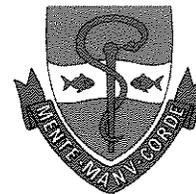




Universidade Estadual de Campinas  
Faculdade de Odontologia de Piracicaba



Angela Scarparo Caldo-Teixeira

Cirurgiã-dentista

Avaliação da união compósito/dentina em função do tempo  
de condicionamento ácido e sistema de união  
em dentes decíduos

Dissertação apresentada à Faculdade  
de Odontologia de Piracicaba, da  
Universidade Estadual de Campinas,  
como parte dos requisitos para a  
obtenção do Grau de Mestre em  
Ciências, Área Materiais Dentários.

Piracicaba  
2003

Universidade Estadual de Campinas  
Faculdade de Odontologia de Piracicaba

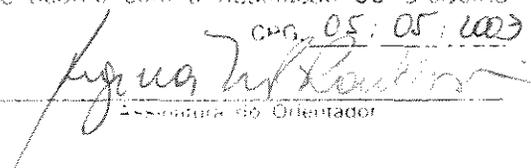
Angela Scarparo Caldo-Teixeira

Cirurgiã-dentista

Avaliação da união compósito/dentina em função do tempo  
de condicionamento ácido e sistema de união  
em dentes decíduos

**Orientadora:** Prof<sup>ª</sup>. Dr<sup>ª</sup>. Regina Maria Puppim Rontani

Este exemplar foi devidamente corrigido,  
de acordo com a Resolução CCPG-03/03/03

CPG 05:05:003  
  
Assinatura do Orientador

Dissertação apresentada à Faculdade  
de Odontologia de Piracicaba, da  
Universidade Estadual de Campinas,  
como parte dos requisitos para a  
obtenção do Grau de Mestre em  
Ciências, Área Materiais Dentários.

Piracicaba  
2003

UNIDADE	BE
Nº CHAMADA	T/UNICAMP C127a
V	EX
TOMBO BC/	54296
PROC.	124103
C	<input type="checkbox"/>
D	<input checked="" type="checkbox"/>
PREÇO	R\$ 11,00
DATA	14/10/03
Nº CPD	

CM001B5463-1

BIB ID 293057

### Ficha Catalográfica

C127a Caldo-Teixeira, Angela Scarparo.  
 Avaliação da união compósito/dentina em função do tempo de condicionamento ácido e sistema de união em dentes deciduos. / Angela Scarparo Caldo-Teixeira. -- Piracicaba, SP : [s.n.], 2003. xxi, 206p. : il.

Orientadora: Profª Drª Regina Maria Puppim Rontani.  
 Dissertação (Mestrado) – Universidade Estadual de Campinas, Faculdade de Odontologia de Piracicaba.

1. Materiais dentários. 2. Odontopediatria. 3. Microscopia eletrônica de varredura. I. Rontani, Regina Maria Puppim. II. Universidade Estadual de Campinas. Faculdade de Odontologia de Piracicaba. III. Título.

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



FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE PIRACICABA  
UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS



A Comissão Julgadora dos trabalhos de Defesa de Tese de MESTRADO, em sessão pública realizada em 25 de Fevereiro de 2003, considerou a candidata ÂNGELA SCARPARO CALDO-TEIXEIRA aprovada.

1. Profa. Dra. REGINA MARIA PUPPIN RONTANI

2. Profa. Dra. CÉLIA REGINA MARTINS DELGADO RODRIGUES

3. Prof. Dr. MARIO FERNANDO DE GOES

200320678

Dedico este trabalho,

A DEUS por tudo que me concede;

Ao meu avô, **GUILHERME CALDO** (*in memoriam*), cuja ausência  
é a maior presença em minha vida;

À minha mãe, **MARINA**, meu maior símbolo de garra, honestidade, humildade,  
bondade, competência; por me mostrar que tudo que realizamos com paixão,  
torna-se prazeroso. Sem você eu não teria chegado aqui;

À minha irmã, **LAURA**, por me mostrar o quanto somos fortes e capazes de  
realizarmos nossos sonhos. Você é o meu maior orgulho.

**AGRADECIMENTO ESPECIAL**

À minha orientadora, Prof<sup>a</sup> Dr<sup>a</sup> REGINA MARIA PUPPIN-RONTANI, pelo exemplo de sabedoria e dedicação à profissão; por me incentivar a cada dia, em mim depositando tanta confiança.

À você, minha "mãe científica", minha eterna gratidão.

## *Agradecimentos*

---

À Faculdade de Odontologia de Piracicaba - UNICAMP, representada pelo Diretor, Prof. Dr. THALES ROCHA DE MATTOS FILHO e Diretor Associado, Prof. Dr. OSLEI PAES DE ALMEIDA, por me acolherem nesta Universidade, concedendo-me a oportunidade de realizar este estudo.

Ao Prof. Dr. LOURENÇO CORRER SOBRINHO, Coordenador Geral dos Cursos de Pós-Graduação, pelo incentivo e disponibilidade sempre presente, facilitando a execução deste trabalho.

Aos Professores Drs. SIMONIDES CONSANI, MÁRIO FERNANDO DE GÓES, LOURENÇO CORRER SOBRINHO e MÁRIO ALEXANDRE COELHO SINHORETI, da Área de Materiais Dentários, pela contribuição em minha formação científica, dando-me respaldo para que este trabalho fosse realizado, além de contribuírem em minha formação científica.

Aos Professores Drs. JOSÉ CARLOS CAMARGO GAVAZZI, CECÍLIA GATTI GUIRADO, MARIA BEATRIZ DUARTE GAVIÃO, MARINÊS NOBRE DOS SANTOS UCHÔA e REGINA MARIA PUPPIN-RONTANI, da Área de Odontopediatria, por contribuírem em minha formação científica, e também pela amizade e respeito compartilhados durante estes anos.

A CAPES, pelo apoio financeiro para a realização deste trabalho.

## *Agradecimentos*

---

Aos Professores Drs. SIMONIDES CONSANI, MARCELO GIANNINI e MÁRIO ALEXANDRE COELHO SINHORETI por contribuírem para o melhoramento deste trabalho, fazendo parte da banca examinadora de qualificação.

Aos Professores Drs. MÁRIO FERNANDO DE GÓES, CÉLIA REGINA MARTINS DELGADO RODRIGUES e MARIA BEATRIZ DUARTE GAVIÃO pela valiosa contribuição científica, fazendo parte da banca examinadora de defesa de tese.

Aos Professores MARCELO CÔRREA ALVES, do Departamento de Estatística da Escola Superior de Agronomia Luiz de Queiroz - USP e MÁRIO ALEXANDRE COELHO SINHORETI, da Área de Materiais Dentários desta Universidade, pela realização das Análises Estatísticas deste trabalho.

Ao Prof. Dr. ELLIOT WATANABE KITAJIMA, coordenador do Núcleo de Apoio à Pesquisa da Escola Superior de Agronomia Luiz de Queiroz - USP (NAP/MEPA-USP), pela presteza com que sempre me recebeu durante a execução de parte experimental deste trabalho.

Ao LABORATÓRIO NACIONAL DE LUZ SÍNCONTRON, (LNLS), representado por Dr. DANIEL UGARTE, DANIELA ZANCHET e SIDNEI ARAÚJO, pela disponibilidade com que me receberam para execução de parte deste trabalho.

## *Agradecimentos*

---

Ao CENTRO DE MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA, desta Instituição, tendo como responsáveis os técnicos ELIENE ORSINI N. ROMANI e ADRIANO L. MARTINS, minha gratidão pelo empenho dedicado durante a execução deste trabalho.

Ao engenheiro MARCOS BLANCO CANGIANI pelo exemplo de profissionalismo, humildade, competência, sem no entanto deixar de ser amigo, fazendo-me admirá-lo.

Ao Prof. Dr. MARCELO GIANNINI pela contribuição científica durante o estabelecimento da metodologia a ser empregada neste estudo.

Ao Prof. Dr. MAXIMILIANO PIERO NEISSER pelos ensinamentos científicos e de vida, é uma honra tê-lo como amigo.

Aos Professores Drs. RICARDO MARINS DA CARVALHO, GISELE DAMINANA DA SILVEIRA PEREIRA e MARCOS JAPIASSÚ pela valiosa contribuição científica durante a realização deste estudo.

À funcionária da Área de Materiais Dentários, SELMA A. B. DE SOUZA SEGALLA e às da Área de Odontopediatria, ANA PAULA SCHMIDT DE CAMARGO e PALOMA DE ALMEIDA, sem as quais não teria sido possível realizar este trabalho.

## *Agradecimentos*

---

Às funcionárias, da Biblioteca da Faculdade de Odontologia de Piracicaba - UNICAMP, MARILENE GIRELLO e DORALICE NASCIMENTO L. ROMANO (Dorinha), pela amizade e orientação durante a elaboração das referências bibliográficas.

À Família SCARPARO CALDO por todo amor, apoio e incentivo para que mais esta etapa fosse concretizada.

Aos meus tios CÉSAR FRANCISCO CIACCO e LUISA MARIA TEIXEIRA CIACCO por todo amor, carinho, crença e incentivo, sem nunca deixarem de acreditar em meus ideais.

