de microscopia eletrônica de varredura. Os autores concluíram que apesar dos *primers* facilitarem a penetração da resina fluida na dentina desmineralizada, porções de colágeno não infiltradas podem ser observadas mesmo após aplicação de duas ou três camadas do *primer*.

Em 1995, BARKMEIER, LOS & TRIOLO, avaliaram o sistema Clearfil Liner Bond 2 em esmalte e dentina humana através do teste mecânico de cisalhamento. Os dentes também foram avaliados através do teste de microinfiltração, objetivando a análise de possível infiltração marginal das restaurações. O adesivo resultou em valores de 28,2 (4,9) MPa para esmalte e 19,4 (3,1) para dentina. Estatisticamente, o valor de resistência à união por cisalhamento foi superior em esmalte do que em dentina. Não foi observada infiltração nas margens de esmalte.

SWIFT, PERDIGÃO & HEYMANN descreveram o desenvolvimento da adesividade aos substratos dentários desde o condicionamento ácido em esmalte até o ano de 1995. Citaram os benefícios da união ao esmalte e à dentina e o desenvolvimento dos sistemas adesivos. Incluíram nesse estudo os fatores relevantes a estudos laboratoriais. Comentaram ainda sobre o desenvolvimento de restaurações indiretas de resina composta. Por fim, discutiram fatores relacionados a restaurações de amálgama adesivo e de cimento de ionômero de vidro modificado por resina.

Utilizando três sistemas adesivos em dentina preparadas sob condições *in vivo* e *in vitro*, FERRARI *et al.*, em 1996, compararam através da análise em MEV, a capacidade de formação de camada híbrida, *tags* e ramificações laterais de resina. Os adesivos Prime & Bond 2.0 (G1) e Scotchbond Multi-Purpose Plus (G2) foram aplicados de acordo com suas respectivas recomendações, enquanto o *primer* do adesivo Clearfil Liner Bond 2 foi aplicado por 30 (G3) e 60 (G4) segundos. Todos os grupos apresentavam formação de camada híbrida e uma morfologia semelhante tanto *in vitro* como *in vivo*. Em diversas regiões, as amostras dos grupos G1, G2 e G4 apresentavam prolongamentos laterais de resina com formato de cone invertido, ao contrário do grupo G3, onde foram encontradas em pequena quantidade. O comprimento dos *tags* em G1 e G2 foi maior do que em G3 e G4. Como significado clínico, os autores concluíram que o adesivo Prime & Bond 2.0 e o adesivo Scotchbond Multi-Purpose Plus são mais efetivos quando aplicados segundo as recomendações de cada fabricante. Afirmaram ainda que o Clearfil Liner Bond 2 cria uma maior entrelaçamento com as fibrilas colágenas quando aplicado pelo dobro do tempo recomendado.

O objetivo do estudo realizado por PERDIGÃO *et al.* em 1996 foi investigar a interação de seis sistemas adesivos com a dentina *in vivo*. Os sistemas utilizados foram One-Step, Clearfil Liner Bond 2, Optibond, Permagen com ácido fosfórico a 10%, Permagen com ácido fosfórico a 35% e Prime & Bond 2.1. Cavidades classe I em dentes indicados à extração por motivos ortodônticos foram restaurados com os adesivos supra-citados e resinas compostas auto e foto-polimerizável. Após cinco

minutos da realização das restaurações os dentes foram extraídos e fixados em glutaraldeído a 2,5%. Em seguida, os mesmos foram desidratados, processados e preparados para microscopia eletrônica de varredura. As imagens demonstraram falhas entre a camada híbrida e o adesivo em todos os sistemas. Alguns, não formaram a zona de interdifusão com a dentina adequadamente.

Em 1997, SWIFT & BAYNE compararam o sistema adesivo Single Bond com os sistemas Prime & Bond, One-Step e Scotchbond Multi-Purpose em dentina seca, úmida e molhada, através do teste de cisalhamento. Todos os sistemas apresentaram comportamento similar estatisticamente em todos os substratos dentinários avaliados, exceto o sistema One-Step que apresentou valores mais baixos em dentina úmida e molhada.

Em um estudo conduzido por PERDIGÃO *et al.*, em 1997, o sistema adesivo autocondicionante Clearfil Liner Bond II foi avaliado em termos de resistência à união por cisalhamento e a interface morfológica existente entre o adesivo e o esmalte também foi estudada por microscopia eletrônica de varredura. Os autores concluíram que as falhas foram predominantemente adesivas e que o uso de condicionantes alternativos para este sistema de união produziu um padrão de condicionamento em esmalte mais profundo, ao passo que o uso do Clearfil Liner Bond II de acordo com as prescrições do fabricante resultaram em uma definição pobre de condicionamento do esmalte.

LATTA *et al.*, em 1997, avaliaram o comportamento clínico do sistema Clearfil Liner Bond II pelo período de um ano. O adesivo foi aplicado em lesões clínicas de erosão e abrasão. Os dentes foram restaurados sem nenhum tipo de preparo. Os dentes foram então avaliados quanto a presença da restauração e sensibilidade pós-operatória após um ano de exposição ao meio oral. Os autores concluíram que, após 1 ano, o sistema apresentou excelente performance nos dois quesitos avaliados.

FERRARI, GORACCI & GARCIA-GODOY realizaram um estudo *in vivo* em 1997, onde avaliaram através de microscopia eletrônica de varredura a formação de camada híbrida e *tags* para sistemas adesivos de fraco único em dentina e esmalte condicionados por ácido fosfórico e não condicionados. Concluíram que todos os sistemas adesivos apresentaram o mesmo padrão de camada híbrida e formação de *tags* em dentina condicionada por ácido fosfórico, ao passo que não se verificou formação de camada híbrida na dentina não atacada por ácido. Já em esmalte, se observou o padrão tradicional de esmalte condicionado quando foi aplicado o ácido fosfórico. Já quando o esmalte foi avaliado sem ataque ácido, não se observou o padrão característico, nem a formação de *tags* resinosos.

HAYAKAWA, KIKUTAKE & NEMOTO, em 1998, investigaram a efetividade do tratamento da dentina e do esmalte dental com *primers* autocondicionantes. Foram preparados dois *primers*. Um era composto por uma solução aquosa de Fenil-P e HEMA e outro uma solução aquosa de MDP e HEMA. A influência da concentração de Fenil-P e MDP foram avaliadas através da resistência à união por tração. A *smear layer* na dentina e no esmalte foi parcialmente dissolvida pelo tratamento com os *primers*. A espessura da camada híbrida formada na estrutura dentinária foi de 1-1,5mm. Os autores concluíram que *primers* autocondicionantes contendo Fenil-P ou MDP mostraram boa adesão à estrutura do esmalte e dentina, sendo estes *primers* promissores materiais para restaurações em resina composta.

Em um estudo onde a interface resina/esmalte produzida por diferentes sistemas adesivos, conduzido por GORDAN, VARGAS & DENEHY, em 1998, foi observado que sistemas de união tradicionais (Prime & Bond e Scotchbond Multi-Purpose) apresentam maior formação de *tags* resinosos em esmalte do que sistemas que utilizam *primers* autocondicionantes (Panavia 21) quando avaliados em microscopia eletrônica de varredura por emissão de campo. Os autores concluíram ainda que sistemas de união tradicionais não apresentam penetração do adesivo em esmalte quando não é realizado o condicionamento ácido prévio.

Os sistemas adesivos All-Bond 2 e OptiBond FL foram avaliados quanto à resistência adesiva e os tipos de falhas, através do teste de microtração por ARMSTRÖNG *et al.* em 1998. As superfícies dentinárias foram restauradas e seccionadas em fatias com 0,8-0,9 mm de espessura. Cada fatia foi desgastada ao nível da interface adesiva, com formato de ampulheta, até que se atingisse uma área adesiva de 0,5 mm². Os resultados não mostraram diferenças significantes. 55% das falhas foram coesivas em dentina ou na resina, fato atribuído pelos autores ao aprisionamento das amostras por todos os lados, bem como as propriedades de todos os componentes em questão (dentina, adesivo e resina composta). As resistências encontradas são válidas a esse modo particular de ensaio, mas não são representativas dos adesivos individualmente considerados.

PHRUKKANON *et al.* em 1998 buscaram determinar a influência da área adesiva sobre a resistência à microtração e ao microcisalhamento para os sistemas adesivos Scotchbond Multi-Purpose, Optibond FL, Optibond Solo e One-Step. Blocos de resina composta (Silux Plus) de 5mm de altura foram aderidos à superfície dentinária de molares humanos. Os blocos dentais foram cortados verticalmente, obtendo-se barras com secção transversal quadrada, que, desgastadas, atingiram conformação cilíndrica, para os ensaios de cisalhamento, e de ampulheta para os de tração, com diâmetros de 1,2; 1,4 e 2 mm para ambos os testes. Os valores de resistência adesiva foram significativamente superiores para os espécimes com 1,2 mm de diâmetro, embora não diferisse dos de 1,4 mm. Em relação ao teste, o cisalhamento apresentou valores mais altos apenas entre 1,2 e 2 mm, e somente para o adesivo Optibond Solo.

A comparação entre valores obtidos em testes de cisalhamento ou de microtração foram novamente estudados por SCHREINER *et al.* em 1998. Após aplicação do adesivo e da resina, os dentes foram cortados no sentido longitudinal, em fatias de 1,0 mm de espessura. As laterais das fatias, na região da interface adesiva, foram desgastadas até que ficassem paralelas entre si, atingindo uma área de 1,7 mm². Já para o teste de cisalhamento, os corpos-de-prova possuíam 3,4 mm². Estatisticamente, os valores de resistência obtidos pelo teste de microtração foram

maiores do que os de cisalhamento, confirmando resultados prévios de outros autores, em função da reduzida quantidade de defeitos na interface adesiva.

Utilizando teste de microtração, cisalhamento e tração, CARDOSO, BRAGA & CARRILHO, em 1998, avaliaram a resistência adesiva da dentina após a aplicação de três sistemas adesivos: Scotchbond Multi-Purpose (SMP), Single Bond (SB) e Etch & Prime 3.0 (EP). Molares humanos foram embebidos em resina acrílica e tiveram a dentina coronária exposta em três superfícies planas diferentes. Em cada superfície, um espécime foi preparado para ser submetido a um dos testes supracitados. Comparando-se os adesivos, todos os testes demonstraram valores médios na seguinte ordem crescente dos adesivos SB>SMP>EP. No entanto, não houve diferenças significativas quando comparadas às médias obtidas com o teste de microtração (SB = $34,60 \pm 10,88$ SMP $32,74 \pm 12,52$ e EP = $27,77 \pm 7,88$) ($p>0,05$). Os testes de cisalhamento e tração demonstraram médias estatísticas similares. Os autores concluíram que as maiores médias e um menor coeficiente de variação foram observados no teste de microtração (CV = 33,67%). Além disso, afirmaram que, dependendo do teste aplicado, podem não ser descobertas diferenças existentes entre os materiais avaliados.

VAN MEERBEEK *et al.* em 1998, descreveram a grande evolução dos sistemas adesivos e avaliaram a situação clínica dos mesmos. Tal desenvolvimento possibilitou restaurações menos invasivas, mais conservadoras, com melhor distribuição das forças mastigatórias e maior possibilidade de reforçar estruturas dentais enfraquecidas. Os sistemas adesivos estão classificados em três categorias, dependendo do tratamento dado à *smear layer*. Sistemas adesivos que modificam a *smear layer* – único passo (adesivo resinoso) ou dois passos (*primer* e adesivo). Sistemas adesivos que removem a *smear layer* através de condicionamento ácido prévio – dois passos (condicionamento ácido, *primer* e adesivo em um único frasco) e três passos (condicionamento ácido, *primer* e adesivo em frascos separados). Sistemas adesivos que dissolvem a *smear layer* – *primer* autocondicionante e adesivo. Muitas variáveis clínicas influenciam na atuação desses sistemas, tais como características do substrato, tipo de substrato,

idade do paciente. Apesar da evolução, nenhum sistema adesivo foi capaz de selar a dentina de maneira a impedir a microinfiltração e coloração de margens após algum tempo de exposição ao meio oral.

KANEMURA, SANO & TAGAMI, em 1999, avaliaram a adesão de quatro sistemas adesivos disponíveis no mercado em superfícies de esmalte humano intacto e abrasionado. A performance da força de união obtida pelos adesivos foi avaliada através do teste de microtração e a avaliação da interface adesiva em microscopia eletrônica de varredura de emissão de campo. Os espécimes foram preparados com limpeza com dentífrico e escova dental rotatória para os grupos de esmalte intacto e desgaste de 0,5mm da superfície vestibular do esmalte com ponta diamantada em alta rotação, para o grupo abrasionado. Os adesivos estudados foram: One-Step (OS, Bisco), Single Bond (SB, 3M), Clearfil Liner Bond II (LBII, Kuraray) e Tokuso Mac Bond II (MBII, Tokuso). Não houve diferença estatisticamente significativa na força de união entre os materiais testados quando aplicados sobre a superfície abrasionada do esmalte, embora os adesivos autocondicionantes (LBII e MBII) obtiveram menor resistência à união em esmalte intacto do que os adesivos OS e SB, que fizeram uso de condicionamento prévio com ácido fosfórico. A análise de microscopia revelou que o padrão de condicionamento dos *primers* autocondicionantes não foi profundo o suficiente para obtenção de uma boa penetração da resina adesiva quando aplicadas sobre a estrutura de esmalte intacta, diferentemente do uso do ácido fosfórico, que exibiu melhores resultados tanto em esmalte intacto como no esmalte abrasionado.

HANNING, REINHARDT & BOTT, em 1999 conduziram um estudo *in vitro* no qual avaliaram a performance de três sistemas adesivos autocondicionantes (Clearfil Liner Bond II, Etch & Prime 3.0 e Resulcin Aquaprime) em esmalte através da mensuração da resistência à união e a adaptação marginal das restaurações confeccionadas em cavidades classe II através da análise de microscopia eletrônica de varredura. O estudo teve como conclusão que o uso de sistemas adesivos que contém *primers*

autocondicionantes pode ser uma alternativa ao uso do condicionamento tradicional com ácido fosfórico, em esmalte, nas técnicas restauradoras adesivas.

HARA *et al.* compararam a resistência à união por cisalhamento de sistemas adesivos em esmalte no ano de 1999. Os sistemas avaliados foram: Múltiplos frascos (Scotchbond Multi Purpose Plus), Frasco único (Stae e Single Bond) e um autocondicionante (Etch & Prime 3.0). Os adesivos foram utilizados em esmalte segundo as recomendações dos fabricantes. A análise dos resultados mostrou que o sistema autocondicionante estudado não apresentou os mesmos valores de resistência à união encontrados com os demais adesivos avaliados.