Aos meus amigos, GUSTAVO CARDOSO ROMERO e RENATA WILSON ROMERO, por me acolherem com tanto amor nestes anos.

Aos meus amigos GISELE MARIA CORRER, LEONARDO CUNHA E ROBERTA ALONSO, pelo apoio, incentivo, amizade e companheirismo durante estes anos.

Aos meus amigos do Curso de Pós-Graduação, Andresa, Alysson, Daniela, Denise, Gilberto, Giovani, Johnson, Luciana, Mônica, Murilo, Paulinho, Rogério e Rafael, pelos bons momentos compartilhados.

Aos meus mais novos amigos, Danilo Caldas e Janaína Bertoncelo, pelo carinho, apoio, incentivo e conhecimentos compartilhados.

## *Agradecimentos*

---

Aos meus amigos Alex Santos, Caio Soeiro, Caroline Morini Calil, Carla Rosado, Carla Sano, Cristina Gibilini, Denise Sá Maia, Fábio Ramos de Macedo, Flávio Aguiar, Grace Mendonça, Iriana Zanin, João César Neto (Joãozinho da Perio), Juliana Whately, Luciana Machion, Luciano Pereira, Leonardo Bonjardim, Patrícia Baldinotti, Paula Midori, Vanessa Arias, por compartilharem deste momento, incentivando-me sempre.

"Nada agrada tanto à alma como uma amizade fiel e doce.  
Que felicidade a de encontrar corações aos quais se possa sem temor  
confiar quaisquer segredos; consciências, que nos temem menos do  
que a nossa; companheiros cuja palavra acalma nossas inquietações,  
cujos conselhos guiam nossas decisões, cuja alegria dissipa nossa  
tristeza e cuja vista seja para nós um prazer!"

### **Sêneca**

A vocês, Camila Moreira, Rocio Zaragoza, Selma Gondo, Virginia Catalano Pires, Daniela Franco Bueno, Thais Emídio, Fernanda Miori Pascon, Daniela Schievano, Márcia Cunha, Patrícia Freitas, Rogério Oliveira, Viviane Veroni Degan, que me acompanharam nestes anos, minha eterna admiração e gratidão. Muito obrigada pelo apoio, vocês sempre estarão comigo.

E, a todos que indiretamente contribuíram para a realização deste trabalho.

# SUMÁRIO

<b>CAPÍTULOS</b>	<b>PÁGINA</b>
RESUMO	1
ABSTRACT	3
1 - INTRODUÇÃO	5
2 - REVISÃO DA LITERATURA	11
3 - PROPOSIÇÃO	87
4 - MATERIAIS E MÉTODOS	89
4.1 - Materiais	89
4.2 - Métodos	91
5 - RESULTADOS	111
5.1 - Ensaio da resistência da união à microtração	111
5.2 - Análise dos padrões de fratura	117
5.3 - Análise qualitativa da união compósito/dentina	131
6 - DISCUSSÃO	139
7 - CONCLUSÕES	149
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	151
ANEXOS	159

## RESUMO

Este estudo teve por objetivo avaliar a resistência da união à microtração, o padrão de fratura obtido após o ensaio mecânico e a região da união compósito/dentina, em função de tempos de condicionamento ácido (7, 15 e 20s) e sistemas de união (Single Bond-SB; Prime & Bond 2.1 - P&B2.1; One Up Bond F-OUP e Clearfil SE Bond-CSE). Foram selecionados 138 molares decíduos, hígidos, extraídos por indicações ortodônticas, de crianças na faixa etária de 4 a 9 anos. Para o ensaio de resistência da união à microtração, foram selecionados 48 dentes, aleatoriamente distribuídos em 3 grupos de acordo com o tempo de condicionamento ácido e subdivididos em 4 subgrupos de acordo com o sistema de união, sendo (n=20): G1- 7s + SB; G2- 15s + SB; G3- 20s + SB; G4- 7s + P&B2.1; G5- 15s + P&B2.1; G6- 20s + P&B2.1; G7- 7s + OUP; G8- 15s + OUP; G9- 20s + OUP; G10- 7s + CSE; G11- 15s + CSE; G12- 20s + CSE. Os dentes foram transversalmente cortados na superfície oclusal, planificados até a obtenção de área plana em dentina. Os procedimentos de união foram realizados de acordo com a distribuição dos grupos, e a superfície restaurada com compósito odontológico Filtek Z250. Em seguida, as amostras foram cortadas nos sentidos vestibulo-lingual e méso-distal, para obtenção de corpos-de-prova com área de secção de aproximadamente 1mm<sup>2</sup>. Após o armazenamento por 24h, os corpos-de-prova foram submetidos ao ensaio de microtração em máquina de ensaio universal (Instron) à velocidade de 0,5mm/min. Os dados foram submetidos à Análise de Variância e ao teste de Tukey). Após o ensaio mecânico, todos os corpos-de-prova foram analisados quanto ao tipo de fratura em Microscópio Estereoscópico (X25) e, os

compósito/dentina foram selecionados 90 dentes, distribuídos e tratados como descrito anteriormente, exceto que apenas um corte no sentido vestibulo-lingual foi realizado, para posterior preparo para análise em MEV. As fotomicrografias foram analisadas segundo os escores: 0 - ausência de camada híbrida e prolongamentos resinosos; 1 - ausência de camada híbrida e presença de prolongamentos resinosos; 2 - presença de camada híbrida e ausência de prolongamentos resinosos, e 3 - presença de camada híbrida e prolongamentos resinosos. Os dados obtidos foram submetidos à análise estatística (Teste de Kruskal-Wallis). De acordo com os resultados pôde-se concluir que: 1 - A diminuição no tempo de condicionamento ácido (7s) não interferiu nos valores de resistência da união compósito/dentina, para todos os sistemas de união utilizados neste estudo; 2 - Houve correlação negativa, apenas, entre a interação P&B2.1\*tempo de condicionamento; 3 - A análise do padrão de fratura demonstrou maior predominância de falhas mistas para todos os grupos, exceto P&B 2.1, cujas falhas encontradas para os tempos de 7 e 15s foram adesivas e para o tempo de 20s coesiva em compósito; 4 - Quanto ao aspecto morfológico da união compósito/dentina pôde-se observar que a formação de camada híbrida e prolongamentos resinosos mostrou relação direta com o sistema de união utilizado.

## *ABSTRACT*

The aim of this study was to evaluate the micro-tensile bond strength, the failure sites obtained after the test, and the resin/dentin interface, in different etching times (7, 15, and 20s) and with different bond systems (Single Bond-SB; Prime & Bond 2.1 - P&B2.1; One Up Bond F-OUP e Clearfil SE Bond-CSE). 138 sound extracted primary teeth were selected. For the micro-tensile bond strength, 48 teeth were selected and randomly distributed into 3 groups, according to etching time, and subdivided into 4 subgroups, according to bond systems as follows (n=20): G1- 7s + SB; G2- 15s + SB; G3- 20s + SB; G4- 7s + P&B2.1; G5- 15s + P&B2.1; G6- 20s + P&B2.1; G7- 7s + OUP; G8- 15s + OUP; G9- 20s + OUP; G10- 7s + CSE; G11- 15s + CSE; G12- 20s + CSE. The teeth were obliquely cut on the occlusal surface and flattened until dentin area was reached. The bonding procedures were carried out according to groups, and the restorative procedure was carried out using the resin composite Filtek Z250. Next, the samples were sectioned in buccal-lingual and mesio-distal orientations, to obtain samples of about 1mm<sup>2</sup>. The samples were stored in distilled water at 37°C for 24h, and then submitted to micro-tensile bond strength in a Universal Testing Machine (Instron) with a crosshead speed of 0.5mm/min. The data were submitted to ANOVA and Tukey's test (p<0.05). The failure sites obtained after the test were observed, for failure type, in stereoscope microscopy of 25X magnification, and the representative failures of each group were observed in Scanning Electron Microscopy (SEM). 90 teeth were selected for the analysis of resin composite/dentin. The teeth were distributed and treated as previously described, except that just one

The photomicrographs were analyzed according to scores: 0 - absence of hybrid layer and resin tags; 1 - absence of hybrid layer and presence of resin tags; 2 - presence of hybrid layer present and absence of resin tags, and 3 - presence of hybrid layer and resin tags. The data obtained were submitted to Kruskal-Wallis's test. According to the results it could be concluded that: 1 - the decrease in etching time (7s) did not interfere in bond values, for all bond systems used; 2- there was negative correlation, solely, between P&B2.1\*etching time interaction; 3 - the pattern of failure analysis showed major predominance of mixed failures for all groups tested, except P&B 2.1, where failures for 7 and 15s were adhesives and for the 20s were composite cohesive; 4 - the resin composite/dentin area showed that the formation of hybrid layer and resin tags showed direct relation with the bond system used.

# 1. INTRODUÇÃO

O procedimento de união baseia-se inicialmente na desmineralização, do esmalte e/ou dentina, provocando a remoção de parte do conteúdo mineral do substrato para que, então, ocorra a penetração de monômeros resinosos nas irregularidades produzidas pela desmineralização. (HEYMANN & BAYNE, 1993; MILIA, LALLAI e GARCIA-GODOY, 1999)

Deve-se considerar desta forma, a influência do grau de mineralização na efetividade do processo de união, pois o tratamento do substrato, isto é, o condicionamento ácido da superfície dentária é primordial para que a união seja efetiva. (HEYMANN & BAYNE, 1993; CHAPPELL *et al.*, 1994; MILIA, LALLAI e GARCIA-GODOY, 1999)

Sendo a união influenciada diretamente pelo substrato (HEYMANN & BAYNE, 1993; MARSHALL *et al.*, 1997), e sabendo-se das diferenças existentes entre dentes permanentes e decíduos no que diz respeito à constituição química e morfológica, algumas pesquisas foram realizadas para a avaliação dos valores de resistência da união para dentes decíduos, que se mostraram diferentes dos permanentes. (SALAMA & TAO, 1991; ELKINS & McCOURT, 1993; KOUTSI *et al.*, 1994; ARAÚJO *et al.*, 1995; NÖR *et al.*,

1996; CADROY *et al.*, 1997; NÖR *et al.*, 1997; ARAÚJO *et al.*, 1997; EL KALLA & GARCIA-GODOY, 1998; OLMEZ *et al.*, 1998, TEBECHRANI, 1999).

Associado a isto, sistemas de união foram desenvolvidos com o intuito de reproduzir na dentina a retenção micromecânica que ocorria na estrutura do esmalte, após o condicionamento ácido (HARADA *et al.*, 2000). Entretanto, a presença de fluidos dentinários dificulta a união entre os sistemas de união hidrófobos e o substrato dentinário hidratado (VAN MEERBEEK *et al.*, 1994). Com o fraco desempenho desta técnica foram desenvolvidos sistemas de união que tinham o objetivo de reagir quimicamente com os componentes inorgânicos da dentina, sem remover a *smear layer* produzida pela remoção do tecido cariado e preparo cavitário (VAN MEERBEEK *et al.*, 1994).

Porém, a manutenção desta camada dificultava o processo de união, por ser considerada uma barreira que impedia o íntimo contato entre adesivo e aderente, dificultando o procedimento (JOHNSON *et al.*, 1991; BAIER, 1992; GWINNET, 1993; KOUTSI *et al.*, 1994; PERDIGÃO *et al.*, 1994). Segundo CHAPPELL *et al.*, (1994) uma união efetiva do substrato dentinário iniciar-se-ia com o tratamento da *smear layer*.

Sendo assim, sistemas foram desenvolvidos com o objetivo de se realizar o pré-tratamento da superfície dentinária. Estes atuavam ou removendo

totalmente a *smear layer* através de substâncias ácidas, ou modificando-a através de um *primer*, pois a união à dentina depende da permeação do agente de união à superfície desmineralizada (GWINNET & MATSUI, 1967), para a formação de uma região composta de colágeno, partículas minerais residuais e resina (camada híbrida) (NAKABAYASHI *et al.*, 1992; PASHLEY & CARVALHO, 1997; TAY *et al.*, 2000; PERDIGÃO *et al.*, 2000). Para HAMID *et al.* (1996); NAKABAYASHI & SAIMI (1996) e HASHIMOTO *et al.* (2002) a espessura da camada híbrida é um indicador da profundidade de desmineralização ocorrida durante o tratamento ácido.

Como as características do substrato variam em função do tipo de dente, da idade e de estímulos externos, e ainda entre decíduos e permanentes como já referido (HEYMANN & BAYNE, 1993), pesquisas têm sido realizadas para se avaliar o desempenho da união em dentes decíduos (ELKINS & McCOURT, 1993; HOSOYA *et al.*, 1996; ARAÚJO *et al.*, 1997; NÖR *et al.*, 1996; NÖR *et al.*, 1997; OLMEZ *et al.*, 1998; TEBECHRANI, 1999; CALDO-TEIXEIRA *et al.*, 2002).

Para que o condicionamento ácido seja efetivo, deve-se considerar a escolha do tipo de ácido, concentração e o tempo de aplicação do mesmo sobre a superfície (PUPPIN-RONTANI *et al.*, 2000), bem como, sua inter-relação

com o sistema de união de escolha. Sua efetividade irá depender, também, da superfície a ser tratada (esmalte ou dentina) e do tipo de dente (decíduo ou permanente).

Aliado a isto PUPPIN-RONTANI *et al.* (2000) enfatizaram a importância da escolha do ácido considerando-se a natureza (orgânica ou inorgânica), bem como, a concentração, visto que todos são capazes de remover ou alterar a *smear layer*, porém com diferentes graus de eficiência.

NÖR *et al.* (1996), OLMEZ *et al.* (1998) e CALDO-TEIXEIRA *et al.*, (2002a) demonstraram que a formação de uma camada espessa de camada híbrida em dentes decíduos foi significativamente maior, conseqüentemente os valores de resistência de união foram menores, pois quanto maior a espessura desta, menor a resistência de união, corroborando os achados, em permanentes, de PIOCH *et al.*, 1998.

Portanto, o ideal seria a formação de uma camada híbrida mais delgada e uniforme, e um protocolo diferenciado deveria ser estabelecido para o procedimento de união em decíduos.

Pouco se tem atentado para o desenvolvimento do processo de união em relação aos dentes decíduos, que têm demonstrado menor resistência da união em relação aos permanentes, quando empregado o mesmo protocolo.

O processo de união, como visto, é complexo envolvendo características físico-químicas tanto do adesivo quanto do aderente. Sendo assim, pesquisas devem ser direcionadas, em Odontopediatria, envolvendo a redução no tempo de trabalho e a máxima eficiência da união, considerando-se as características morfo-funcionais dos dentes decíduos.

Assim sendo, este estudo propõe-se a analisar a união compósito/dentina obtida através da utilização de diferentes sistemas de união em função do tempo de condicionamento, com o propósito de se assegurar um protocolo de união efetivo para dentes decíduos.



## *2. REVISÃO DA LITERATURA*

**BUONOCORE**, em 1955, relatou um método para aumentar a união da resina acrílica ao esmalte dental. Os métodos utilizados no tratamento do esmalte foram: uso de diluição de 50% de um material comercial reagente fosfomolibidênio contendo sódio-tungstênio associado a uma solução de ácido oxálico a 10%, visando remover a camada superficial do esmalte, tendo como possibilidade a ligação do grupo tungstênio ao esmalte; o segundo método consistia na aplicação de ácido fosfórico a 85%, para determinar o efeito da descalcificação na adesão. De acordo com os resultados, o autor concluiu que, o uso do ácido fosfórico e do ácido oxálico alteraram a superfície do esmalte e esta alteração gerou melhores resultados de resistência da união. Desta forma, o autor sugeriu que o procedimento de pré-tratamento da superfície dental deveria ser utilizado no selamento de fóssulas e fissuras como método de prevenção à cárie.

**GWINNET & MATSUI (1967)** analisaram a relação entre vários materiais adesivos e superfícies de esmalte, em nível microscópico e

permanentes superiores e caninos, divididos em 8 grupos (n=4), sendo selecionados 8 materiais. Os autores observaram que extensões de filamentosas como *tags* extensos foram vistos na interface materiais/esmalte tratado. Nenhum *tag* foi observado em superfície não tratada. O comprimento dos *tags* variou de acordo com o material utilizado. A observação das secções mostrou que a região de *tag* demonstrou uma densidade de elétrons aparentemente maior do que o tamanho do adesivo. A origem destes *tags* foi atribuída ao monômero que penetrou no interior dos prismas, polimerizando. Deste modo a penetração pode encapsular os componentes cristais de esmalte promovendo uma efetiva e permanente união mecânica, protegendo o esmalte de dissolução.

NAKABAYASHI *et al.* (1982) avaliaram a capacidade de penetração de monômeros no substrato dental, utilizando a resina 4 - META em superfícies de esmalte e dentina condicionadas com ácido cítrico e cloreto férrico a 1% e ácido cítrico a 10% e cloreto férrico a 3% (solução 10-3), respectivamente por 30s. Após a cimentação de cilindros de resina acrílica e armazenamento por 24h em água destilada a 37°C, os corpos-de-prova foram submetidos ao ensaio de tração à velocidade de 2 mm/min. A média da resistência da união à

tração foi de 18 MPa em dentina condicionada. A análise em Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) sugeriu que os monômeros possuem afinidade pelo substrato dentinário, pois infiltraram na dentina desmineralizada peri e intertubular. Os autores concluíram que os substratos dentais podem ser reforçados por monômeros biocompatíveis, contendo grupamentos hidrofóbos e hidrófilos, que penetram nas irregularidades e então polimerizam-se.