MIYAZAKI, SATO & ONOSE, em 2000, investigaram a influência da termociclagem na resistência à união em esmalte de sistemas de união tradicionais e autocondicionantes. Os espécimes restaurados foram submetidos a termociclagem entre 5 e 60°C por 3000, 10000 e 30000 ciclos. Os espécimes foram então submetidos ao ensaio de cisalhamento. Para os sistemas autocondicionantes foi observado uma redução nos valores de resistência à união após a termociclagem, ao passo que sistemas tradicionais não foi observada diferença estatística significativa entre os grupos ciclados e não ciclados.

GLASSPOOLE, ERICKSON & DAVIDSON, em 2000, avaliaram o efeito do tratamento superficial na adesão de um compômero (F2000/3M/ESPE) ao esmalte. Dentes bovinos abrasionados foram divididos em 4 grupos: Dois grupos fizeram uso de um adesivo autocondicionante aplicado, um de forma ativa, e o outro de forma passiva ao esmalte. Outro grupo onde foi usado um *primer* e um adesivo após o condicionamento, e o grupo Controle onde o adesivo Single Bond foi usado após condicionamento ácido da estrutura do esmalte. Os autores concluíram que o tratamento do esmalte com uso do primer autocondicionante de forma dinâmica, ativa, mostrou-se mais eficaz na resistência à união do compômero ao dente.

Em 2000, CEHRELI & ALTAY avaliaram o efeito de suas soluções ácidas condicionantes que dispensam lavagem após aplicação em esmalte, comparando-as com a solução de EDTA 17% e o tradicional ácido fosfórico 37%. As soluções ácidas condicionantes sem enxágüe eram Ácido Itatônico e Ácido Maleico. Os autores concluíram que tais soluções geraram um padrão de condicionamento aprismático em esmalte, que se mostra potencialmente retentivo, ao passo que o uso de ácido fosfórico utilizado em tempos curtos de aplicação exibiu um padrão pouco retentivo. O EDTA se mostrou ineficaz no condicionamento da superfície do esmalte.

SHINCHI, SOMA & NAKABAYASHI, em 2000, determinaram a relação entre a profundidade de penetração e a resistência à tração de uma resina fotoativado ao esmalte atacado por ácido fosfórico, e a eficácia dos condicionadores de esmalte com agressividade inferior a obtida com concentrações de 10% de ácido fosfórico. Os condicionadores avaliados possuíam concentrações de ácido fosfórico que variaram entre 3 e 65%. A força de tração (10 MPa) não variou significativamente, embora a profundidade dos *tags* resinosos tenha decrescido significativamente ao passo que a concentração do ácido diminuía. Os autores concluíram que a profundidade dos *tags* possui pouca influência na resistência à união e que a adesão obtida em esmalte condicionado está mais relacionada com a habilidade da resina em penetrar entre os cristais do esmalte.

Com a intenção de avaliar o comportamento de sistemas adesivos autocondicionantes comparados aos sistemas convencionais, TOLEDANO *et al.* em 2001, utilizaram o teste de cisalhamento em esmalte e dentina e mensuraram o ângulo de contato em dentina superficial e profunda para verificar a molhabilidade dos sistemas adesivos. Os sistemas utilizados foram, autocondicionantes – Clearfil SE Bond e Etch & Prime 3.0 e também o sistema adesivo convencional Scotchbond Multi Purpose Plus. O teste de cisalhamento foi aplicado em esmalte bovino e dentina superficial/profunda de terceiros molares humanos. Os sistemas adesivos autocondicionantes obtiveram ângulos de contato maiores e, por consequência, menor molhabilidade quando comparados ao sistema convencional. Não ocorreram

diferenças entre os adesivos autocondicionantes na mensuração do ângulo de contato. O teste de cisalhamento mostrou maiores valores para Clearfil SE Bond e Scotchbond Multi Purpose Plus em esmalte. Em dentina, Clearfil SE Bond apresentou maiores resultados de força de adesão, enquanto que não houve diferença entre os demais sistemas avaliados. A profundidade dentinária não afetou significativamente a adesão.

A agressividade de três adesivos autocondicionantes em esmalte humano intacto foi avaliada por PASHLEY & TAY em 2001. Foi mensurado os valores de resistência à união por microtração e análise em microscopia eletrônica de varredura (MEV) e transmissão (MET). Padrões de condicionamento de esmalte aprismático, assim como revelado pela MEV, e a morfologia da subsuperfície da camada híbrida, assim como revelada pela MET, variaram de acordo com a agressividade dos adesivos autocondicionantes. Clearfil Mega Bond exibiu um padrão de condicionamento mais suave, enquanto que Prompt L-Pop produziu um efeito de ataque ácido que se aproximou mais do condicionamento ácido total obtido pelo grupo Controle. A resistência à microtração para os adesivos autocondicionantes foi significativamente inferior a obtida pelo grupo Controle, mas não diferiram entre si.

OGATA *et al.*, em 2001, avaliaram o efeito de diferentes modos de preparo da dentina na resistência adesiva de três sistemas adesivos autocondicionantes: Clearfil Liner Bond II, Clearfil Liner Bond 2V e Clearfil SE Bond. Trinta e seis molares hígidos foram utilizados, onde a dentina foi exposta na porção oclusal. Os dentes foram divididos em 4 grupos, de acordo com o preparo da dentina: broca carbide lisa, broca carbide picotada, ponta diamantada de granulação média e lixa granulação 600 (controle). Em seguida, os adesivos foram aplicados e os dentes reconstruídos com compósito. Os espécimes foram preparados e submetidos ao teste de microtração. Análises em MEV demonstraram que a *smear layer* formada pela ponta diamantada foi mais densa e espessa. Os sistemas Clearfil Liner Bond II e Clearfil SE Bond apresentaram melhores resultados quanto à remoção da *smear layer*.

SHIMADA *et al.*, em 2002, estudaram a performance de adesivos (Single Bond e Clearfil SE Bond) em esmalte decíduo e permanente através do ensaio de microcisalhamento e da avaliação em microscopia eletrônica de varredura. Não houve diferença estatística entre o uso dos adesivos em esmalte decíduo ou permanente. As imagens de microscopia sugerem uma ação mais intensa dos ácidos em esmalte decíduo. Os valores de resistência à união foram similares para os adesivos estudados.

3) PROPOSIÇÃO:

Os objetivos deste estudo "*in vitro*" foram:

- Comparar a resistência à microtração ao esmalte, de sistemas adesivos autocondicionantes com um sistema adesivo convencional, quando aplicados de forma passiva e ativa.
- Avaliar através de microscopia eletrônica de varredura o padrão de condicionamento obtido em esmalte com a aplicação passiva e ativa de adesivos autocondicionantes.

4) MATERIAIS E MÉTODOS:

4.1) TESTE DE MICROTRAÇÃO:

4.1.1) SELEÇÃO E PREPARO DOS DENTES:

Foram utilizados 100 dentes bovinos, recém-extraídos e imediatamente armazenados em solução salina 0,9% (SCHREINER, 1998). Os dentes foram raspados com curetas periodontais para a remoção de restos de ligamento periodontal e tecidos moles. Em seguida, foram polidos com taças de borracha e pedra pomes, em baixa rotação, sendo armazenados em água destilada deionizada em estufa de cultura, modelo 002 CB (FANEM Ltda), em umidade, a 37°C.

O esmalte vestibular foi regularizado através de desgaste superficial, paralelo a porção vestibular do dente, utilizando-se máquina Politriz (Maxigrind) e empregando discos de lixa de óxido de alumínio de granulação #600 (PERDIGÃO *et al.*, 1997), com irrigação de água.

4.1.2) APLICAÇÃO DOS SISTEMAS ADESIVOS E DA RESINA COMPOSTA:

Após o procedimento de limpeza, os corpos de prova foram separados aleatoriamente em 10 grupos (n=10). Foram utilizados cinco sistemas adesivos, um do tipo convencional (controle) e quatro autocondicionantes, os quais estão descritos na Tabela 1;

Tabela 1. Composição dos sistemas adesivos utilizados.

SISTEMA ADESIVO	CLASSIFICAÇÃO	COMPOSIÇÃO	FABRICANTE
Adper Single Bond (Controle)	Convencional (Frasco único)	Bis-GMA HEMA Água Álcool Ácido Polialquênico Copolímero ácido	3M ESPE, MN, EUA Lote: 3HR
Tyrian SPE + One Step Plus	Autocondicionante	Ácido 2-acrilamido-2-metil propanosulfúrico Bisfosfato Álcool ONE STEP PLUS: Bi-fenil dimetacrilato Hidroxietil metacrilato Acetona	BISCO inc, IL, EUA Lote: 0200010400
Clearfil SE Bond	Autocondicionante	Bis-GMA MPD HEMA Dimetacrilato hidrofóbico Sílica coloidal Água Canforoquinona	Kuraray Osaka, Japão Lote: 352
One up Bond F	Autocondicionante	MAC-10 – monômero adesivo Alumínio silicato de vidro Água Fotoiniciador 1 Fotoiniciador 2	Tokuyama Tokyo, Japão Lote: 566 M1
Adper Prompt L- Pop	Autocondicionante	Bis-GMA HEMA Ácido Polialquênico Água Canforoquinona	3M ESPE MN, EUA Lote: L5 133961



Figura 1. Sistema Adesivo Adper Single Bond

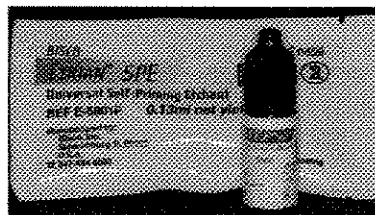


Figura 2. Sistema Adesivo Tyrian SPE, Tyrian SPE Unidose e Adesivo One Step Plus



Figura 3. Sistema Adesivo Clearfil SE Bond, *Primer* e Adesivo.



Figura 4. Sistema Adesivo One Up Bond F. Frasco A e B



Figura 5. Blister unidose do sistema adesivo Adper Prompt L-Pop

Para cada sistema adesivo existiram dois grupos experimentais. Um em que o sistema adesivo foi aplicado de forma passiva (P), ou seja, durante o tempo de espera preconizado por cada fabricante previamente a fotoativação, o adesivo foi mantido

intacto, em repouso. E outro onde o sistema de união foi aplicado de forma ativa (A), onde, durante o tempo de espera preconizado por cada fabricante, o sistema adesivo foi repetidamente aplicado e esfregado contra a superfície do esmalte até que o tempo de espera cessasse e que a fotoativação fosse completada, conforme descrito na Tabela 2;

Tabela 2: Divisão dos grupos experimentais e respectivos tratamentos realizados:

GRUPOS	CONDICIONAMENTO ÁCIDO	SISTEMA ADESIVO	FORMA DE APLICAÇÃO DO SISTEMA ADESIVO	COMPÓSITO
G1 (controle)	Ácido Fosfórico 35%	Adper Single Bond	Passiva	Filtek Z-250
G2 (controle)	Ácido Fosfórico 35%	Adper Single Bond	Ativa	Filtek Z-250
G3	-	Tyrian SPE	Passiva	Filtek Z-250
G4	-	Tyrian SPE	Ativa	Filtek Z-250
G5	-	Clearfil SE Bond	Passiva	Filtek Z-250
G6	-	Clearfil SE Bond	Ativa	Filtek Z-250
G7	-	One up bond F	Passiva	Filtek Z-250
G8	-	One up bond F	Ativa	Filtek Z-250
G9	-	Adper Prompt L-pop	Passiva	Filtek Z-250
G10	-	Adper Prompt L-pop	Ativa	Filtek Z-250

Para o grupo Controle, os dentes foram condicionados com ácido fosfórico 35% (3M ESPE) durante 30 segundos (*total-etch technique*) (FUSAYAMA, 1990), lavados com spray de água por 15 segundos e secos com papel absorvente, sem exercer pressão sobre a superfície condicionada. Feito isso, o sistema adesivo Adper Single Bond foi aplicado segundo as recomendações do fabricante para o grupo experimental 1 (Controle passivo) de forma passiva, ou seja, o sistema adesivo foi aplicado e permaneceu em repouso até que o tempo de espera prévio a fotoativação preconizado pelo fabricante tivesse sido alcançado. O mesmo procedimento foi realizado para o grupo 2 (Controle ativo), entretanto, o adesivo foi aplicado de forma ativa, ou seja, durante o tempo de espera prévio a fotoativação, que é recomendado pelo fabricante, novas camadas de sistema de união eram aplicadas.

Para os demais grupos, os dentes receberam diretamente a aplicação de cada sistema adesivo (Clearfil SE Bond, One up Bond F, Tyrian SPE, Adper Prompt-L pop) segundo as recomendações de cada fabricante, de forma que cada sistema adesivo

foi aplicado de maneira passiva e ativa, assim como descrito para os grupos Controle. A descrição completa da forma de aplicação de cada sistema de união utilizado nesse estudo se encontra na Tabela 3.

Tabela 3: Modo de aplicação dos sistemas de união auto-condicionantes avaliados.

GRUPO	PROTOCOLO DE APLICAÇÃO
Adper Single Bond	▪ Condicionamento com ácido fosfórico a 35% por 30 segundos na superfície do esmalte ▪ Enxágüe com spray de água por 15 segundos ▪ Remoção do excesso de umidade com papel absorvente ▪ Aplicação de duas camadas consecutivas do sistema de união Adper Single Bond ▪ Leve jato de ar para volatilização do solvente ▪ Fotoativação por 10 segundos
Tyrian SPE	▪ Ativar o sistema unidose, agitando o blister e pressionando a tampa até o fim ▪ Aplicar 2 camadas de <i>primer</i> sobre a superfície do esmalte seca ▪ Esperar 20 segundos ▪ Agitar o frasco do adesivo One Step Plus (Acompanha o sistema Tyrian SPE) ▪ Aplicar 2 camadas de adesivo sobre o <i>primer</i> ▪ Leve jato de ar para volatilização do solvente ▪ Fotoativação por 10 segundos
Clearfil SE Bond	▪ Secagem da superfície do esmalte ▪ Aplicação do <i>primer</i> por 20 segundos, com auxílio de pincel tipo <i>microbrush</i> ▪ Leve jato de ar para volatilização do solvente ▪ Aplicação do agente adesivo ▪ Fotoativação por 10 segundos.
One Up Bond F	▪ Secagem da superfície do esmalte ▪ Misturar 1 gota do líquido A com 1 gota do líquido B no recipiente apropriado a este fim fornecido pelo fabricante ▪ Aplicar sobre a superfície do esmalte ▪ Esperar 20 segundos ▪ Fotoativação por 10 segundos
Adper Prompt L-Pop	▪ Secagem da superfície do esmalte ▪ Compressão do compartimento 1 (amarelo) da embalagem para liberação do líquido em direção ao compartimento 2 (vermelho) (vide Figura 6) ▪ Compressão do compartimento 2 (vermelho) para liberação da solução ácida em direção ao pincel tipo <i>microbrush</i> localizado no compartimento final 3 ▪ Aplicação da solução ácida por 15 segundos ▪ Leve jato de ar para volatilização do solvente ▪ Fotoativação por 10 segundos

Obs: Os grupos descritos acima são os grupos de aplicação passiva. Na aplicação ativa, onde houver tempo de espera, na etapa em destaque (), o adesivo/*primer* foi reaplicado constantemente, esfregando-o suavemente sobre a superfície do esmalte.