**TAGAMI *et al.***, em 1990, avaliaram a correlação entre permeabilidade e profundidade dentinária, e a resistência da união ao cisalhamento de diferentes sistemas de união. Foram selecionados trinta e seis dentes bovinos, divididos em 3 grupos: G1 (Scotchbond/Silux, sem tratamento dentinário), G2 (Clearfil F II e condicionamento da dentina com ácido fosfórico a 37% por 60s) e G3 (Superbond C&B/Clearfil F II e condicionamento da dentina com solução 10 - 3 por 30s). As coroas foram preparadas para o ensaio através da remoção de dois terços da raiz, removendo-se juntamente a polpa e então, as coroas foram fixadas a um aparelho para medir a permeabilidade dentinária. Em seguida, fez-se a remoção do esmalte até a obtenção de uma área de 4,5 mm em dentina. A permeabilidade e a resistência foram medidas e mais 0,5 mm de dentina desgastada para nova mensuração de permeabilidade e

resistência sendo os desgastes realizados até se aproximar da câmara pulpar. De acordo com os resultados, pôde-se observar que a correlação entre permeabilidade e profundidade dentinária é dependente da presença de *smear layer*, pois quando esta estava presente, como no G1, não houve redução significativa da resistência da união com o aumento da profundidade. Após a remoção da *smear layer*, G2 e G3, a união em dentina superficial foi significativamente maior e mais resistente à hidrólise do que à dentina profunda, que apresenta maior número de túbulos dentinários, conseqüentemente maior umidade e dificuldade de difusão do agente de união.

**SALAMA & TAO**, em 1991, avaliaram a resistência da união ao cisalhamento do sistema Gluma/Lumifor à dentina oclusal de primeiros e segundos molares decíduos. Os autores compararam os valores obtidos aos valores encontrados em dentes permanentes. Foram selecionados 36 dentes (12 decíduos e 24 permanentes - molares e pré-molares), cujas superfícies em dentina foram expostas, para que fosse feita aplicação dos sistemas de união de acordo com as instruções do fabricante, exceto o selador da dentina, que após aplicado foi fotoativado por 20s. Os corpos-de-prova foram armazenados em solução salina a 37°C por 24h e então submetidos ao ensaio de

cisalhamento à velocidade de 1mm/min. Os resultados revelaram que a resistência da união foi menor para dentes decíduos em relação aos molares e pré-molares permanentes. Sugerindo desta forma que esta diferença pode ser causada pelas diferentes espessuras de dentina remanescente, decorrente do preparo das amostras até a obtenção de uma área plana em dentina. E concluíram que, apesar da resistência de união ter sido inferior em dentes decíduos, o sistema Gluma/Lumifor apresentou uma união razoável à dentina.

RUEGGERBERGER *et al.* (1991) reportou em uma revisão da literatura sobre o substrato dental utilizado para avaliar a resistência da união, que todos os parâmetros utilizados para se definir um protocolo de pesquisa em relação à resistência da união deveriam ser padronizados, ou seja, desde a seleção do substrato (humano, bovino), solução utilizado para armazenamento da amostra até a época do processamento, tempo de armazenamento, preparo do substrato (desgaste com lixa, granulação das lixas), localização do dente (anterior, posterior), face do dente (vestibular, palatina e/ou lingual, proximal), quantidade de desgaste (profundidade de dentina remanescente). Pois de acordo com a literatura existem metodologias que são quase que impossíveis de se reproduzir, o que não deveria acontecer para não

posteriores comparações de resultados, enquanto outras são mal descritas dificultando a reprodução. Sendo assim, inúmeras pesquisas são realizadas com o mesmo intuito, porém, não podem ser comparadas devido à diversidade de fatores intrínsecos relacionados à metodologia utilizada.

RETIEF (1991) realizou uma revisão de literatura sobre os testes de resistência da união *in vitro* na qual foi reportado que os ensaios de cisalhamento e tração são os mais utilizados para a avaliação da resistência da união, sendo os dentes mais selecionados os humanos, armazenados em solução salina, cloramina ou formol por até seis meses antes do processamento. O substrato mais avaliado foi o dentinário, sendo este, desgastado com lixas de carbureto de silício de granulação 600. Considerando-se que a quantidade de dentina intertubular e a densidade tubular variam muito entre substratos, o autor sugere que seria interessante a padronização do desgaste dentinário para diminuir as probabilidades de variáveis no estudo. Ressaltando, desta forma, que a falta de padronização em estudos laboratoriais, devido às grandes variações entre metodologias aplicadas, gera diferentes resultados nos diferentes trabalhos encontrados na literatura, dificultando a comparação entre os mesmos.

**JOHNSON *et al.* (1991)** em revisão da literatura sobre os sistemas de união, reportaram que fatores como: dentinários, dentários, individuais e materiais devem ser considerados durante a escolha da utilização da técnica adesiva. Sendo a união afetada: 1 - pelo grau de umidade do substrato, que por sua vez, está relacionado com densidade e tamanho dos túbulos dentinários; 2 - esclerose da dentina, irá dificultar a união do material ao substrato; 3 - tamanho e forma da lesão cariosa, estrutura do esmalte ou dentina; 4 - *stress* oclusal, idade do paciente. Os autores concluem que para um melhoramento do sucesso clínico, deve-se promover um campo operatório limpo e seco, seguir as instruções dos fabricantes, ter em mente em que tipo de substrato se está trabalhando, saber "controlar" os fatores que podem influenciar o sucesso da técnica adesiva.

**BAIER (1992)** reportou os princípios da união, e que o entendimento do fenômeno da união material/substrato tem relação direta com a escolha do sistema de união. O autor relata que as propriedades da interface é dividida em zonas e que este fenômeno é que produz a união. Além disso, a variabilidade do material orgânico, foi importante, para o desenvolvimento de materiais

com propriedades de aumentar a energia de superfície, enfatizando que a dentina por possuir colágeno possui uma força intermolecular mais fraca, sendo assim desenvolvida a técnica úmida, promovendo o sucesso dos sistemas de quarta-geração.

NAKABAYASHI. *et al.*, em 1992, investigaram a união do 4-META/MMA-TBB a 5% na dentina humana vitalizada. Substratos dentinários *in vivo* foram pré-tratados por 10 ou 30s com solução 10-3, em seguida realizou-se o procedimento restaurador. Em seguida, os dentes foram analisados em Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV). Pôde-se concluir que a desmineralização não profunda do substrato dentinário, pode resultar em aumento da estabilidade e durabilidade da união com a dentina. Portanto, a presença de quantidades mínimas de minerais no substrato dentinário podem reter maior quantidade de hidroxiapatita, as quais, protegeriam o colágeno. A impregnação do colágeno e hidroxiapatita pelo 4-META/MMA-TBB cria uma camada híbrida que minimiza a hidrólise dos peptídeos do colágeno com o tempo, podendo promover maior durabilidade da união entre compósito e dentina.

**ELKINS & McCOURT**, em 1993, avaliaram *in vitro* a resistência da união ao cisalhamento de três sistemas de união (Scotchbond 2; All Bond e Amalgambond) em dentes decíduos. Foram selecionados 63 dentes decíduos. As superfícies vestibulares foram lixadas até expor superfície plana em dentina e após a realização dos procedimentos de acordo com as instruções dos fabricantes, as amostras foram armazenadas em água destilada a 37°C por 24h, termocicladas (800 ciclos, entre 6°C e 60°C, por 24h), e então submetidas ao ensaio mecânico de cisalhamento a uma velocidade de 0,5 mm/min até a fratura. Os padrões de fratura foram analisados e todos apresentaram falha do tipo adesiva, na interface agente de união/dentina. Os resultados mostraram que para todos as amostras a média da resistência da união para o Scotchbond 2 foi de aproximadamente metade da dos outros materiais. E que o Amalgambond obteve valores significativamente maiores do que o All Bond. Considerando-se o tipo de dente, os valores de resistência da união foram maiores para os incisivos quando comparados aos molares, para todos os materiais. Os autores concluíram que desconhecem a razão a qual gerou diferentes valores de resistência para os diferentes tipos de dentes.

**HEYMANN & BAYNE (1993)** através de revisão de literatura,

dissertaram sobre os conceitos da união dentinária, focando os fatores relacionados com o emprego da técnica adesiva. Dentre os fatores, os autores enfatizaram a importância de se entender as características envolvidas na união, como: *smear layer*, densidade, tamanho dos túbulos dentinários e esclerose da dentina. Afirmando que o entendimento destes fatores e sua relação com os sistemas de união, é que irão produzir sucesso clínico final quando se opta pela técnica adesiva.

GWINNETT, em 1993, desenvolveu um método para medir a contribuição da formação da camada híbrida na resistência da união compósito/dentina. Foram selecionados 40 dentes, divididos em 4 grupos (n=10), dos quais 30 dentes tiveram suas coroas seccionadas e as superfícies lixadas até expor dentina. Os grupos possuíam os seguintes tratamentos dados a *smear layer*: G1 - *smear layer* intacta; G2 - *smear layer* removida com Prophy Jet; G3 - condicionamento com ácido fosfórico a 10% por 20s; G4 - dentina exposta no sentido transversal, por meio de uma fratura no meio da coroa. As superfícies foram tratadas com All Bond 2, seguido da inserção em incrementos do compósito odontológico P50. Em seguida, as amostras foram armazenadas em água destilada a 37°C por 24h, e então submetidas ao

ensaio de cisalhamento a uma velocidade de 5mm/min. Para demonstrar as características topográficas da superfície tratada e características morfológicas da interface exposta ao tratamento com ácido fosfórico a 10% por 5min, em MEV, foram preparadas amostras adicionais. Os resultados demonstraram que G3 obteve os maiores valores, e que G1 apresentou os menos valores. Quanto às características morfológicas da interface, o autor observou que não houve penetração do agente de união quando a *smear layer* foi mantida intacta; menos de 2% dos túbulos foram infiltrados no G2, sendo que houve a penetração da resina em todos os túbulos expostos no G4 e somente no G3 observou-se infiltração nos túbulos e na região intertubular. Pôde-se concluir que: 1- o método pode ser usado para quantificar e calcular a contribuição do infiltrado de resina na resistência da união ao cisalhamento; 2- a resina penetrada pode contribuir em aproximadamente 1/3 da resistência ao cisalhamento para os sistemas de união testados; 3- metade da resistência da união é devida a penetração da resina nos túbulos dentinários expostos e a outra metade da hibridização da dentina intertubular; e 4- a resistência da união compósito/dentina mostrou ser dependente da área da superfície envolvida e da qualidade da interação da resina com o substrato.

**SALAMA**, em 1994, avaliou e comparou padrões de condicionamento ácido, resistência da união e padrões de fratura do sistema Gluma/Lumifor na superfície vestibular de molares decíduos. Foram selecionados 34 molares decíduos hígidos, distribuídos em 2 grupos: G1 - 24 dentes utilizados para avaliar a resistência da união do Gluma/Lumifor, seguido da aplicação de ácido fosfórico a 37%; e o G2 - a dentina tratada com ácido fosfórico por 40s, enxaguada por 15s e seca, sendo armazenadas em um dissecador até serem metalizadas. O sistema Gluma foi aplicado de acordo com as instruções do fabricante, exceto pelo uso de ácido fosfórico a 37% por 40s em 12 amostras, enquanto as outras 12 amostras foram condicionadas com Gluma Cleanser por 40s antes da aplicação do *primer*. O armazenamento foi feito em solução salina, a 37°C por 1 semana, até a realização do ensaio de resistência à tração (Instron) à velocidade de 0,5 mm/min. Os resultados mostraram que a resistência da união à tração foi maior no grupo tratado com Gluma Cleanser quando comparado ao grupo condicionado com ácido fosfórico a 37%. A análise em MEV demonstrou que as amostras tratadas com Gluma Cleanser apresentaram remanescentes de compósito e/ou agente de união. Algumas amostras apresentaram grande quantidade de túbulos abertos com a presença dos prolongamentos resinosos. As amostras tratadas com ácido

fosfórico a 37% mostraram prolongamentos resinosos obliterando parcialmente os túbulos dentinários. O compósito fraturado neste grupo revelou numerosos prolongamentos resinosos. O autor concluiu que o sistema Gluma/Lumifor fornece moderada resistência à tração quando aplicado o Gluma Cleanser, enquanto àquelas tratadas com ácido fosfórico não demonstraram grande efeito na resistência à tração do sistema Gluma/Lumifor.

CHAPPELL *et al.* (1994) avaliaram o efeito de seis sistemas de união (All Bond 2 - AB2, Syntac, Prisma Universal Bond 3 - PUB3, Scotchbond Multi-Purpose - SBMP, Tenure Solution - T e Adhesive by Choice - ABC) na superfície dentinária. Foram selecionados terceiros molares, que após tratados de acordo com as instruções do fabricante, foram preparados para análise em MEV. As fotomicrografias foram realizadas a cada etapa do processo de união, com o intuito de se observar o que cada componente do sistema de união produzia na superfície dentinária. De acordo com os resultados nenhum sistema de união utilizado sem a realização de condicionamento ácido, valendo-se apenas do *primer* foi capaz de remover a *smear layer*, sendo assim o autor relata que o tratamento da *smear layer* poderia produzir uma união efetiva do material com o substrato.

VAN MEERBEEK *et al.* (1994) avaliaram através de MEV a interface produzida por um sistema de união quando aplicado sobre dentina esclerótica, comparando os resultados com àqueles observados em dentina normal. De acordo com os achados, observou-se que em dentina esclerótica houve uma formação limitada de camada híbrida, e sem formação de prolongamentos resinosos. Sendo assim, os autores salientam a importância de se conhecer o substrato em que se está trabalhando, para uma melhor escolha do sistema de união e "estratégia" de utilização. E também que, sistemas de união deveriam ser desenvolvidos para produzir valores de resistência similares para todos os tipos de substrato.

KOUTSI *et al.*, em 1994, mediram a permeabilidade dentinária de molares decíduos e pré-molares, alterando a profundidade em relação à câmara pulpar e, verificaram a correlação entre a permeabilidade dentinária e densidade e diâmetro dos túbulos dentinários utilizando MEV. Foram extraídos 50 molares decíduos e 10 pré-molares. Durante o preparo das amostras as raízes foram seccionadas a 1 mm da junção amelo-dentinária e os dentes embutidos em resina. As coroas foram conectadas pela câmara pulpar com um aparelho utilizado para medir a permeabilidade. A superfície utilizada

foi a vestibular e após a remoção do esmalte foram feitas as medidas de permeabilidade. Cada medida foi repetida por 4 vezes, sendo as amostras preparados da seguinte forma: 2 gotas de EDTA a 0,5M foram colocadas na dentina por 2min, para remover a *smear layer*, fez-se o enxágüe com água destilada por 5s. Este procedimento foi seguido de uma fotografia. Fez-se o polimento, e a espessura, a permeabilidade com e sem a presença de *smear layer* foram novamente medidas, e fotografadas. Estas etapas foram realizadas 4 vezes, até que pudesse ser observada a proximidade com a câmara pulpar. Em seguida, as amostras foram removidas do embutimento e seccionadas no sentido vestibulo-lingual, para verificar se a espessura de dentina remanescente próxima à polpa era de 0,01mm. Os cálculos foram feitos baseando-se na espessura inicial e final, e a profundidade de cada etapa realizada, foi calculada e expressa em percentagem do total de espessura de dentina. Devido às variações na permeabilidade entre os dentes, os resultados foram expressos em percentagem de condutibilidade hidráulica máxima da dentina tratada com EDTA, em cada superfície de dente. Deste modo, cada dente serviu como próprio controle. Para a análise em MEV, 5 dentes hígidos foram selecionados e preparados com 4 desgastes na superfície vestibular. Para cada desgaste, foi criada uma *smear layer* removida utilizando-se

óxido de alumínio. Em seguida, a dentina exposta foi colocada em ultra-som por 15min, para a remoção de *smear layer* e *plugs*, e conseqüentemente melhor visualização em MEV. A densidade foi determinada em um aumento de 480X, e o diâmetro dos túbulos em 6000X. A MEV não foi feita nos pré-molares, pois tais dados já podiam ser encontrados na literatura. De acordo com os dados, observou-se que a permeabilidade de todos os dentes aumentou com a diminuição da espessura da dentina. A remoção da *smear layer* resultou em significativo aumento na permeabilidade. Entretanto, a permeabilidade em pré-molares foi significativamente mais alta do que em molares decíduos. A densidade e o diâmetro dos túbulos em molares decíduos foram menores do que os valores registrados para dentes permanentes e pôde-se considerar que os molares decíduos possuem menor permeabilidade devido à presença de menor densidade e diâmetro tubular.

SANO *et al.* (1994) avaliaram a relação entre área de superfície testada e sistemas de união. Foram selecionados molares humanos, que tiveram suas superfícies oclusais desgastadas para se obter superfície em dentina. Após o polimento da superfície com lixas (#600), fez-se o tratamento de acordo com o material selecionado (Scotchbond Mutli-Purpose Plus -

SBMP; Clearfil Liner Bond 2 - CLB ou Vitremer - V). Após o armazenamento em água por 24h, obteve-se de cada amostra, fatias de espessura entre 0,5 - 3mm, sendo sua interface desgastada para se obter uma amostra na forma de "ampulheta", realizando-se então o ensaio mecânico. De acordo com os resultados pôde-se observar que quanto menor a área testada maior o valor de resistência obtido, sendo o CLB2 mais eficaz do que SBMP e V. Os autores concluíram que a maior incidência de falhas foi do tipo adesiva, além de sugerirem que os corpos-de-prova deveriam ter no máximo 1,8mm<sup>2</sup>.