A resina composta Filtek Z-250 (Tabela 4), cor A2, foi aplicada em três camadas uniformes, acomodadas uma sobre a outra, possuindo 1mm de espessura cada camada, com o auxílio de uma espátula no. 1, sendo fotoativada cada uma por 40 segundos perpendicularmente a face da resina, com um fotoativador Optilux Demetron 500 (Kerr), que apresentou uma intensidade de luz média de 600 mW/cm². Produziu-se assim um “bloco” de resina composta de 6mm de comprimento, 3mm de largura e 3mm de altura final sobre a área adesiva (6x3x3) (Figura 6).

Tabela 4: Composição da resina composta utilizada.

RESINA COMPOSTA	CLASSIFICAÇÃO	COMPOSIÇÃO	FABRICANTE
Filtek Z-250	Microhíbrida	Zircônia Sílica Bis-GMA UDMA Bis-EMA	3M ESPE, MN, USA Lote: 3YG

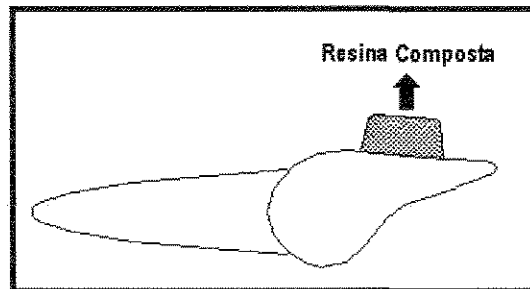


Figura 6. Confeção da restauração em forma de “bloco” em compósito.

Os dentes restaurados foram seccionados na junção cimento-esmalte, separando a porção coronária da raiz, com discos diamantados dupla face (KGSorensen), em baixa rotação.

4.1.3) OBTENÇÃO DOS ESPÉCIMES PARA O TESTE DE MICROTRAÇÃO:

As coroas de cada dente foram fixadas com cera pegajosa (Kerr), em um suporte acrílico para que pudessem ser adaptadas a máquina de cortes seriados (Isomet 1000). Utilizando discos de diamante (Extec 102 X 0,3 X 12,7 mm), girando em velocidade de 300 rpm e com irrigação de água, foram realizados cortes seriados, com espessura de 1,0mm, nos sentidos méso-distal e cérvico-incisal, com o cuidado de não separar as "fatias" da base fixada com cera pegajosa. Posteriormente, as bases dos corpos-de-prova foram seccionadas com discos diamantados dupla face (KGSorensen), obtendo-se assim vários espécimes em forma de "palito" com uma área de secção transversal de aproximadamente 1,0mm². As amostras foram armazenadas em frascos do tipo ependorf, identificados pelo número do dente e do grupo experimental, em estufa, imerso em água destilada, a 37°C, por um período de 24h.

4.1.4) ENSAIO MECÂNICO:

Os espécimes foram individualmente fixados ao dispositivo para ensaio de microtração (MT-JIG – Processo de Patente FAPESP No. 02/07393-3) (Figura 7) utilizando-se um adesivo a base de cianoacrilato (Super Bonder Gel) pelas suas extremidades, de modo a posicionar a área de união perpendicularmente ao longo eixo da força de tração. O dispositivo conta com matrizes individuais bipartidas de acrílico onde cada espécime é fixado. Cada matriz foi posicionada a estrutura do dispositivo que é composto por uma base fixa e uma porção superior móvel, a qual desliza com a tração feita através da máquina de ensaio universal (EMIC DL 500), onde a velocidade de avanço da cabeça foi ajustada para 0,5mm/min. (Figura 8).

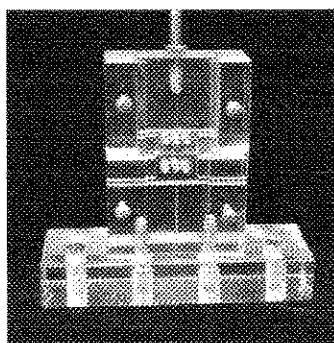


Figura 7. Aparato de microtração MT-JIG. Processo FAPESP no. 02/07393-3.

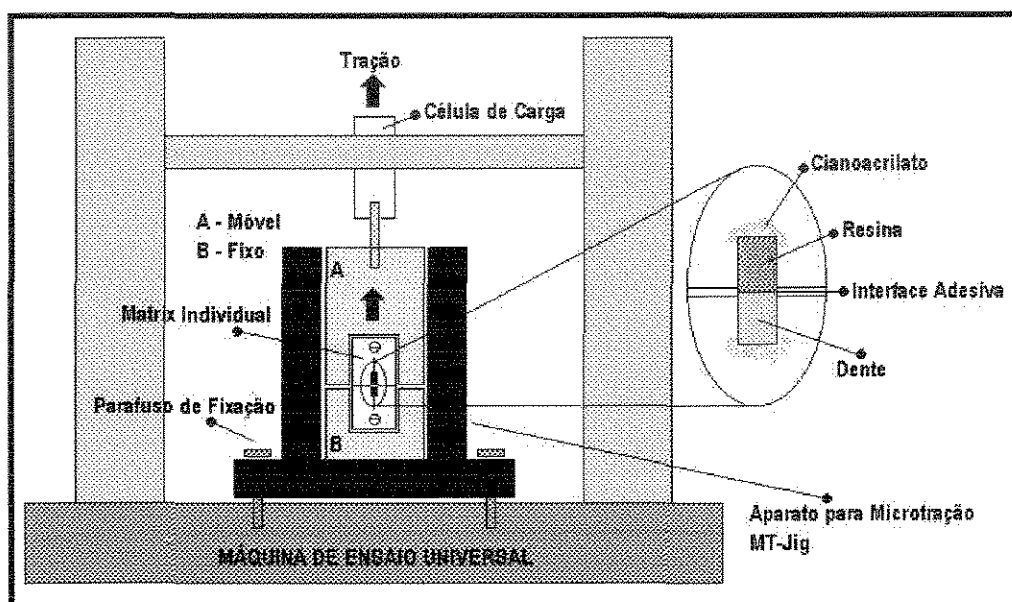


Figura 8. Esquema do ensaio de microtração.

Durante todo o teste, o ensaio foi monitorado por um programa de computador (MT Test) que apresenta na tela um gráfico representando a carga em função do deslocamento. No momento da fratura, o movimento cessava imediatamente e os dados eram coletados e impressos para posterior cálculo e análise.

As duas porções fraturadas eram removidas e a área transversal correspondente a fratura foi medida com o auxílio de um paquímetro de leitura digital. O valor da área obtida foi expresso em cm^2 e o valor da carga em kgf. Os valores finais da resistência adesiva foram expressos em MPa.

O padrão de fratura da interface adesiva foi avaliado em lupa estereoscópica (MEJI-2000) em um aumento de 40X e classificado dentre quatro padrões predominantes: fratura adesiva (tipo I – fratura em que a porção resinosa se desprende totalmente da estrutura de esmalte, sem remanescentes de um sobre o outro), coesiva em esmalte (tipo II – fratura ocorre na estrutura de esmalte e a união entre a resina e o dente se mantém), coesiva em resina (tipo III – fratura ocorre na porção da resina composta e a união entre a resina e o dente se mantém) e mista (tipo IV – fratura ocorre tanto no esmalte como na resina composta, verificando-se remanescentes destes, um sobre a outra estrutura) (GLASSPOOLE, ERICKSON & DAVIDSON, 2001)

4.1.5) ANÁLISE DOS RESULTADOS:

Os valores de resistência de união foram submetidos à análise de variância (two-way ANOVA) e Teste de Tukey.

4.2) PREPARO DOS ESPÉCIMES PARA OBSERVAÇÃO EM MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA (MEV):

4.2.1) PREPARO DOS ESPÉCIMES:

Foram utilizados 45 dentes bovinos, sendo realizados os procedimentos de limpeza assim como já descrito na metodologia para microtatação. Da mesma maneira, o esmalte foi desgastado utilizando-se máquina Politriz (Maxigrind) e empregando discos de lixa de óxido de alumínio de granulação #600 (PERDIGÃO *et al.*, 1997), com irrigação de água. Cada grupo experimental contou com 5 amostras para análise em MEV. Para os grupos 1 e 2 (controles), cinco dentes foram condicionados com ácido fosfórico 35% por 30 segundos, lavando com spray de água por 15 segundos e secos com jatos de ar. Para os sistemas adesivos autocondicionantes, foram utilizados cinco dentes para cada grupo experimental, seguindo os tratamentos como descrito na Tabela 2. Cada sistema adesivo foi, portanto, aplicado de forma passiva e ativa. Feito isso, o espécime foi lavado com

água destilada deionizada por 15 segundos, lavado com acetona por 10 segundos e seco com jatos de ar para que o *primer* fosse removido e pudesse ser visualizado apenas o padrão de condicionamento obtido (GLASSPOOLE, ERICKSON & DAVIDSON, 2001).

As amostras foram fixadas em *stubs* com fita adesiva de carbono para a realização da metalização em metalizador "Super Cool" modelo SCD 050 (Balzers).

As amostras preparadas foram então levadas ao microscópio eletrônico de varredura JEOL 5600 LV (Scanning Electroning Microscope). Fotomicrografias digitais foram captadas em magnitudes de 3000 e 5000X e armazenadas em arquivo de computador (GLASSPOOLE, ERICKSON & DAVIDSON, 2001).

5) RESULTADOS:

5.1) MICROTRAÇÃO:

A análise dos resultados demonstram que a aplicação do sistema de união Adper Single Bond de forma ativa, ou seja, sendo continuamente re-aplicado durante o tempo de espera prévio a fotoativação apresentou valores de resistência à união estatisticamente superiores aos do mesmo adesivo de forma passiva, isto é, mantido em repouso. O mesmo se verifica para o sistema adesivo autocondicionante One Up Bond F.

Para os demais adesivos (Tyrian SPE, Clearfil SE Bond e Adper Prompt-L-Pop) a forma de aplicação não possui influência sobre os resultados de resistência à união por microtração. Quando comparados entre si, observa-se que os adesivos *self-etching* apresentam resultados similares ao grupo controle (Adper Single Bond), exceto os grupos Tyrian SPE (ativa), One Up Bond F (passiva) e Promp-L-Pop (ativa) que apresentam resultados inferiores. Os valores de união em MPa podem ser vistos na Tabela 5 e Figura 9.

Tabela 5. Resultados do teste de resistência à união por microtração. Média e Desvio Padrão expressos em MPa.

SISTEMA DE UNIÃO	FORMA DE APLICAÇÃO	MÉDIA (MPa)	DESVIO PADRÃO (MPa)	$\alpha = 0,05$
G1 - Adper Single Bond	Passiva	10,86	3,50	Ba
G2 - Adper Single Bond	Ativa	13,39	1,24	Aa
G3 - Tyrian SPE	Passiva	9,17	3,19	Aab
G4 - Tyrian SPE	Ativa	8,21	3,88	Abc
G5 - Clearfil SE Bond	Passiva	8,58	2,46	Aab
G6 - Clearfil SE Bond	Ativa	10,23	3,58	Aabc
G7 - One Up Bond F	Passiva	6,24	1,61	Bb
G8 - One Up Bond F	Ativa	11,90	2,12	Aab
G9 - Adper Prompt-L-Pop	Passiva	7,97	0,91	Aab
G10 - Adper Prompt-L-Pop	Ativa	7,22	2,05	Ac

Letras maiúsculas representam a comparação entre técnicas e minúsculas comparação entre os adesivos

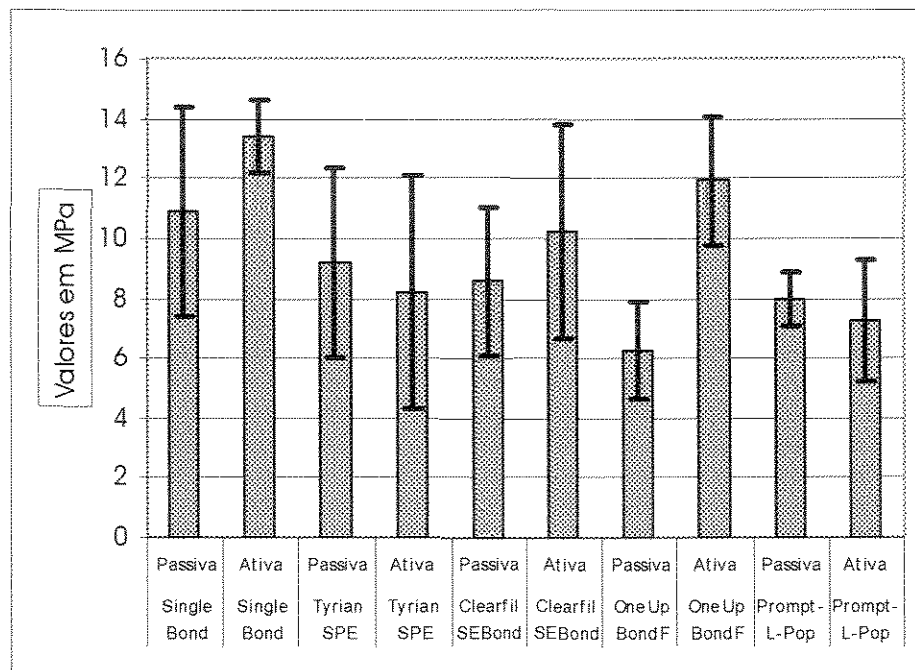


Figura 9. Ilustração gráfica das médias e desvios padrão do teste de resistência à união por microtração.

5.2) PADRÃO DE FRATURA:

O padrão de fratura observado na interface adesiva dos espécimes foi avaliado em lupa estereoscópica (MEIJ-2000) em um aumento de 40X e classificado dentre quatro padrões predominantes: fratura adesiva (tipo I – fratura em que a porção resinosa se desprende totalmente da estrutura de esmalte, sem remanescentes de um sobre o outro), coesiva em esmalte (tipo II – fratura ocorre na estrutura de esmalte e a união entre a resina e o dente se mantém), coesiva em resina (tipo III – fratura ocorre na porção da resina composta e a união entre a resina e o dente se mantém) e mista (tipo IV – fratura ocorre tanto no esmalte como na resina composta, verificando-se remanescentes destes, um sobre a outra estrutura). Os resultados estão descritos, em porcentagem, na Tabela 6.

Tabela 6. Resultados da análise do padrão de fratura dos espécimes avaliados em microtração.