**PERDIGÃO *et al.***, em 1994, avaliaram a resistência da união ao cisalhamento de quatro sistemas de união em substratos dentinários com diferentes níveis de mineralização. Foram selecionados 120 molares, aleatoriamente divididos em 3 grupos (n=40). Após a exposição do terço médio da dentina, as amostras foram hipermineralizadas artificialmente por imersão em solução remineralizadora, desmineralizadas em solução desmineralizadora à base de ácido acético, ou armazenada em água destilada, para simular dentina esclerótica, cariada e normal, respectivamente. Um compósito odontológico foi inserido na superfície preparada utilizando-se 4 sistemas de união (All-Bond 2, Amalgambond Plus, Prisma Universal Bond 3 e Scotchbond Multi-Purpose),

de acordo com as instruções dos fabricantes. Todas as amostras foram termocicladas (2000 ciclos) e então submetidas ao ensaio de cisalhamento (Instron) à velocidade de 0,5 mm/min. As interfaces compósito/dentina foram também examinadas em MEV. De acordo com a análise estatística, para cada sistema de união, a média de resistência ao cisalhamento em dentina normal foi significativamente maior do que nos outros substratos. A resistência da união em dentina hipermineralizada foi significativamente maior do que em dentina desmineralizada para todos sistemas de união, exceto Prisma Universal Bond 3. Os autores sugeriram que devido aos baixos valores de união em dentina desmineralizada, a infiltração do agente de união na dentina é o fator mais importante para a união, do que a adesão química ao colágeno. Já os resultados em dentina hipermineralizada sugerem que a obliteração total ou parcial dos túbulos e dentina intertubular com deposição de minerais pode impedir a penetração adequada do agente de união e o correto condicionamento ácido do substrato. Em situações clínicas de hipermineralização (dentina esclerótica) retenção mecânica apropriada deveria ser utilizada.

**BARKMEIER *et al.***, em 1995, avaliaram a resistência da união ao cisalhamento, microinfiltração marginal e os efeitos do sistema de

união Clearfil Liner Bond 2 (CLB2) em esmalte e dentina através de MEV. Foram preparadas 25 superfícies planas em esmalte e dentina. O sistema de união CLB2 e o compósito Clearfil AP-X foram utilizados em esmalte e dentina seguindo-se as instruções do fabricante. Após o preparo dos corpos-de-prova, e armazenamento por 24h, submetendo-os ao ensaio de cisalhamento (Instron) à velocidade de 5 mm/min. Para o teste de microinfiltração, cavidades Classe V foram preparadas com margens em esmalte e cemento. Os dentes foram armazenados por 24h, termociclados (650 ciclos), imersos em solução de nitrato de prata, seccionados e examinados em MEV. A avaliação em MEV foi realizada para observar os efeitos dos passos do tratamento com CLB2 tanto em esmalte quanto em dentina. De acordo com os resultados, os valores de resistência da união para esmalte foram maiores do que para dentina. As margens em esmalte não apresentaram microinfiltração. Apenas 3 dos 50 dentes apresentaram mínima microinfiltração nas margens em cemento. Não houve diferença significativa entre a microinfiltração nas margens em esmalte e cemento. As observações em MEV demonstraram a penetração da resina tanto na superfície do esmalte quanto na dentina condicionada. Concluindo que, o sistema de união CLB2 apresentou um bom desempenho em relação à resistência da união, microinfiltração e formação de prolongamentos

resinosos.

JACOBSEN & SÖDERHOLM, em 1995, avaliaram hipóteses de como: 1) a resistência da união de *primers* contendo HEMA é afetada pelos diferentes solventes (água ou acetona), 2) o tempo de aplicação destes *primers* afeta a resistência da união, e 3) o grau de conversão dos sistemas de união é afetado pela presença da água. Foram selecionados 32 dentes bovinos, que tiveram a superfície vestibular desgastada até expor área plana em dentina. Os dentes foram aleatoriamente distribuídos em 4 grupos (n=8). As superfícies dentinárias foram condicionadas com ácido fosfórico a 10% por 30s, lavadas e secas com papel de filtro. Em seguida, foi aplicado na superfície condicionada o *primer* contendo HEMA/água ou HEMA/acetona por 30 ou 120s, seco, coberto com agente de união e fotoativado. Cilindros de compósito odontológico P-50 foram unidos à superfície e, então os corpos-de-prova armazenados por 24h em água destilada. Em seguida, foram submetidos ao ensaio de cisalhamento à velocidade de 0,5 mm/min. O grau de conversão da resina HEMA/Bis-GMA contendo 0,05, 0,1, 0,2, 0,4 e 0,8 mL de água por mL de compósito odontológico foi determinado através da espectrofotometria infravermelha de Fourier transformada (FTIR). Os resultados demonstraram que os grupos com

solvente à base de acetona apresentaram os maiores valores de resistência comparados aos grupos com solvente à base de água. Ao contrário do sistema à base de acetona, o *primer* contendo água obteve valores de resistência aumentados com o aumento do tempo de aplicação. O grau de conversão da resina foi 53,5% e diminuiu para 25% com o acréscimo maior ou igual a 0,2 mL de água por mL de resina. Concluindo, comparado com a acetona a água é um solvente inferior para sistemas contendo HEMA, pois requer um tempo de aplicação maior e apresenta resistência da união menor do que a acetona. Além disso, a água interfere na polimerização do compósito enfraquecendo a união compósito/dentina.

**PASHLEY *et al.* (1995)** através de revisão de literatura, reportaram inúmeras variáveis que podem influenciar os testes de união, e que estas diferenças é que irão promover a variabilidade existente nos resultados da literatura. Um dos fatores citado pelos autores é o tamanho da área a ser testada, pois quanto maior a área maiores serão as probabilidades de existirem defeitos que irão induzir maior quantidade de falhas coesivas e conseqüentemente menores valores de resistência, devido a isto, existe uma tendência em se utilizar menores áreas, no máximo 2mm<sup>2</sup>, como utilizado para o

teste de microtração. Tal teste característico por apresentar maior número de falhas adesivas, facilidade de se obter maior número de amostras a partir de um mesmo dente, possibilidade de se realizar avaliação regional da área unida, e principalmente, a possibilidade da realização do teste simulando condições clínicas.

*ARAÚJO et al.*, em 1995, através de revisão da literatura relataram os aspectos da dentina e as diferenças existentes entre dentes decíduos e permanentes. A dentina é composta por 70% de material inorgânico (cristais de hidroxiapatita), 18% de material orgânico (principalmente colágeno) e 12% de água. Sendo o componente mineralizado do complexo dentina/polpa; caracteriza-se por ser permeada por túbulos dentinários (10% do volume total da dentina coronária). Quanto às diferenças entre decíduos e permanentes observa-se: diferenças morfológicas, variações de espessura, permeabilidade, dureza e alterações estruturais dentinárias e pulpares. Os dentes decíduos são menores, as coroas são menos mineralizadas, a câmara pulpar e condutos radiculares geralmente maiores do que os permanentes. Além de possuírem permeabilidade maior, devido ao maior diâmetro dos túbulos dentinários. Em relação ao comportamento frente à dinâmica des-mineralização, nos

dentes decíduos a progressão da lesão cariiosa é mais rápida em condições semelhante aos permanentes, e as formações de defesa (dentina reparadora ou terciária e dentina esclerosada) são de menor intensidade. Frente ao procedimento de união os dentes decíduos apresentam resistência da união algumas vezes menor ou comparável à apresentada pelos permanentes. Para o sucesso clínico das restaurações em compósito odontológico em dentes decíduos deve-se seguir os mesmos cuidados com o substrato e com a aplicação dos materiais daquelas indicadas para permanentes.

NÖR *et al.*, em 1996, compararam a espessura da camada híbrida produzida por dois sistemas de união, em dentes decíduos e permanentes. Foram extraídos 20 dentes hígidos (10 dentes decíduos e 10 permanentes) e distribuídos em 4 grupos (n=5). Para uma melhor reprodução das condições *in vivo*, os procedimentos foram realizados simulando-se a pressão pulpar. Os sistemas avaliados foram: All Bond/Bisfil P System (ácido fosfórico a 10%) e Scotchbond Multi Purpose/ Z100 (ácido maléico a 10%), em dois tempos de condicionamento (7 e 15 s). O condicionamento ácido das áreas, embora aleatoriamente localizadas, foi feito em uma seqüência padrão. A primeira área a ser condicionada foi a que recebeu condicionamento por 15s. Quando a

primeira área tinha sido condicionada por 8s, o ácido foi aplicado na segunda área (7s). Todas as amostras foram lavadas em água destilada por 30s. Desta forma, todos os procedimentos de condicionamento foram feitos de uma só vez, e conseqüentemente, todas as áreas receberam a mesma quantidade de irrigação de água, em seguida os dentes foram secos por 1 ou 2s, e só então o *primer* foi aplicado em 5 camadas para All Bond e 1 camada para SBMP, fez-se a secagem por 5s, em ambos os grupos. Uma fina camada de agente de união foi aplicada e a fotoativação feita por 20s. O compósito odontológico foi inserido em incrementos e fotoativado por 60s. Depois de 24h de simulação de pressão intra-pulpar, os dentes foram removidos da resina acrílica e preparados para fratura. As amostras fraturadas foram preparadas para avaliação em MEV. A medida da espessura da camada híbrida foi realizada em MEV com aumento de 13.000X. Os resultados mostraram que a camada híbrida produzida foi significativamente mais espessa em decíduos do que em permanentes, sugerindo que os decíduos são mais reativos ao condicionamento ácido. Nenhuma diferença foi observada na camada híbrida produzida pelos sistemas de união utilizados neste estudo. O aumento da espessura da camada híbrida em decíduos (25 a 30%) e subseqüente penetração incompleta do agente de união no interior da dentina desmineralizada podem contribuir

com menores valores de resistência da união. O autores reportaram que, se uma camada híbrida mais delgada e uniformemente difundida é o ideal de união dentinária, conclui-se, então, que um diferente protocolo deveria ser indicado para produzir camada híbrida em dentes decíduos.

**HAMID *et al.*** (1996) avaliaram a possibilidade da concentração (ácido fosfórico a 10% e 37%) e tempo prolongado (15, 30 e 60s) de pré-tratamento dentinário influenciariam o aumento da permabilidade do HEMA. Foram selecionados 70 dentes humanos, divididos em 7 grupos (n=10) e tratados de acordo com os variáveis em estudo. Em seguida, o desempenho da união foi analisado através da utilização de um líquido cromatográfico. De acordo com os resultados, observou-se que o aumento na concentração do ácido associado com tempos prolongados de condicionamento aumentaram a permeabilidade dentinária, além de que maior desmineralização induz a maior probabilidade de colapso do colágeno.

**HOSOYA *et al.***, em 1996, avaliaram a eficácia do agente condicionador, a resistência da união ao cisalhamento e o padrão de fratura de 3 sistemas de união em dentes permanentes e compararam seu desempenho com

dentec decíduos. Foram selecionados 92 dentes bovinos. As superfícies vestibulares foram lixadas até a obtenção de dentina. As amostras foram distribuídas em 3 grupos, de acordo com o sistema de união utilizado: G1 - All Etch, *Primer A e B*, Agente de União Dentin/Enamel (Bisco Inc.); G2 - Solução 10-3, *Superbond primer*, *Superbond D Liner* (Sunmedical Co.); G3 - agente condicionador *CA*, *AS primer*, *Clearfil Photo Bond*, *Protect Liner* (Kuraray). O G3 foi subdividido em 2 sub-grupos: no G3A o agente condicionador foi aplicado por 10s e G3B por 1min. Para avaliação da eficácia do agente condicionador foram utilizadas 4 amostras para cada grupo. O agente condicionador foi aplicado pelo tempo recomendado pelo fabricante, lavado e seco, e as amostras preparadas para observação em MEV. Utilizou-se 80 amostras para avaliação da resistência da união. As superfícies vestibulares planificadas foram tratadas com os sistemas de união e os respectivos compósitos inseridos nas matrizes e colocados sobre as superfícies tratadas. Em seguida, as amostras foram mantidas expostas ao ar por 30 min e então armazenadas em água destilada a 37°C por 24 h. Após o armazenamento, metade das amostras foram termocicladas por 10.000 ciclos (4°C e 60°C) para que então, todas as amostras fossem submetidas ao ensaio mecânico de cisalhamento à velocidade de 0,5mm/min. Os padrões de fratura

foram observados em MEV para classificação quanto ao tipo mais freqüentemente encontrado. De acordo com os resultados e comparando-os com os trabalhos realizados previamente em dentes decíduos, os autores observaram e concluíram que tanto em dentes decíduos quanto em permanentes a eficácia dos agentes condicionadores do All-Etch foi similar à solução 10-3, porém maior do que o agente condicionador CA. Nos grupos 1 e 2 o número de falhas coesivas em compósito foi significativamente maior em permanentes do que em decíduos. Para todos os grupos e sistemas de união, a resistência da união em decíduos foi maior do que em permanentes, exceto para o G3B. Os autores sugerem que esta diferença esteja relacionada a diferenças na metodologia (área da união), idade dos dentes e grau de calcificação.

**NAKABAYASHI & SAIMI**, em 1996, avaliaram a confiabilidade da união de um *primer* autocondicionante aplicado à dentina não desmineralizada e livre de *smear layer*, e examinaram a interface compósito/dentina em MEV e MET para determinar o tempo de aplicação adequado para o desenvolvimento de camada híbrida rica em cálcio, ou seja, como se fosse dentina "intacta". Superfícies planas em dentina de dentes bovinos foram preparadas com

lixas de granulação 600 e polidas com pastas adiamantadas. Em seguida, foram limpas em ultrassom para remoção completa da *smear layer*. A área da união foi delimitada e o *primer* autocondicionante (solução aquosa de fenil-P a 20% e HEMA a 30%) aplicado às superfícies por 30 (Grupo 1) ou 60s (Grupo 2). Em seguida, o agente de união à base de fenil-P e TEGDMA e o compósito foram aplicados. Em um terceiro grupo (controle) o *primer* não foi aplicado, somente o agente de união e o compósito. Após o preparo, as amostras foram mantidas expostas ao ar por 30 min e então armazenadas em água destilada a 37°C por 24h. Em seguida, submetidas ao ensaio mecânico de tração à velocidade de 1mm/min. Os resultados obtidos revelaram que não houve diferença nos valores de resistência para os diferentes tempos de aplicação do *primer* (30 e 60s), entretanto, tais valores foram maiores do que no grupo controle (sem aplicação do *primer*). Os resultados de MEV e MET demonstraram um aumento na espessura da camada híbrida com o aumento no tempo de aplicação do *primer*. Tal aplicação promoveu desmineralização da dentina "intacta", devido à acidez dos monômeros, proporcionando formação de canais de difusão através dos quais ocorreu a penetração do agente de união. Os autores concluíram que uma camada híbrida mais uniforme, sem irregularidades, é formada através da utilização do *primer* autocondicionante. Entretanto, a

remoção da *smear layer* previamente à aplicação do *primer* seria importante, pois facilitaria a penetração deste na dentina "intacta", rica em cálcio, visto que os constituintes da *smear layer* poderiam consumir grandes quantidades de fenil-P e prolongar o tempo necessário para que este se difundisse e alcançasse a dentina subjacente.

PERDIGÃO *et al.*, em 1996, avaliaram a interação de seis sistemas de união com a dentina *in vivo* através da avaliação do aspecto morfológico da interface compósito/dentina. Neste estudo os autores descrevem a técnica para o processamento das amostras para avaliação em MEV, sendo as amostras fixadas em solução de Glutaraldeído a 2,5% tamponada com tampão cacodilato de sódio, pH 7,4, por 12 horas a 4°C. Após a fixação, as amostras foram imersas em 20mL de tampão cacodilato de sódio pH 7,4 por 1h com 3 trocas da solução, seguida de lavagem com água destilada por 1min. Em seguida, as amostras foram desidratadas em soluções ascendentes de etanol (25% por 20 min, 50% por 20min, 75% por 20min, 95% por 30min e 100% por 60min). Após a última solução de etanol, as amostras foram secas por imersão em HMDS por 10min, colocadas sobre um papel de filtro, cobertas com um vidro, e então, deixadas a temperatura ambiente. Para a realização do procedimento de

desmineralização e desproteíntização, as amostras foram imersas em solução de ácido clorídrico 6N por 30s e então desproteíntizadas em solução de NaOCl a 1% por 10 min. Após a secagem os espécimes foram posicionados nos *stubs* e metalizados para observação em MEV.

TAY *et al.*, em 1996, avaliaram a micromorfologia da interface compósito/dentina quando dois sistemas de união à base de acetona (One-Step - OS e Prime & Bond 2.1 - PB) foram aplicados em dentina condicionada sob diferentes condições de umidade. Quarenta e oito discos de dentina de 1mm foram condicionados com ácido fosfórico a 10% por 20s e lavados por 20s, sendo aleatoriamente divididos em 4 grupos de acordo com as condições de umidade da dentina antes da aplicação do sistema de união, sendo: G1 - seca por 30s; G2 - seca por 3s; G3 - relativamente úmida e G4 - umidade excessiva. Os sistemas de união (OS e PB) foram aplicados de acordo com as instruções dos fabricantes. Os pares de discos de dentina tratados foram unidos com resina para obtenção de 2 "tiras" de 2mm de largura, preparadas para observação da interface em MEV. De acordo com os resultados, o aspecto micromorfológico dos dois sistemas de união foi essencialmente similar. Ambos foram afetados com o processo de secagem excessiva ou umidade

excessiva, não havendo infiltração adequada da resina na dentina condicionada. O padrão ideal de infiltração da resina foi encontrado para o grupo cujas fibras de colágeno expostas foram mantidas úmidas, porém, sem excesso de umidade. Desta forma, os autores relatam que para a obtenção de uma ótima integridade interfacial com a infiltração da resina na dentina desmineralizada, utilizando os sistemas à base de acetona, é necessária a obtenção de um substrato adequadamente úmido, além da evaporação completa do excesso de água antes da fotoativação do agente de união.