SISTEMA DE UNIÃO	FORMA DE APLICAÇÃO	TIPO DE FRATURA
Adper Single Bond	Passiva	100% - Adesiva
Adper Single Bond	Ativa	90% - Adesiva 10% - Coesiva em esmalte
Tyrian SPE	Passiva	100% - Adesiva
Tyrian SPE	Ativa	100% - Adesiva
Clearfil SE Bond	Passiva	97% - Adesiva 3% - Mista
Clearfil SE Bond	Ativa	95% - Adesiva 5% - Coesiva esmalte
One Up Bond F	Passiva	91% - Adesiva 9% - Mista
One Up Bond F	Ativa	98% - Adesiva 2% - Mista
Adper Prompt-L-Pop	Passiva	100% - Adesiva
Adper Prompt-L-Pop	Ativa	100% - Adesiva

5.3) PADRÃO DE CONDICIONAMENTO:

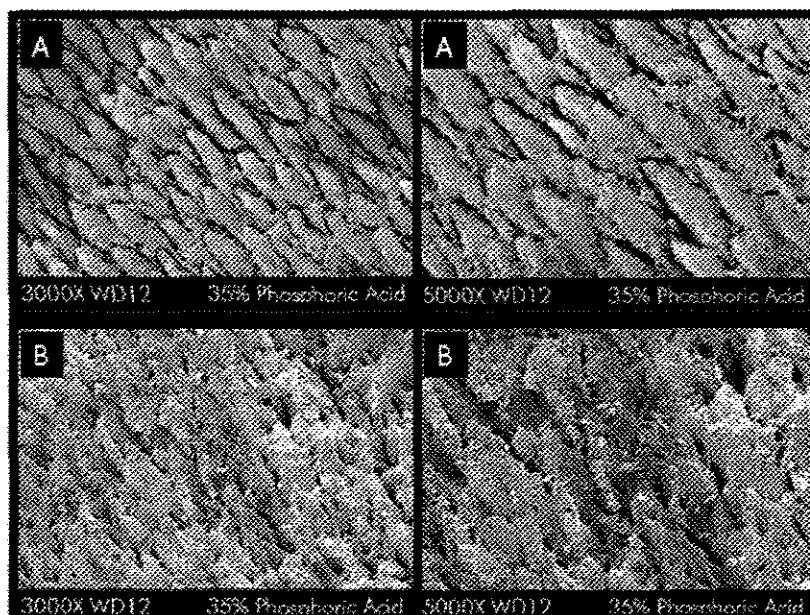


Figura 10. Fotografia em MEV mostrando a superfície do esmalte bovino abrasionado com lixa de óxido de alumínio #600 condicionado com ácido fosfórico à 35% por 30 segundos. **A)** Dissolução preferencial das bordas dos prismas do esmalte. **B)** Esmalte desmineralizado com aparência porosa e profunda provocada pela remoção mineral da região central dos prismas de esmalte.

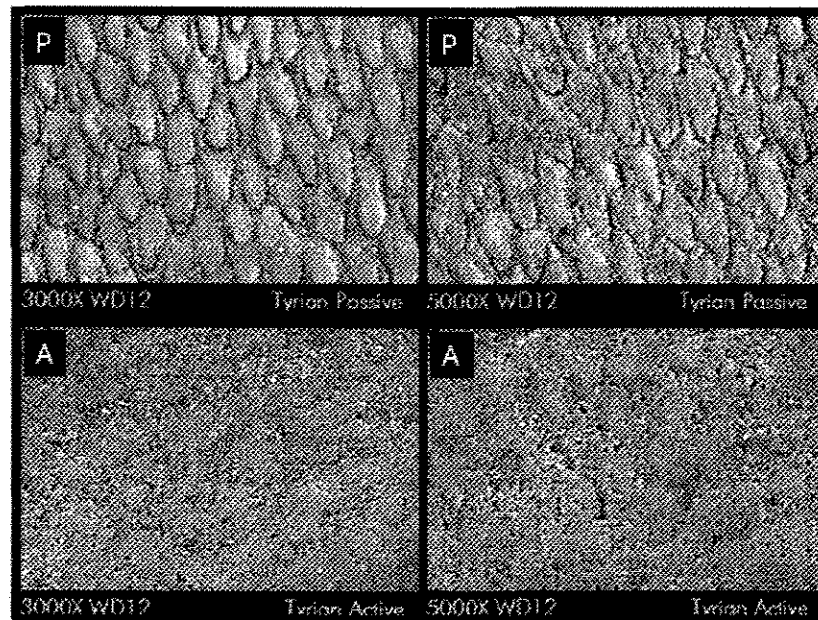


Figura 11. Fotografia em MEV mostrando a superfície do esmalte bovino abrasionado com lixa de óxido de alumínio #600 no qual foi utilizado o sistema de união Tyrian SPE de forma Passiva (**P**) e forma Ativa (**A**). Nota-se um padrão de condicionamento pouco profundo e diferente do obtido com o grupo Controle.

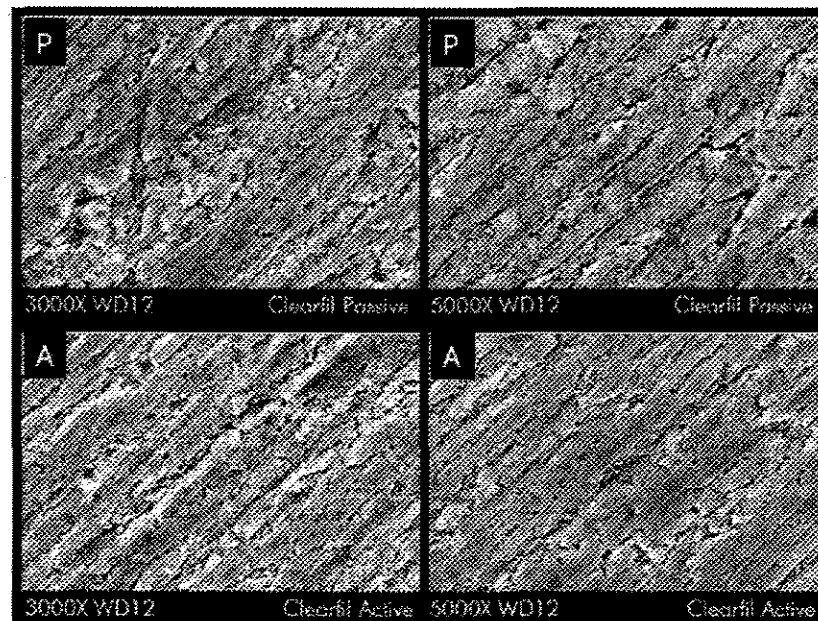


Figura 12. Fotografia em MEV mostrando a superfície do esmalte bovino abrasionado com lixa de óxido de alumínio #600 no qual foi utilizado o sistema de união Clearfil SE Bond de forma Passiva (**P**) e forma Ativa (**A**). As imagens exibem um padrão próximo ao obtido com uso de ácido fosfórico, embora menos agressivo em termos de desmineralização do esmalte.

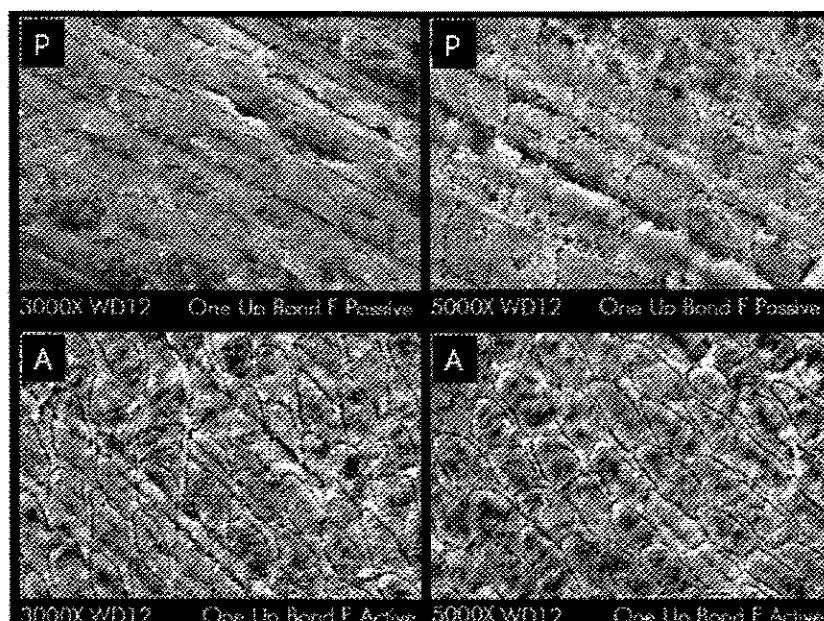


Figura 13. Fotografia em MEV mostrando a superfície do esmalte bovino abrasionado com lixa de óxido de alumínio #600 no qual foi utilizado o sistema de união One Up Bond F de forma Passiva (**P**) e forma Ativa (**A**). Verifica-se que o modo ativo de aplicação do agente de união proporciona um melhor padrão de condicionamento da estrutura do esmalte.

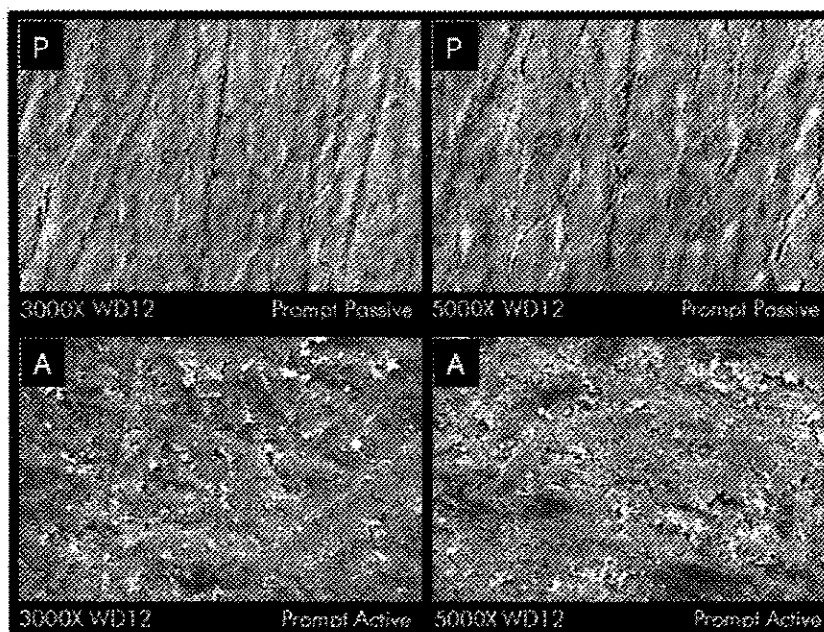


Figura 14. Fotografia em MEV mostrando a superfície do esmalte bovino abrasionado com lixa de óxido de alumínio #600 no qual foi utilizado o sistema de união Adper Prompt L-Pop de forma Passiva (**P**) e forma Ativa (**A**). O sistema de união exibiu padrão de condicionamento diferente a depender da forma de aplicação do mesmo, e ambos pouco próximos ao obtido com o grupo Controle.

6) DISCUSSÃO:

O sucesso clínico de restaurações adesivas depende não só das características intrínsecas dos materiais envolvidos, como também de fatores externos relacionados, principalmente, ao substrato dentário ao qual se quer aderir. (VAN MEERBEEK *et al.*, 1998) A união ao esmalte tem se mostrado satisfatória visto que, por ser um tecido mineralizado com pequena quantidade de matéria orgânica e água, a união de substâncias hidrófobas como os adesivos resinosos é facilitada; assim, muitas vezes constata-se a ausência de microinfiltração em esmalte, independente do sistema adesivo em teste.

Primers autocondicionantes tem sido utilizados como mais uma alternativa clínica para obtenção de adesão à estrutura dental. São fáceis de usar e possuem um menor número de passos para sua aplicação. Como os *smear plugs* na dentina não são removidos antes da aplicação do sistema adesivo, uma possível redução na sensibilidade pós-operatória pode ser alcançada (PASHLEY & TAY, 2001).

Embora apresentem vantagens sobre os sistemas de união de frasco único, poucos estudos avaliaram o comportamento mecânico dos sistemas de união do tipo autocondicionantes em esmalte.

Neste estudo, o comportamento de quatro sistemas de união do tipo autocondicionantes (Tyrian SPE, Clearfil SE Bond, One Up Bond F e Adper Prompt L-Pop) foram comparados ao uso de um sistema convencional, de frasco único, que adota o condicionamento prévio com ácido fosfórico 35% (Adper Single Bond).

Hara *et al.*, em 1999 reportaram que o uso de sistemas autocondicionantes em esmalte abrasionado apresentam valores de resistência à união inferiores aos adesivos convencionais, que fazem o uso de condicionamento com ácido fosfórico 30-40% prévio. Por outro lado, outros estudos mostram que tais sistemas de união podem ser uma alternativa satisfatória ao uso de condicionamento ácido prévio em esmalte abrasionado (BLUNCK & ROULET, 1999; HANNIG, REINHARDT & BOTT, 1999).

O comprimento dos *tags* resinosos tem mostrado possuir pequena contribuição para a força de união entre a resina e o esmalte, a qual é principalmente atribuída à

habilidade da resina fluida em penetrar por entre os cristais e prismas do esmalte (KANEMURA, SANO & TAGAMI, 1999; SHIMADA *et al.*, 2002; SHINCHI, SOMA & NAKABAYASHI, 2000). Assim, a espessura da *hybrid-like layer* parece possuir pouca influência na adesão entre resina e esmalte (SHIMADA *et al.*, 2002).

Os sistemas autocondicionantes são soluções hidrófilas efetivas em penetrar na superfície dentinária. O efeito do condicionamento que estes sistemas efetuam está correlacionado a monômeros ácidos ou soluções ácidas orgânicas (por exemplo, éster fosfato e ácido carboxílico) que interagem com o componente mineral dos dentes e permitem a penetração do monômero (TOLEDANO *et al.*, 2001).

A qualidade do condicionamento do esmalte é dependente da concentração do ácido usado, tempo e tipo da estrutura do esmalte (CEHRELI & ALTAY, 2000). Além disso, a agressividade do ácido está relacionada na sua constante de dissociação (pKa). Os sistemas autocondicionantes são compostos por monômeros ácidos polimerizáveis contendo o ácido fosfórico mono ou diéster como grupo funcional (HANNING *et al.* 1999; PASHLEY & TAY, 2001). Assim, um ou dois átomos de hidrogênio do ácido fosfórico são substituídos por, no mínimo, um grupo metacrilato. Com isto, a capacidade de dissociação do ácido diéster fosfórico é menor do que quando comparada com o ácido fosfórico e, assim, é considerado um ácido mais fraco. A água que é o componente essencial para a ionização dos ácidos, é a única presença comum entre os quatro sistemas adesivos estudados. O sistema Adper Prompt L-Pop apresenta um conteúdo de monômero ácido monoéster superior ao diéster, e pH = 0,8, que foi relativamente baixo para produzir uma dissolução seletiva nas superfícies do esmalte que permitissem uma melhor retenção mecânica da resina fluida (Figura 14) (KANEMURA *et al.*, 1999; HANNING *et al.*, 1999). Por outro lado, o sistema Clearfil SE Bond, que é composto apenas pelo monoéster do ácido fosfórico (MDP), apresenta um pH maior e produziu apenas uma suave desmineralização da superfície do esmalte (Figura 12). Os resultados desse estudo estão de acordo com relatos prévios (KANEMURA *et al.*, 1999; HANNING *et al.*, 1999).

Neste estudo, nenhum dos sistemas autocondicionantes avaliados produziu um padrão de condicionamento, em esmalte, equivalente ao obtido com a aplicação de ácido fosfórico a 35% por 30 segundos, que se mostra bastante propício a reter os

materiais resinosos subseqüentes à técnica restauradora adesiva (Figura 10). Tal resultado esta de acordo com relato prévio (KANEMURA, SANO & TAGAMI, 1999).

Teoricamente, o grau de desmineralização do sistema Clearfil SE Bond deveria ser no mínimo similar ao dos adesivos tipo *all-in-one*. Uma possível explicação poderia ser a diferença na concentração dos ésteres ácidos contidos nos sistemas. Enquanto que o sistema Adper Prompt L-Pop possui concentração de aproximadamente 80% de ésteres do ácido fosfórico, o sistema Clearfil SE Bond apresenta de 25 a 30% (PASHLEY & TAY, 2001).

Fundamentado na capacidade de dissolver a *smear layer*, de desmineralizar a dentina e no grau de acidez dos sistemas autocondicionantes, estes podem ser classificados em suave, moderado ou agressivo (PASHLEY & TAY, 2001). O grau de desmineralização foi fator importante para a adequada penetração da resina fluida no interior da área condicionada do esmalte e, esta condição, se mostrou dependente da acidez de cada sistema avaliado neste estudo (PASHLEY & TAY, 2001).

A relação entre a agressividade de desmineralização e os valores de resistência à união por microtração alcançada por sistemas adesivos do tipo autocondicionantes em esmalte também foram constatadas em outras pesquisas (KANEMURA *et al.*, 1999; PASHLEY & TAY, 2001). Nesses trabalhos, os valores obtidos pelos sistemas autocondicionantes se mostraram estatisticamente inferiores quando comparados a um sistema adesivo que utiliza condicionamento prévio com ácido fosfórico. Neste estudo, os resultados encontrados apontam que os sistemas Tyrian SPE (P), Clearfil SE Bond (P) e (A), One Up Bond F (A) e Adper Prompt L-Pop (P) foram estatisticamente semelhantes ao grupo Controle, no qual o sistema adesivo Adper Single Bond foi utilizado pela técnica do condicionamento ácido total.

De acordo com os resultados obtidos, o sistema de união do tipo frasco único Adper Single Bond apresentou resultados de resistência à união por microtração estatisticamente superiores quando aplicado de forma ativa, ou seja, continuamente re-aplicado e friccionado suavemente ao substrato do esmalte durante o tempo de espera prévio à fotoativação. Tal fato pode estar relacionado não só a uma maior quantidade de adesivo dispensada ao substrato condicionado pelo ácido fosfórico,

mas também pela possível promoção de uma volatilização dos solventes maior do que a obtida quando o adesivo é mantido em repouso.

Para os sistemas autocondicionantes avaliados, apenas o sistema One Up Bond F apresentou diferença nos resultados em dependência da forma de aplicação, a forma ativa mostrou-se estatisticamente mais eficaz em termos de resistência a união. As imagens de microscopia eletrônica de varredura (Figura 13) podem auxiliar na confirmação deste resultado. Verifica-se um padrão de condicionamento mais irregular e similar ao obtido com o uso de ácido fosfórico 30-40% em esmalte quando o sistema One Up Bond F foi aplicado de forma ativa, padrão bastante diferente do encontrado quando o mesmo adesivo foi utilizado de forma passiva, podendo-se observar uma menor agressividade de desmineralização do esmalte. Nesse caso, a re-aplicação e a fricção do adesivo sobre o esmalte parece produzir um substrato mais propício a união com materiais adesivos.

Diferentemente, o sistema Clearfil SE Bond apresenta padrões do condicionamento da estrutura do esmalte similares quando aplicado de forma passiva ou ativa. Compatível a esse resultado, não se verifica diferenças estatisticamente significativas nos valores de resistência à união para este sistema adesivo quando aplicado dessas duas diferentes formas. Com relação ao padrão de condicionamento, PASHLEY & TAY, em 2001, relataram que o sistema de união Clearfil SE Bond também apresentou um padrão discreto quando comparado ao grupo controle, o que está de acordo com os achados deste estudo.

O sistema Tyrian SPE apresentou imagens diferentes frente às duas formas de aplicação, embora os valores de microtração sejam estatisticamente semelhantes, quando o fator modo de aplicação foi levado em consideração. O padrão observado na forma passiva de aplicação desse adesivo se mostra mais parecido ao obtido com o uso de ácido fosfórico 30-40%, o qual apresenta resultados efetivos em termos de união, ainda que a forma ativa exiba um aspecto poroso, potencialmente retentivo aos materiais adesivos. Deve-se ressaltar ainda que, quando os adesivos são comparados entre si, apenas a forma passiva de aplicação do Tyrian SPE foi estatisticamente similar ao grupo Controle, condicionado com ácido fosfórico, no que diz respeito aos resultados de resistência a união.

Ainda que o fabricante do sistema adesivo Adper Prompt L-Pop recomende a aplicação ativa do produto, os resultados desse estudo mostram que, apesar de ambas as formas serem estatisticamente similares quando o fator forma de aplicação e levado em consideração, a aplicação ativa se mostrou estatisticamente inferior à forma passiva quando os adesivos são comparados entre si. As fotografias de microscopia eletrônica de varredura são comprovativas desse dado. Mesmo apresentando um padrão de condicionamento de aspecto pouco retentivo, a forma passiva de aplicação parece exibir um melhor substrato a união de materiais resinosos ao esmalte do que quando o mesmo adesivo é aplicado de forma ativa. Diferindo dos achados por PASHLEY & TAY (2001), onde o sistema Prompt L-Pop, aplicado segundo recomendações do fabricante, exibiu um padrão de condicionamento próximo ao obtido com ácido fosfórico pela técnica do condicionamento ácido total. Tal diferença pode ser justificada pela recente alteração na composição química do adesivo, proposta pelo fabricante no ano de 2003 e, por esta razão, embora o nome comercial do produto se mantenha, a composição química não é a mesma nos dois casos. O adesivo previamente ao ano de 2003 era composto por: Água, Ésteres do ácido fosfórico, Estabilizador, e Parabenes. A composição química atual do produto, o qual foi utilizado nesse estudo, é Bis-GMA, HEMA, Ácido Polialquenóico, Água e Canforoquinona. A primeira versão do adesivo continha derivados do ácido fosfórico em sua fórmula, o que pode estar relacionado ao padrão de condicionamento similar ao obtido com o grupo controle (ácido fosfórico pela técnica do condicionamento ácido total), ao passo que a versão utilizada neste estudo possuía um ácido orgânico em sua composição química (ácido polialquenóico), e por essa alteração, se explica a diferença encontrada nos padrões de condicionamento do esmalte entre o adesivo Adper Prompt L-Pop e o uso de ácido fosfórico 35% por 30 segundos.

Apesar dos valores mais altos de resistência à união serem alcançados pelo sistema de condicionamento ácido total com o adesivo Adper Single Bond, a análise das superfícies fraturadas após o teste de microtração revelou que este sistema apresenta predominância no padrão de fratura tipo I (adesiva). A alta agressividade do ácido fosfórico a 30-40% produz um padrão profundo e complexo de dissolução interprismática, que não é totalmente preenchido pelos monômeros resinosos (SHINCHI

et al., 2000). Esse fenômeno é especialmente observado na base da camada híbrida e, provavelmente, consiste no elo mais fraco entre o esmalte e o material restaurador. Certamente, essa diferença encontrada se deve a sensibilidade do método de avaliação de fratura utilizado, ou seja, uma análise por microscopia eletrônica de varredura permite uma maior precisão na análise da localização exata das fraturas, principalmente na detecção de fraturas mistas (GLASSPOOLE, ERICKSON & DAVIDSON, 2001).

Baixos valores de resistência à união foram encontrados nesse estudo, principalmente para os adesivos autocondicionantes avaliados. Em um trabalho conduzido por KANEMURA, SANO & TAGAMI, em 1999, os adesivos autocondicionantes Clearfil Liner Bond II (Kuraray) (19.4 (3.6) MPa) e Tokuso Mac Bond II (Tokuso) (18.4 (4.0) MPa) obtiveram menor resistência à união em esmalte humano intacto do que os adesivos One Step (Bisco) e Single Bond (3M/ESPE), que fizeram uso de condicionamento prévio com ácido fosfórico. A análise de microscopia revelou que o padrão de condicionamento dos *primers* autocondicionantes não foi profundo o suficiente para obtenção de uma boa penetração da resina adesiva quando aplicadas sobre a estrutura de esmalte intacta, diferentemente do uso do ácido fosfórico, assim como encontrado nesse estudo. Valores de resistência à união por microtração em esmalte em torno de 11 MPa também foram encontrados por PASHLEY & TAY em 2001, onde foram estudados, entre outros adesivos, os sistemas autocondicionantes Clearfil Mega Bond e Prompt L-Pop.

Nesse estudo, dentre os sistemas autocondicionantes avaliados, observa-se que estes podem ser divididos em sistemas de aplicação única ou de dois passos de aplicação: One Up Bond F, Adper Prompt L-Pop; e, Tyrian SPE, Clearfil SE Bond, respectivamente. TOLEDANO *et al.*, 2001 observaram que sistemas de aplicação única obtiveram menores médias de resistência ao cisalhamento quando comparados aos sistemas autocondicionantes de dois passos de aplicação. Nesse estudo, os adesivos, quando comparados entre si, não apresentaram diferenças estatísticas significantes.

Os sistemas autocondicionantes apresentam características altamente hidrófilas, e, conseqüentemente, são mais susceptíveis à degradação hidrolítica (TAY *et al.*, 2002). Assim, para que tais sistemas possam ser considerados uma alternativa viável aos

sistemas convencionais, se faz necessário que sua capacidade de promover uma união estável e duradoura, independente do substrato, seja de fato comprovada (GLASSPOOLE, ERICKSON & DAVIDSON, 2001).

Assim, os sistemas de união autocondicionantes, se mostram como uma alternativa clínica promissora em termos de retenção dos materiais adesivos, quando comparados aos sistemas convencionais de frasco único, que utilizam a técnica do condicionamento ácido total. Entretanto, novos estudos precisam ser realizados para que se descreva com exatidão como a composição química desses monômeros ácidos presentes nas fórmulas destes adesivos se comportam frente a técnica de aplicação em esmalte (passiva ou ativa), permitindo assim que melhores performances mecânicas sejam alcançadas.

7) CONCLUSÃO:

De acordo com as condições e materiais empregados neste estudo e com base nos resultados e posterior análise estatística, pode-se concluir que:

- Os sistemas adesivos do tipo autocondicionantes avaliados obtiveram valores de resistência à união similares ao grupo Controle (adesivo tipo frasco único aplicado após o condicionamento com ácido fosfórico), exceto para o adesivo Tyrian SPE aplicado de forma ativa, One Up Bond F aplicado de forma passiva e Adper Prompt L-Pop aplicado de forma ativa que apresentaram resultados inferiores.
- Quando os sistemas de autocondicionantes são comparados entre si, observa-se que todos os adesivos avaliados apresentam comportamento similares em relação à resistência à microtração, exceto ao adesivo Adper Prompt L-Pop aplicado de forma ativa.
- Para o sistema adesivo Adper Single Bond (frasco único) a forma de aplicação do tipo ativa apresentou comportamento superior à forma passiva em termos de resistência à união, assim como para o adesivo autocondicionante One Up Bond F, onde a forma ativa de aplicação também se mostrou mais efetiva.
- A forma de aplicação (ativa ou passiva) não influi nos valores de resistência à união para os sistemas adesivos Tyrian SPE, Clearfil SE Bond e Adper Prompt L-Pop.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. Armstrong, S.; Boyer, D.; Keller, J. Microtensile bond strength testing and failure analysis of two dentin adhesives. **Dent Mat**, Washington, 1998; 14: 44-50.
2. Barkmeier, W.W.; Los, S.A.; Triolo, P.T. Bond strength and SEM evaluation of Clearfil Liner Bond 2. **Am J Dent**, San Antonio, 1995; 8: 289-293.
3. Blunck, U.; Roulet, J.F. Marginal adaptation of compomer Class V restorations in vivo. **J Adhes Dent**, Berlin, 1999; 1: 143-151.
4. Brännström, M.; Nybörg, H. Cavity treatment with a microbicidal fluoride solution. Growth of bacteria and effect on the pulp. **J Prosthet Dent**, St Louis, 1973; 30(3): 303-310.
5. Buonocore, M.G. Simple method of increasing the adhesion of acrylic filling materials to enamel surface. **J Dent Res**, Washington, 1955; 34: 849-853.
6. Buonocore, M.G.; Wileman, W.R.; Brudevold, F. A report on a resin composition capable of bonding to human dentin surfaces. **J Dent Res**, Washington, 1956; 35(6): 846-851.
7. 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 Mat**, Washington, 1998; 14: 394-8.
8. Cehreli, Z.C.; Altay, N. Effects of a nonrinse conditioner and 17% ethylenediaminetetraacetic acid on the etch pattern of intact human permanent enamel. **Angle Orthodont**. 2000; 70: 22-7.

9. Ferrari, M.; Davidson, C.L. In-vivo resin-dentin interdiffusion and tag formation with lateral branches of two adhesive systems. **J Prosthet Dent**, St Louis, 1996; 76: 250-3.
10. Ferrari, M.; Goracci, G.; Garcia-Godoy, F. Bonding mechanism of three "one-bottle" systems to conditioned and unconditioned enamel and dentin. **Am J Dent**, San Antonio, 1997; 10(5): 224-30.
11. Fusayama, T. Posterior adhesive composite resin: a historic review. **J Prosthet Dent**, St Louis, 1990; 64: 534-8.
12. Garcia-Godoy, F.; Gwinnett, A.J. Effect of etching times and mechanical pretreatment on the enamel of primary teeth: an SEM study. **Am J Dent**, San Antonio, 1991; 4: 115-8.
13. Glasspoole, E.A.; Erickson, R.L.; Davidson, C.L. Effect of enamel pretreatments on bond strength of compomer. **Dent Mat**, Washington, 2001; 17(5): 402-8.
14. Gordan, V.V.; Vargas, M.A.; Denehy, G.E. Interfacial ultrastructure of the resin-enamel region of three adhesive systems. **Am J Dent**, San Antonio 1998; 11(1): 13-6.
15. Gwinnett, A.J. Histologic changes in human enamel following treatment with acidic adhesive conditioning agents. **Arch. Oral Biol.** 1971; 16: 731-8.
16. Hannig, M.; Reinhardt, K.J.; Bott, B. Self-etching primer vs. Phosphoric acid: an alternative concept for composite-to-enamel bonding. **Oper Dent**, Seattle 1999; 24: 172-80.
17. Hara, A.T.; Amaral, C.M.; Pimenta, L.A.F.; Sinhoreti, M.A. Shear bond strength of hydrophilic adhesive systems to enamel. **Am J Dent**, San Antonio, 1999; 12: 181-4.

18. Hayakawa, T.; Kikutake, K.; Nemoto, K. Influence of self-etching primer treatment on the adhesion of resin composite to polished dentin and enamel. **Dent Mat**, Washington 1998; 14(2): 99-105.
19. Kanemura, N.; Sano, H.; Tagami, J. Tensile bond strength to and SEM evaluation of ground and intact enamel surfaces. **J Dent**, Oxford, 1999; 27(7): 523-30.
20. Latta, M.A.; Barkmeier, W.W.; Triolo, P.T.; Cavel, W.T.; Blankenau, R.J. One year clinical evaluation of the Clearfil Liner Bond 2 system. **J Dent Res**, Washington, 1997; 76:162 (Abstract #1186).
21. Miyazaki, M.; Sato, M.; Onose, H. Durability of enamel bond strength of simplified bonding systems. **Oper Dent**, Seattle, 2000; 25(2): 75-80.
22. Nakabayashi, N.; Kojima, K.; Masuhara, E. The promotion of adhesion by infiltration of monomers into tooth substrates. **J Biomedical Mat Res**, New York, 1982; 16(3): 265-73.
23. Ogata, M.; Harada, N.; Yamaguchi, S.; Nakajima, M.; Pereira, P.N.; Tagami, J. Effects of different burs on dentin bond strengths of self-etching primer bonding systems. **Oper Dent**, Seattle, 2001; 26(4): 375-82.
24. Pashley, D.H.; Tay, F.R. Aggressiveness of contemporary self-etching adhesives. Part II: etching effects on unground enamel. **Dent Mat**, Washington, 2001; 17(5): 430-44.
25. Perdigão, J.; Lambrechts, P.; Van Meerbeek, B.; Braem, M.; Yildiz, E.; Yucel, T.; Vanherle, G. The interaction of adhesive systems with human dentin. **Am J Dent**, San Antonio, 1996; 9:167-73.

26. Perdigão, J.; Lopes, L.; Lambrechts, P.; Leitão, J.; Van Meerbeek, B.; Vanherle, G. Effects of a self-etching primer on enamel shear bond strengths and SEM morphology. **Am J Dent**, San Antonio, 1997; 10(3): 141-6.
27. Phrukkanon, S.; Burrow, M.F.; Tyas, M.J. The influence of cross-sectional shape and surface area on the microtensile bond test. **Dent Mat**, Washington, 1998; 14: 212-21.
28. Retief, D.H. Effect of conditioning to enamel surface with phosphoric acid. **J Dent Res**, Washington, 1973; 52: 333-41.
29. Sano, H. Microporous dentin zone beneath resin-impregnated layer. **Oper Dent**, Seattle, 1994; 19: 59-64.
30. Schreiner, R.; et al. Microtensile testing of dentin adhesives. **Dent Mat**, Washington 1998; 14: 194-201.
31. Shimada, Y.; Senawongse, P.; Harnirattisai, C.; Burrow, M.F.; Nakaoki, Y.; Tagami, J. Bond strength of two adhesive systems to primary and permanent enamel. **Oper Dent**, Seattle, 2002; 27(4): 403-9.
32. Shinci, M.J.; Soma, K.; Nakabayashi, N. The effect of phosphoric acid concentration on resin tag length and bond strength of a photo-cured resin to acid-etched enamel. **Dent Mat**, Washington, 2000; 16(5): 324-9.
33. Silverstone, L.M. Fissure sealants: Laboratory studies. **Car. Res.** 1974; 8: 2-26.
34. Swift, E.J.; Jr, Bayne, S.C. Shear bond strength of a new one-bottle dentin adhesive. **Am J Dent**, San Antonio, 1997; 10(4): 184-8.
35. Swift, E.J.; PERDIGÃO, J.; HEYMANN, H.O. Bonding to enamel and dentin: A brief history and state of the art, 1995 **Quintessence Int**, Berlin, v.26, n.2, p.95-110, 1995.

36. Tay, F.R.; Pashley D.H.; Suh, B.I.; Carvalho, R.M.; Itthagarun, A. Single-step adhesives are permeable membranes. **J Dent**, Oxford, v.30, n.7-8, p.371-82, 2002.
37. Tittley, K.; Chernecky, R.; Maric, B.; Smith, D. Penetration of a dentin bonding agent into dentin. **Am J Dent**, San Antonio, 1994; 7: 190-4.
38. Toledano, M. *et al.* Influence of self-etching primer on the resin adhesion to enamel and dentin. **Am J Dent**, San Antonio, v.14, n.4, p.205-10, 2001.
39. Van Meerbeek, B.; Dhem, A.; Goret-Nicaise, M.; Braem, M.; Lambrechts, P.; Vanherle, G. Comparative SEM and TEM examination of the ultrastructure of the resin-dentin interdiffusion zone. **J Dent Res**, Washington 1993; 72: 495-501.
40. Van Meerbeek, B. *et al.* The clinical performance of adhesives. **J Dent**, Oxford, v.26, n.1, p.1-20, 1998.
41. Watanabe, I.; Nakabayashi, N.; Pashley, D.H. Bonding to ground dentin by a Phenyl-P self-etching primer. **J Dent Res**, Washington 1994; 73: 1212-20.
42. Xu, H.H.K. Dental composite resins containing silica-fused ceramic single-crystalline whiskers with various filler levels. **J Dent Res**, Washington, 1999; 78(7): 1304-11.

Anexo 1. Nome comercial, composição e fabricantes dos materiais restauradores utilizados.

Material	Composição	Fabricante e Lote
Single Bond	Bis-GMA HEMA Copolímero polialcenóico Álcool Água	3M ESPE St. Paul, MN, EUA Lote: 3HR Validade: 2004
Tyrian SPE	Ácido 2-acrilamido-2-metil propanosulfúrico Bisfosfato Álcool ONE STEP PLUS: Bi-fenil dimetacrilato Hidroxietil metacrilato Acetona	Bisco Inc. Schaumburg, IL, EUA Lote: 0200010400 Validade: 2004-10
Clearfil SE Bond	Bis-GMA MPD HEMA Dimetacrilato hidrofóbico Sílica coloidal Água Canforoquinona	Kuraray Osaka, Japão Lote: 352 Validade: 2006-07
One Up Bond F	MAC-10 – monômero adesivo Alumínio silicato de vidro Água Fotoiniciador 1 Fotoiniciador 2	Tokuyama Tokio, Japão Lote: 566 M1 Validade: 2005-12
Prompt L-Pop	Bis-GMA HEMA Ácido Polialquenóico Água Canforoquinona	3M ESPE St. Paul, MN, EUA Lote: L5 133961 Validade: 2004
Filtek Z-250	Bis-GMA UDMA Bis-EMA Carga mineral sintética de sílica e zircônia	3M ESPE St. Paul, MN, EUA Lote: 3YG Validade: 2004
Ácido Fosfórico 35%	Ácido Fosfórico 35% Espessante	3M ESPE St. Paul, MN, EUA Lote: 3BC Validade: 2004

Anexo 2. Resultados do ensaio de microtração originais.

Abreviaturas:

CP – Corpo de Prova

Med1 – Comprimento do Corpo de Prova

Med2 – Largura do Corpo de Prova

PC – Corpo de Prova Perdido na Cortadeira Metalográfica

Grupo 1: Single Bond aplicado de forma Passiva.

CP	OBS	Med1	Med2	Area	KgF	Fratura	Mpa	Grupo	KgFx10
6		0,91	0,9	0,819	0,51	adesiva	6,227106	1	5,1
		0,92	0,92	0,8464	0,41	adesiva	4,844045	1	4,1
		0,93	0,94	0,8742	0,53	adesiva	6,062686	1	5,3
		0,9	0,92	0,828	0,5	adesiva	6,038647	1	5
9		0,89	0,88	0,7832	0,82	adesiva	10,46987	1	8,2
		0,91	0,87	0,7917	0,91	adesiva	11,49425	1	9,1
		0,9	0,88	0,792	0,77	adesiva	9,722222	1	7,7
		0,92	0,92	0,8464	0,85	adesiva	10,04253	1	8,5
11		0,93	0,95	0,8835	1,66	adesiva	18,78891	1	16,6
		0,92	0,92	0,8464	1,77	adesiva	20,9121	1	17,7
		0,93	0,94	0,8742	1,59	adesiva	18,18806	1	15,9
		0,9	0,92	0,828	1,51	adesiva	18,23671	1	15,1
19		0,91	0,92	0,8372	1,58	adesiva	18,87243	1	15,8
		0,9	0,94	0,846	1,45	adesiva	17,13948	1	14,5
		0,91	0,92	0,8372	1,52	adesiva	18,15576	1	15,2
		0,9	0,93	0,837	1,57	adesiva	18,75747	1	15,7
22	PC			0				1	
	PC			0				1	
	PC			0				1	
	PC			0				1	
39		0,89	0,89	0,7921	1,12	adesiva	14,13963	1	11,2
		0,93	0,92	0,8556	1,05	adesiva	12,27209	1	10,5
		0,9	0,95	0,855	1,09	adesiva	12,74854	1	10,9
		0,9	0,92	0,828	1,1	adesiva	13,28502	1	11
58		0,89	0,91	0,8099	0,81	adesiva	10,00123	1	8,1
		0,91	0,9	0,819	0,87	adesiva	10,62271	1	8,7
		0,9	0,91	0,819	0,89	adesiva	10,86691	1	8,9
		0,91	0,89	0,8099	0,97	adesiva	11,97679	1	9,7
65		0,88	0,93	0,8184	0,91	adesiva	11,11926	1	9,1
		0,89	0,91	0,8099	0,99	adesiva	12,22373	1	9,9
		0,91	0,9	0,819	0,97	adesiva	11,84371	1	9,7
		0,9	0,91	0,819	1,03	adesiva	12,57631	1	10,3
66		0,91	0,9	0,819	1,46	adesiva	17,82662	1	14,6
		0,9	0,89	0,801	1	adesiva	12,48439	1	10
		0,89	0,91	0,8099	1,2	adesiva	14,81664	1	12
		0,91	0,9	0,819	1,15	adesiva	14,04151	1	11,5
95		0,89	0,91	0,8099	0,99	adesiva	12,22373	1	9,9

0,92	0,92	0,8464	1,25	adesiva	14,76843	1	12,5
0,89	0,87	0,7743	1,12	adesiva	14,46468	1	11,2

Grupo 2: Single Bond aplicado de forma Ativa.

CP	OBS	Med1	Med2	Area	KgF	Fratu	Mpa	Grupo	KgFx10
3		0,89	0,91	0,8099	1,33	adesiva	16,42178	2	13,3
		0,9	0,92	0,828	1,44	adesiva	17,3913	2	14,4
		0,9	0,93	0,837	1,42	adesiva	16,96535	2	14,2
		0,9	0,93	0,837	1,39	adesiva	16,60693	2	13,9
17		0,88	0,91	0,8008	1,16	adesiva	14,48551	2	11,6
		0,89	0,89	0,7921	1,01	adesiva	12,75092	2	10,1
		0,91	0,88	0,8008	1,06	adesiva	13,23676	2	10,6
		0,9	0,89	0,801	1,13	adesiva	14,10737	2	11,3
23		0,93	0,95	0,8835	1,25	adesiva	14,14827	2	12,5
		0,92	0,92	0,8464	1,27	adesiva	15,00473	2	12,7
		0,93	0,94	0,8742	1,33	adesiva	15,21391	2	13,3
		0,9	0,92	0,828	1,44	adesiva	17,3913	2	14,4
31		0,89	0,93	0,8277	1,01	adesiva	12,20249	2	10,1
		0,9	0,9	0,81	1,19	adesiva	14,69136	2	11,9
		0,9	0,9	0,81	1,12	adesiva	13,82716	2	11,2
		0,89	0,91	0,8099	1,66	adesiva	20,49636	2	16,6
34		0,87	0,91	0,7917	1,67	adesiva	21,09385	2	16,7
		0,88	0,93	0,8184	1,53	adesiva	18,69501	2	15,3
		0,89	0,92	0,8188	1,68	adesiva	20,51783	2	16,8
		0,93	0,95	0,8835	1,06	adesiva	11,99774	2	10,6
41		0,9	0,95	0,855	1,33	adesiva	15,55556	2	13,3
		0,89	0,92	0,8188	1,34	adesiva	16,36541	2	13,4
		0,91	0,93	0,8463	1,44	adesiva	17,01524	2	14,4
		0,9	0,94	0,846	1,52	adesiva	17,9669	2	15,2
49		0,91	0,91	0,8281	1,55	adesiva	18,71755	2	15,5
		0,9	0,9	0,81	1,37	adesiva	16,91358	2	13,7
		0,91	0,89	0,8099	1,57	adesiva	19,38511	2	15,7
		0,91	0,9	0,819	1,39	adesiva	16,97192	2	13,9
50		0,9	0,9	0,81	1,33	adesiva	16,41975	2	13,3
		0,91	0,89	0,8099	1,39	adesiva	17,16261	2	13,9
		0,9	0,92	0,828	1,32	adesiva	15,94203	2	13,2
		0,89	0,88	0,7832	1,47	adesiva	18,76915	2	14,7
70		0,92	0,92	0,8464	1,07	adesiva	12,64178	2	10,7
		0,93	0,94	0,8742	1,13	adesiva	12,9261	2	11,3
		0,9	0,92	0,828	1,22	adesiva	14,7343	2	12,2
		0,9	0,93	0,837	1,41	adesiva	16,84588	2	14,1
76						coesiva			
		0,89	0,91	0,8099	1,56	esmalte	19,26164	2	15,6
		0,91	0,9	0,819	1,12	esmalte	13,67521	2	11,2
		0,9	0,91	0,819	1,62	esmalte	19,78022	2	16,2

0,91	0,9	0,819	1,33	coesiva esmalte	16,23932	2	13,3
------	-----	-------	------	--------------------	----------	---	------

Grupo 3: Tyrian SPE aplicado de forma Passiva.

CP	OBS	Med1	Med2	Area	KgF	Fratu	Mpa	Grupo	KgFx10
56		0,9	0,91	0,819	0,62	adesiva	7,570208	3	6,2
		0,91	0,94	0,8554	0,49	adesiva	5,728314	3	4,9
		0,9	0,89	0,801	0,57	adesiva	7,116105	3	5,7
		0,89	0,91	0,8099	0,61	adesiva	7,531794	3	6,1
72		0,9	0,92	0,828	1,03	adesiva	12,43961	3	10,3
		0,9	0,93	0,837	1,23	adesiva	14,69534	3	12,3
		0,92	0,94	0,8648	1,09	adesiva	12,60407	3	10,9
		0,89	0,92	0,8188	1,1	adesiva	13,43429	3	11
73	PC			0				3	
	PC			0				3	
	PC			0				3	
	PC			0				3	
77	PC			0				3	
	PC			0				3	
	PC			0				3	
	PC			0				3	
79		0,89	0,9	0,801	0,7	adesiva	8,739076	3	7
		0,91	0,91	0,8281	1,26	adesiva	15,21555	3	12,6
		0,9	0,94	0,846	0,87	adesiva	10,28369	3	8,7
		0,91	0,91	0,8281	0,81	adesiva	9,781427	3	8,1
80		0,89	0,93	0,8277	1,19	adesiva	14,37719	3	11,9
		0,91	0,92	0,8372	1,07	adesiva	12,7807	3	10,7
		0,9	0,95	0,855	1,09	adesiva	12,74854	3	10,9
		0,91	0,92	0,8372	0,99	adesiva	11,82513	3	9,9
86		0,91	0,89	0,8099	1,39	adesiva	17,16261	3	13,9
		0,9	0,88	0,792	1,21	adesiva	15,27778	3	12,1
		0,89	0,88	0,7832	1,19	adesiva	15,19408	3	11,9
		0,91	0,91	0,8281	1,25	adesiva	15,0948	3	12,5
87		0,9	0,93	0,837	0,97	adesiva	11,58901	3	9,7
		0,91	0,92	0,8372	1,33	adesiva	15,88629	3	13,3
		0,94	0,95	0,893	0,84	adesiva	9,406495	3	8,4
		0,91	0,92	0,8372	0,91	adesiva	10,86957	3	9,1
99		0,92	0,94	0,8648	0,47	adesiva	5,434783	3	4,7
				0				3	
				0				3	
				0				3	
100	PC			0				3	
	PC			0				3	
	PC			0				3	
	PC			0				3	

Grupo 4: Tyrian SPE aplicado de forma Ativa.

CP	OBS	Med1	Med2	Area	KgF	Fratura	Mpa	Grupo	KgFx10
14	PC			0				4	
	PC			0				4	
	PC			0				4	
	PC			0				4	
21	PC			0				4	
	PC			0				4	
	PC			0				4	
	PC			0				4	
38		0,91	0,89	0,8099	0,82	adesiva	10,12471	4	8,2
		0,9	0,88	0,792	0,83	adesiva	10,4798	4	8,3
		0,92	0,9	0,828	0,75	adesiva	9,057971	4	7,5
		0,93	0,9	0,837	0,73	adesiva	8,721625	4	7,3
43	PC			0				4	
	PC			0				4	
	PC			0				4	
	PC			0				4	
47		0,9	0,89	0,801	0,65	adesiva	8,114856	4	6,5
		0,9	0,91	0,819	0,69	adesiva	8,424908	4	6,9
		0,89	0,9	0,801	0,66	adesiva	8,2397	4	6,6
		0,91	0,91	0,8281	0,57	adesiva	6,883227	4	5,7
52		0,92	0,92	0,8464	0,86	adesiva	10,16068	4	8,6
		0,93	0,94	0,8742	0,57	adesiva	6,520247	4	5,7
		0,9	0,92	0,828	0,61	adesiva	7,36715	4	6,1
		0,9	0,93	0,837	0,65	adesiva	7,76583	4	6,5
60		0,9	0,91	0,819	0,54	adesiva	6,593407	4	5,4
		0,91	0,9	0,819	0,48	adesiva	5,860806	4	4,8
		0,92	0,92	0,8464	0,51	adesiva	6,02552	4	5,1
		0,93	0,94	0,8742	0,49	adesiva	5,605125	4	4,9
81		0,9	0,93	0,837	0,48	adesiva	5,734767	4	4,8
		0,9	0,94	0,846	0,52	adesiva	6,146572	4	5,2
				0				4	
				0				4	
83		0,91	0,9	0,819	1,59	adesiva	19,41392	4	15,9
		0,9	0,9	0,81	1,34	adesiva	16,54321	4	13,4
		0,91	0,89	0,8099	1,41	adesiva	17,40956	4	14,1
		0,91	0,91	0,8281	1,42	adesiva	17,14769	4	14,2
92		0,91	0,9	0,819	1,3	adesiva	15,87302	4	13
		0,9	0,89	0,801	1,13	adesiva	14,10737	4	11,3
		0,89	0,91	0,8099	1,19	adesiva	14,69317	4	11,9
		0,91	0,9	0,819	1,21	adesiva	14,77411	4	12,1

Grupo 5: Clearfil SE Bond aplicado de forma Passiva.

CP	OBS	Med1	Med2	Area	KgF	Fratura	Mpa	Grupo	KgFx10
1		0,93	0,91	0,8463	0,98	adesiva	11,57982	5	9,8
		0,92	0,92	0,8464	0,62	adesiva	7,325142	5	6,2
		0,93	0,94	0,8742	0,71	adesiva	8,121711	5	7,1

26		0,93	0,94	0,8742	0,69	adesiva	7,892931	5	6,9
		0,91	0,87	0,7917	0,85	adesiva	10,73639	5	8,5
		0,9	0,88	0,792	1,12	adesiva	14,14141	5	11,2
		0,91	0,89	0,8099	1,09	adesiva	13,45845	5	10,9
		0,94	0,91	0,8554	0,98	adesiva	11,45663	5	9,8
35		0,92	0,92	0,8464	0,51	adesiva	6,02552	5	5,1
		0,93	0,94	0,8742	0,73	adesiva	8,350492	5	7,3
		0,9	0,92	0,828	0,71	adesiva	8,574879	5	7,1
		0,9	0,91	0,819	0,66	adesiva	8,058608	5	6,6
		0,9	0,9	0,81	0,42	adesiva	5,185185	5	4,2
62				0				5	
				0				5	
				0				5	
		0,88	0,89	0,7832	0,81	adesiva	10,34219	5	8,1
		0,89	0,93	0,8277	0,77	adesiva	9,302888	5	7,7
64		0,89	0,87	0,7743	0,83	adesiva	10,71936	5	8,3
		0,91	0,89	0,8099	0,76	adesiva	9,383875	5	7,6
		0,9	0,93	0,837	0,93	adesiva	11,11111	5	9,3
		0,92	0,94	0,8648	1,2	adesiva	13,87604	5	12
		0,89	0,92	0,8188	1,17	adesiva	14,2892	5	11,7
67		0,93	0,89	0,8277	0,99	adesiva	11,96086	5	9,9
		0,9	0,91	0,819	0,78	adesiva	9,52381	5	7,8
		0,91	0,9	0,819	1,29	adesiva	15,75092	5	12,9
		0,94	0,89	0,8366	0,93	adesiva	11,11642	5	9,3
		0,89	0,91	0,8099	0,91	adesiva	11,23596	5	9,1
90		0,89	0,87	0,7743	1,11	adesiva	14,33553	5	11,1
		0,91	0,89	0,8099	1,29	adesiva	15,92789	5	12,9
		0,9	0,88	0,792	1,16	adesiva	14,64646	5	11,6
		0,91	0,91	0,8281	1,09	adesiva	13,16266	5	10,9
						coesiva			
91		0,94	0,93	0,8742	0,66	esm/res	7,54976	5	6,6
		0,92	0,93	0,8556	0,77	adesiva	8,999532	5	7,7
		0,9	0,93	0,837	0,77	adesiva	9,199522	5	7,7
		0,92	0,92	0,8464	0,81	adesiva	9,569943	5	8,1
97	PC			0				5	
	PC			0				5	
	PC			0				5	
	PC			0				5	

Grupo 6: Clearfil SE Bond aplicado de forma Ativa.

CP	OBS	Med1	Med2	Area	KgF	Fratura	Mpa	Grupo	KgFx10
12		0,9	0,91	0,819	1,28	adesiva	15,62882	6	12,8
		0,91	0,87	0,7917	2,05	adesiva	25,89365	6	20,5
		0,87	0,88	0,7656	1,54	adesiva	20,11494	6	15,4
		0,88	0,89	0,7832	1,37	adesiva	17,49234	6	13,7
24		0,9	0,91	0,819	0,96	adesiva	11,72161	6	9,6
		0,91	0,87	0,7917	0,83	adesiva	10,48377	6	8,3

30		0,87	0,88	0,7656	0,8	adesiva	10,44932	6	8
		0,88	0,89	0,7832	0,96	adesiva	12,25741	6	9,6
		0,89	0,88	0,7832	0,94	adesiva	12,00204	6	9,4
		0,91	0,89	0,8099	0,8	adesiva	9,877763	6	8
33		0,87	0,88	0,7656	0,77	adesiva	10,05747	6	7,7
		0,88	0,89	0,7832	0,81	adesiva	10,34219	6	8,1
		0,89	0,93	0,8277	1,41	adesiva	17,03516	6	14,1
		0,91	0,94	0,8554	1,42	adesiva	16,60042	6	14,2
37		0,9	0,93	0,837	1,39	adesiva	16,60693	6	13,9
		0,91	0,94	0,8554	1,48	adesiva	17,30185	6	14,8
		0,93	0,92	0,8556	0,87	adesiva	10,1683	6	8,7
		0,92	0,93	0,8556	1,08	adesiva	12,62272	6	10,8
45		0,93	0,9	0,837	0,85	adesiva	10,15532	6	8,5
		0,9	0,87	0,783	0,93	esmalte	11,87739	6	9,3
		0,87	0,91	0,7917	0,33	adesiva	4,168246	6	3,3
						coesiva			
46		0,92	0,9	0,828	0,73	esmalte	8,816425	6	7,3
		0,93	0,9	0,837	0,44	adesiva	5,25687	6	4,4
		0,89	0,89	0,7921	0,55	adesiva	6,943568	6	5,5
		0,89	0,91	0,8099	1,12	adesiva	13,82887	6	11,2
48		0,91	0,9	0,819	1,3	adesiva	15,87302	6	13
		0,9	0,91	0,819	1,18	adesiva	14,40781	6	11,8
		0,91	0,9	0,819	1,22	adesiva	14,89621	6	12,2
	PC			0				6	
	PC			0				6	
	PC			0				6	
	PC			0				6	
59		0,94	0,9	0,846	1,18	adesiva	13,94799	6	11,8
		0,9	0,89	0,801	1,2	adesiva	14,98127	6	12
		0,89	0,91	0,8099	1,1	adesiva	13,58192	6	11
		0,91	0,9	0,819	1,05	adesiva	12,82051	6	10,5
78		0,94	0,91	0,8554	0,99	adesiva	11,57353	6	9,9
		0,93	0,9	0,837	0,59	adesiva	7,048984	6	5,9
		0,94	0,89	0,8366	0,62	adesiva	7,410949	6	6,2
		0,94	0,91	0,8554	0,71	adesiva	8,30021	6	7,1

Grupo 7: One Up Bond F aplicado de forma Passiva.

CP	OBS	Med1	Med2	Area	KgF	Fratura	Mpa	Grupo	KgFx10
2	PC			0				7	
	PC			0				7	
	PC			0				7	
	PC			0				7	
8		0,92	0,92	0,8464	0,47	adesiva	5,55293	7	4,7
		0,91	0,94	0,8554	0,55	adesiva	6,42974	7	5,5
		0,87	0,92	0,8004	0,53	adesiva	6,621689	7	5,3
		0,88	0,93	0,8184	0,48	adesiva	5,865103	7	4,8

20		0,89	0,87	0,7743	0,74	adesiva	9,557019	7	7,4
		0,91	0,89	0,8099	0,82	adesiva	10,12471	7	8,2
		0,9	0,88	0,792	0,87	adesiva	10,98485	7	8,7
		0,91	0,91	0,8281	0,71	adesiva	8,573844	7	7,1
25						coesiva			
		0,89	0,93	0,8277	0,91	esm/res	10,99432	7	9,1
		0,91	0,9	0,819	1,12	adesiva	13,67521	7	11,2
		0,9	0,91	0,819	0,98	adesiva	11,96581	7	9,8
27		0,89	0,91	0,8099	0,99	adesiva	12,22373	7	9,9
		0,93	0,9	0,837	0,85	adesiva	10,15532	7	8,5
		0,9	0,92	0,828	0,77	adesiva	9,299517	7	7,7
		0,9	0,91	0,819	0,8	adesiva	9,76801	7	8
44		0,91	0,87	0,7917	0,79	adesiva	9,978527	7	7,9
						coesiva			
		0,92	0,9	0,828	0,58	esm/res	7,004831	7	5,8
		0,92	0,89	0,8188	0,74	adesiva	9,037616	7	7,4
51		0,93	0,91	0,8463	0,69	adesiva	8,153137	7	6,9
		0,89	0,9	0,801	0,7	adesiva	8,739076	7	7
	PC			0				7	
	PC			0				7	
63	PC			0				7	
	PC			0				7	
		0,9	0,88	0,792	0,5	adesiva	6,313131	7	5
		0,91	0,91	0,8281	0,59	adesiva	7,124743	7	5,9
75		0,9	0,89	0,801	0,8	adesiva	9,987516	7	8
		0,9	0,92	0,828	0,62	adesiva	7,487923	7	6,2
		0,91	0,9	0,819	0,82	adesiva	10,01221	7	8,2
		0,9	0,9	0,81	0,9	adesiva	11,11111	7	9
84		0,91	0,89	0,8099	0,87	adesiva	10,74207	7	8,7
		0,9	0,89	0,801	0,77	adesiva	9,612984	7	7,7
						coesiva			
		0,93	0,9	0,837	0,78	esm/res	9,318996	7	7,8
		0,92	0,91	0,8372	0,6	adesiva	7,166746	7	6
		0,95	0,9	0,855	0,63	adesiva	7,368421	7	6,3
		0,92	0,89	0,8188	0,6	adesiva	7,327797	7	6

Grupo 8: One Up Bond F aplicado de forma Ativa.

CP	OBS	Med1	Med2	Area	KgF	Fratu	Mpa	Grupo	KgFx10
4		0,93	0,89	0,8277	1,36	coesiva			
		0,93	0,91	0,8463	1,69	esm/res	16,43107	8	13,6
		0,91	0,87	0,7917	1,44	adesiva	19,96928	8	16,9
		0,9	0,88	0,792	1,52	adesiva	18,18871	8	14,4
7		0,9	0,88	0,792	1,52	adesiva	19,19192	8	15,2
		0,9	0,93	0,837	1,05	adesiva	12,5448	8	10,5
		0,88	0,89	0,7832	1,34	adesiva	17,1093	8	13,4
		0,87	0,94	0,8178	1,09	adesiva	13,32844	8	10,9
15		0,88	0,92	0,8096	1,12	adesiva	13,83399	8	11,2
		0,9	0,93	0,837	1,09	adesiva	13,0227	8	10,9

28	0,9	0,91	0,819	1,05	adesiva	12,82051	8	10,5
	0,89	0,9	0,801	1,01	adesiva	12,60924	8	10,1
	0,91	0,91	0,8281	1,08	adesiva	13,0419	8	10,8
	0,87	0,88	0,7656	0,64	adesiva	8,359457	8	6,4
	0,88	0,89	0,7832	0,85	adesiva	10,85291	8	8,5
29	0,89	0,93	0,8277	0,81	adesiva	9,786154	8	8,1
	0,91	0,87	0,7917	0,79	adesiva	9,978527	8	7,9
	0,87	0,88	0,7656	1,94	adesiva	25,3396	8	19,4
	0,88	0,89	0,7832	1,34	adesiva	17,1093	8	13,4
	0,89	0,91	0,8099	1,44	adesiva	17,77997	8	14,4
54	0,88	0,87	0,7656	1,52	adesiva	19,85371	8	15,2
	0,89	0,92	0,8188	1,47	adesiva	17,9531	8	14,7
	0,91	0,93	0,8463	1,06	adesiva	12,52511	8	10,6
	0,9	0,94	0,846	0,85	adesiva	10,04728	8	8,5
	0,91	0,91	0,8281	1,12	adesiva	13,52494	8	11,2
61	0,9	0,92	0,828	1,39	adesiva	16,78744	8	13,9
	0,9	0,91	0,819	1,24	adesiva	15,14042	8	12,4
	0,91	0,87	0,7917	1,54	adesiva	19,45181	8	15,4
	0,87	0,88	0,7656	1,42	adesiva	18,54754	8	14,2
	0,9	0,89	0,801	0,83	adesiva	10,36205	8	8,3
82	0,91	0,91	0,8281	1,26	adesiva	15,21555	8	12,6
	0,9	0,9	0,81	0,97	adesiva	11,97531	8	9,7
			0				8	
	0,9	0,91	0,819	1,37	adesiva	16,72772	8	13,7
	0,91	0,9	0,819	0,93	adesiva	11,35531	8	9,3
98	0,94	0,89	0,8366	0,98	adesiva	11,71408	8	9,8
	0,93	0,89	0,8277	1,12	adesiva	13,53147	8	11,2
	0,92	0,92	0,8464	1,62	adesiva	19,13989	8	16,2
	0,93	0,94	0,8742	1,12	adesiva	12,81171	8	11,2
	0,9	0,92	0,828	0,93	adesiva	11,23188	8	9,3
	0,9	0,93	0,837	1,15	adesiva	13,73955	8	11,5

Grupo 9: Prompt L-Pop aplicado de forma Passiva.

CP	OBS	Med1	Med2	Area	KgF	Fratu	Mpa	Grupo	KgFx10
13	PC			0				9	
	PC			0				9	
	PC			0				9	
	PC			0				9	
16		0,9	0,9	0,81	0,77	adesiva	9,506173	9	7,7
		0,91	0,89	0,8099	0,81	adesiva	10,00123	9	8,1
		0,91	0,91	0,8281	0,79	adesiva	9,539911	9	7,9
		0,87	0,9	0,783	0,71	adesiva	9,067688	9	7,1
32		0,91	0,93	0,8463	0,59	adesiva	6,971523	9	5,9
		0,9	0,92	0,828	0,68	adesiva	8,21256	9	6,8
		0,91	0,95	0,8645	0,77	adesiva	8,906883	9	7,7
		0,9	0,92	0,828	0,61	adesiva	7,36715	9	6,1
36		0,91	0,87	0,7917	0,86	adesiva	10,8627	9	8,6

		0,87	0,88	0,7656	0,65	adesiva	8,490073	9	6,5
		0,88	0,89	0,7832	0,63	adesiva	8,043922	9	6,3
		0,89	0,93	0,8277	0,69	adesiva	8,336354	9	6,9
40		0,89	0,93	0,8277	0,97	adesiva	11,71922	9	9,7
		0,91	0,94	0,8554	1,07	adesiva	12,50877	9	10,7
		0,9	0,93	0,837	1,12	adesiva	13,38112	9	11,2
		0,91	0,94	0,8554	1,05	adesiva	12,27496	9	10,5
42		0,91	0,93	0,8463	0,66	adesiva	7,798653	9	6,6
		0,92	0,9	0,828	0,69	adesiva	8,333333	9	6,9
		0,93	0,9	0,837	0,79	adesiva	9,438471	9	7,9
		0,89	0,89	0,7921	0,7	adesiva	8,837268	9	7
53		0,88	0,91	0,8008	1,07	adesiva	13,36164	9	10,7
		0,89	0,93	0,8277	0,58	adesiva	7,00737	9	5,8
		0,88	0,92	0,8096	0,74	adesiva	9,140316	9	7,4
		0,88	0,95	0,836	0,62	adesiva	7,416268	9	6,2
69	PC			0				9	
	PC			0				9	
	PC			0				9	
	PC			0				9	
71	PC			0				9	
	PC			0				9	
	PC			0				9	
	PC			0				9	
88		0,9	0,93	0,837	0,97	adesiva	11,58901	9	9,7
		0,9	0,94	0,846	0,95	adesiva	11,22931	9	9,5
		0,91	0,93	0,8463	0,87	adesiva	10,28004	9	8,7
		0,89	0,94	0,8366	0,91	adesiva	10,87736	9	9,1

Grupo 10: Prompt L-Pop aplicado de forma Ativa.

CP	OBS	Med1	Med2	Area	KgF	Fratura	Mpa	Grupo	KgFx10
	5	0,9	0,89	0,801	0,88	adesiva	10,98627	10	8,8
		0,89	0,91	0,8099	0,57	adesiva	7,037906	10	5,7
		0,91	0,9	0,819	0,78	adesiva	9,52381	10	7,8
		0,9	0,88	0,792	0,69	adesiva	8,712121	10	6,9
10	PC			0				10	
	PC			0				10	
	PC			0				10	
	PC			0				10	
18	PC			0				10	
	PC			0				10	
	PC			0				10	
	PC			0				10	
57		0,91	0,9	0,819	0,9	adesiva	10,98901	10	9
		0,9	0,91	0,819	0,91	adesiva	11,11111	10	9,1
		0,91	0,9	0,819	1,17	adesiva	14,28571	10	11,7
		0,9	0,89	0,801	0,99	adesiva	12,35955	10	9,9
68		0,91	0,9	0,819	0,69	adesiva	8,424908	10	6,9

		0,9	0,91	0,819	1,05	adesiva	12,82051	10	10,5
		0,91	0,9	0,819	0,88	adesiva	10,74481	10	8,8
		0,89	0,88	0,7832	0,89	adesiva	11,36364	10	8,9
74	PC			0				10	
	PC			0				10	
	PC			0				10	
	PC			0				10	
85		0,93	0,91	0,8463	0,69	adesiva	8,153137	10	6,9
		0,94	0,9	0,846	0,73	adesiva	8,628842	10	7,3
		0,93	0,91	0,8463	0,7	adesiva	8,271299	10	7
		0,94	0,93	0,8742	0,75	adesiva	8,579272	10	7,5
89		0,95	0,88	0,836	0,44	adesiva	5,263158	10	4,4
				0				10	
				0				10	
				0				10	
94	PC			0				10	
	PC			0				10	
	PC			0				10	
	PC			0				10	
96		0,9	0,88	0,792	0,42	adesiva	5,30303	10	4,2
		0,91	0,91	0,8281	0,75	adesiva	9,056877	10	7,5
		0,92	0,89	0,8188	0,54	adesiva	6,595017	10	5,4
		0,92	0,94	0,8648	0,59	adesiva	6,822387	10	5,9

Anexo 3. Análise Estatística.

```

The SAS System      11:32 Tuesday, June 8, 2004   1

      The GLM Procedure

      Class Level Information

Class      Levels  Values
adesivo      5    1 2 3 4 5
aplic        2    1 2

      Number of observations   100

NOTE: Due to missing values, only 82 observations can be used in this analysis.
      The SAS System      11:32 Tuesday, June 8, 2004   2

      The GLM Procedure

Dependent Variable: MPa

Source              Sum of
                   DF      Squares   Mean Square   F Value   Pr > F
Model                9    381.5358998    42.3928778     6.10    <.0001
Error              72    500.5036380     6.9514394

```

Corrected Total 81 882.0395378

R-Square Coeff Var Root MSE MPa Mean

0.432561 27.33048 2.636558 9.646951

Source	DF	Type I SS	Mean Square	F Value	Pr > F
adesivo	4	191.2663304	47.8165826	6.88	<.0001
aplic	1	73.8744346	73.8744346	10.63	0.0017
adesivo*aplic	4	116.3951348	29.0987837	4.19	0.0042

Source	DF	Type III SS	Mean Square	F Value	Pr > F
adesivo	4	189.7710247	47.4427562	6.82	0.0001
aplic	1	52.8648554	52.8648554	7.60	0.0074
adesivo*aplic	4	116.3951348	29.0987837	4.19	0.0042

11:32 Tuesday, June 8, 2004 3

The GLM Procedure

Class Level Information

Class	Levels	Values
adesivo	5	1 2 3 4 5
aplic	2	1 2

Number of observations 100

NOTE: Due to missing values, only 82 observations can be used in this analysis.

11:32 Tuesday, June 8, 2004 4

The GLM Procedure

Dependent Variable: MPa

Source	DF	Sum of Squares	Mean Square	F Value	Pr > F
Model	9	381.5358998	42.3928778	6.10	<.0001
Error	72	500.5036380	6.9514394		
Corrected Total	81	882.0395378			

R-Square Coeff Var Root MSE MPa Mean

0.432561 27.33048 2.636558 9.646951

Source	DF	Type I SS	Mean Square	F Value	Pr > F
adesivo	4	191.2663304	47.8165826	6.88	<.0001
aplic	1	73.8744346	73.8744346	10.63	0.0017
adesivo*aplic	4	116.3951348	29.0987837	4.19	0.0042

Source	DF	Type III SS	Mean Square	F Value	Pr > F
adesivo	4	189.7710247	47.4427562	6.82	0.0001
aplic	1	52.8648554	52.8648554	7.60	0.0074
adesivo*aplic	4	116.3951348	29.0987837	4.19	0.0042

11:32 Tuesday, June 8, 2004 5

The GLM Procedure
Least Squares Means
Adjustment for Multiple Comparisons: Tukey-Kramer

LSMEAN			
adesivo	aplic	MPa LSMEAN	Number
1	1	10.8611111	1
1	2	13.3970000	2
2	1	9.1771429	3
2	2	8.2171429	4
3	1	8.5844444	5
3	2	10.2388889	6
4	1	6.2437500	7
4	2	11.9050000	8
5	1	7.9742857	9
5	2	7.2233333	10

Least Squares Means for effect adesivo*aplic
Pr > |t| for H0: LSMean(i)=LSMean(j)

Dependent Variable: MPa

i\j	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
1		0.5382	0.9577	0.6087	0.7131	1.0000	0.0191	0.9971	0.4845	0.2286
2	0.5382		0.0523	0.0058	0.0061	0.2336	<.0001	0.9581	0.0031	0.0009
3	0.9577	0.0523		0.9995	1.0000	0.9984	0.4999	0.5340	0.9973	0.9427
4	0.6087	0.0058	0.9995		1.0000	0.8790	0.9080	0.1434	1.0000	0.9996
5	0.7131	0.0061	1.0000	1.0000		0.9429	0.7161	0.1775	1.0000	0.9926
6	1.0000	0.2336	0.9984	0.8790	0.9429		0.0733	0.9308	0.7894	0.4862
7	0.0191	<.0001	0.4999	0.9080	0.7161	0.0733		0.0009	0.9575	0.9995
8	0.9971	0.9581	0.5340	0.1434	0.1775	0.9308	0.0009		0.0925	0.0309
9	0.4845	0.0031	0.9973	1.0000	1.0000	0.7894	0.9575	0.0925		1.0000
10	0.2286	0.0009	0.9427	0.9996	0.9926	0.4862	0.9995	0.0309	1.0000	

11:32 Tuesday, June 8, 2004 6

The GLM Procedure
Least Squares Means

adesivo*aplic Effect Sliced by adesivo for MPa

adesivo	DF	Sum of Squares	Mean Square	F Value	Pr > F
1	1	30.461364	30.461364	4.38	0.0398
2	1	3.225600	3.225600	0.46	0.4979
3	1	12.317339	12.317339	1.77	0.1873
4	1	142.443340	142.443340	20.49	<.0001
5	1	1.821926	1.821926	0.26	0.6103

11:32 Tuesday, June 8, 2004 7

The GLM Procedure
Least Squares Means
Adjustment for Multiple Comparisons: Tukey-Kramer

		LSMEAN	
adesivo	aplic	MPa	LSMEAN
		Number	
1	1	10.8611111	1
1	2	13.3970000	2
2	1	9.1771429	3
2	2	8.2171429	4
3	1	8.5844444	5
3	2	10.2388889	6
4	1	6.2437500	7
4	2	11.9050000	8
5	1	7.9742857	9
5	2	7.2233333	10

Least Squares Means for effect adesivo*aplic
Pr > |t| for H0: LSMean(i)=LSMean(j)

Dependent Variable: MPa

i\j	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
1		0.5382	0.9577	0.6087	0.7131	1.0000	0.0191	0.9971	0.4845	0.2286
2	0.5382		0.0523	0.0058	0.0061	0.2336	<.0001	0.9581	0.0031	0.0009
3	0.9577	0.0523		0.9995	1.0000	0.9984	0.4999	0.5340	0.9973	0.9427
4	0.6087	0.0058	0.9995		1.0000	0.8790	0.9080	0.1434	1.0000	0.9996
5	0.7131	0.0061	1.0000	1.0000		0.9429	0.7161	0.1775	1.0000	0.9926
6	1.0000	0.2336	0.9984	0.8790	0.9429		0.0733	0.9308	0.7894	0.4862
7	0.0191	<.0001	0.4999	0.9080	0.7161	0.0733		0.0009	0.9575	0.9995
8	0.9971	0.9581	0.5340	0.1434	0.1775	0.9308	0.0009		0.0925	0.0309
9	0.4845	0.0031	0.9973	1.0000	1.0000	0.7894	0.9575	0.0925		1.0000
10	0.2286	0.0009	0.9427	0.9996	0.9926	0.4862	0.9995	0.0309	1.0000	

11:32 Tuesday, June 8, 2004 8

The GLM Procedure
Least Squares Means

adesivo*aplic Effect Sliced by aplic for MPa

		Sum of				
aplic	DF	Squares	Mean Square	F Value	Pr > F	
1	4	95.477377	23.869344	3.43	0.0126	
2	4	204.576873	51.144218	7.36	<.0001	