*ARAÚJO et al.*, em 1997, determinaram a resistência da união ao cisalhamento de 3 sistemas de união, bem como a presença ou ausência da camada híbrida em dentina de dentes decíduos. As superfícies de 40 molares decíduos recentemente extraídos, hígidos, foram lixadas até expor dentina. Os sistemas de união utilizados foram: All Bond (AB), Scotchbond Multi Purpose (SBMP) e Amalgambond. Os dentes foram aleatoriamente distribuídos em 8 grupos (n=5, sendo 10 superfícies), os quais foram divididos da seguinte maneira: 1- dentina não condicionada e seca + AB; 2- dentina não condicionada e úmida + AB; 3- dentina condicionada por 15s com ácido fosfórico a 10% e seca + AB; 4- dentina condicionada como no grupo 3 e deixada úmida +AB; 5-

dentina condicionada com ácido maleico a 10% por 15s e seca + SBMP; 6- dentina condicionada como no grupo 5 e deixada úmida + SBMP; 7- dentina condicionada com ácido cítrico e seca + Amalgambond; 8- dentina condicionada como no grupo 7 e deixada úmida + Amalgambond. Todas as amostras foram armazenadas em água destilada por 48h, e então termocicladas por 1.000 ciclos (banhos de 5°C e 55°C, 30s cada) para que a resistência da união ao cisalhamento fosse testada. Os locais de fratura foram examinados visualmente e os mais característicos selecionados para análise em MEV. Para cada grupo, 1 dente adicional foi utilizado para preparar duas cavidades classe V, que foram restauradas de acordo com as especificações de cada grupo, seccionadas e examinadas em MEV. Os resultados não demonstraram nenhuma diferença estatística significativa entre os grupos, para os valores de resistência da união ao cisalhamento. Entretanto, houve uma tendência de aumento da resistência da união em dentina úmida, bem como mais ocorrência de falhas do tipo coesiva foram encontradas, porém os valores de resistência não foram relacionados aos tipos de falhas. A avaliação em MEV mostrou que a *smear layer* foi removida em todos os grupos expondo os túbulos dentinários infiltrados com resina, além de haver presença de camada híbrida em todos as amostras.

CADROY *et al.*, em 1997, avaliaram a resistência da união ao cisalhamento e a micromorfologia da interface compósito/dentina em dentes decíduos, utilizando sistemas de união hidrofílicos. Foram selecionados 66 molares decíduos hígidos, que tiveram suas superfícies vestibulares lixadas até a obtenção de área em dentina. Após o preparo das superfícies, as amostras foram aleatoriamente distribuídas em 4 grupos (n=16) de acordo com o sistema de união utilizado: G1 - Dentastic; G2 - One-Step; G3 - Prime & Bond 2.0; G4 - Compoglass SCA. Os sistemas de união foram aplicados de acordo com as instruções dos fabricantes, e então após o armazenamento foram submetidas ao ensaio mecânico. As superfícies fraturadas foram observadas em Microscópio Estereoscópico e 3 amostras de cada grupo foram selecionadas para avaliação do padrão de fratura em MEV. Para avaliação da micromorfologia da interface compósito/dentina em MEV, foram selecionadas 3 amostras de cada grupo, desde que termocicladas e não cisalhadas. De acordo com os dados, os autores observaram que os sistemas de união Dentastic, Prime & Bond e Compoglass não diferiram entre si, entretanto foram estatisticamente superiores ao sistema One-Step. Os autores atribuíram esta diferença às diferentes técnicas de aplicação dos materiais. Para todos os grupos a maior ocorrência de falhas foi do tipo

coesiva em resina ou em dentina. Além disso, todas as amostras apresentaram formação da camada híbrida com presença de prolongamentos resinosos. Concluiu-se que somente as médias de resistência da união não serviriam como informação viável na seleção de materiais, visto que todos os sistemas de união utilizados neste estudo tiveram desempenho semelhante, com formação de camada híbrida uniforme.

**GORDAN *et al.***, em 1997, avaliaram a resistência da união ao cisalhamento de 2 sistemas de união contendo monômeros acídicos no *primer* (Clearfil Liner Bond 2V - CLB2V e Denthesive II - DTII), comparados ao controle (Scotchbond Multi Purpose Plus). Os sistemas foram aplicados em superfícies de esmalte e dentina com ou sem a realização do condicionamento ácido, de acordo com as instruções dos fabricantes. Após o procedimento de união, o compósito Silux Plus foi aderido à superfície e as amostras armazenadas em água destilada por 48 h. Em seguida, foram termocicladas (500 ciclos), para então serem submetidas ao ensaio mecânico. Os resultados demonstraram que houve diferença significativa entre os grupos. Os valores de resistência da união ao esmalte foram maiores para os sistemas DTII com condicionamento e CLB2V sem condicionamento, comparados aos

demais grupos. Em dentina, os valores de resistência da união foram maiores para os sistemas CLB2V com ou sem condicionamento comparados ao sistema DTII sem condicionamento. Conclui-se desta forma, que o condicionamento ácido deve ser realizado antes da utilização do sistema DTII. O sistema CLB2V apresentou valores de resistência da união adequados e comparáveis ao grupo controle, com ou sem o condicionamento ácido da superfície em esmalte ou dentina.

**MARSHALL *et al.***, em 1997, definiram através de revisão de literatura sobre a microestrutura do substrato dental e propriedades relacionadas ao processo de união que a dentina é considerada um compósito complexo hidratado composto por 4 elementos: o túbulo dentinário, a dentina peritubular altamente mineralizada, a dentina intertubular composta por colágeno e hidroxiapatita e o fluido dentinário. A organização estrutural e as variações na microestrutura são reflexos de influências formativas, como tamanho e forma dental, além de alterações causadas pela idade, injúria ou patologias. Porém, apesar da grande variabilidade existente, de uma maneira geral, a dentina tem 50% de seu volume representado por hidroxiapatita, 30% de matriz orgânica (essencialmente colágeno tipo I) e 20% de fluido dentinário. Os

componentes, estrutura e propriedades da dentina variam de acordo com sua localização dentro do órgão dental. A resistência da união ao cisalhamento difere-se de acordo com a proximidade da polpa e é dependente da orientação dos túbulos. Características estruturais e mecânicas das formas normal e alterada da dentina (dentina esclerótica) em relação ao seu impacto nos procedimentos de união, enfatizam a necessidade do mecanismo de união tornar-se devidamente esclarecido, para que a união entre o material restaurador e a dentina seja efetiva, aumentando a resistência da união e longevidade da restauração. Para tanto, o conhecimento das propriedades mecânicas do esmalte, dentina e material restaurador são requisitos essenciais para prever o comportamento da interface dente-restauração. Outro pré-requisito de igual importância para uma união adequada é a necessidade de uma "íntima" relação entre o substrato e o agente de união, sendo a umidade inerente da dentina considerada um "problema", pois dificulta a união. Nesse ponto, os autores relataram problemas advindos da manutenção da *smear layer*, cuja fragilidade inerente permite a obtenção de valores muito baixos de união à superfície dentinária. Por isso, atualmente preconiza-se a remoção dessa camada através de condicionamento ácido, gerando desmineralização da dentina inter e peritubular permitindo efetiva penetração de

monômeros e formação de camada híbrida. Desta forma, concluíram que uma maior compreensão do substrato dentinário é de fundamental importância para o desenvolvimento dos procedimentos de união.

NÖR *et al.*, em 1997, compararam o efeito de dois agentes condicionadores dentinários na micromorfologia da dentina de decíduos e permanentes. Foram selecionados molares hígidos, divididos em de 4 grupos: ácido fosfórico a 10% (All Bond 2) ou ácido maleico a 10% (Scotchbond Multi-Purpose), e o tempo de tratamento (sem condicionamento, 7, 15 e 30s). Neste estudo a pressão intra-pulpar foi utilizada para simular a pressão tecidual observado *in vivo*. Em todas as amostras realizou-se análise em MEV, feita por 3 examinadores. Os critérios de avaliação foram: número de túbulos que permaneceram abertos ou completamente obliterados pela *smear layer*, condição da dentina peritubular na abertura dos túbulos (removida ou intacta) e a topografia da dentina intertubular (uniforme ou irregular). Os resultados indicaram que a *smear layer* foi removida mais facilmente dos dentes decíduos do que dos permanentes, o que sugere maior reatividade ao condicionador ácido. Os autores também observaram que um longo tempo de aplicação do agente condicionador removeu maior quantidade de *smear layer*.

Comparando-se decíduos e permanentes, os resultados deste estudo indicam que se requer menos tempo para o apropriado condicionamento ácido em decíduos. Um protocolo diferenciado para união (7s de condicionamento ácido) em decíduos resultou em uma morfologia característica semelhante a do permanente.

**PASHLEY & CARVALHO**, em 1997, realizaram revisão de literatura com o objetivo de elucidar a relação entre permeabilidade dentinária e união compósito/dentina. A difusão do agente de união na dentina foi classificada como permeabilidade dentinária intertubular, a qual é amplamente aumentada pelo condicionamento ácido devido à remoção da *smear layer* e *smear plugs*, além da remoção de conteúdo mineral da dentina intertubular subjacente a uma profundidade de 2 a 7 $\mu$ m. Os espaços criados por essa remoção ao redor das fibras colágenas podem então ser preenchidos por monômeros para formar a camada híbrida. Os autores atribuem a essa camada e aos prolongamentos resinosos a responsabilidade pela resistência da união à dentina. Consideram ainda, que a camada híbrida é o maior e mais efetivo método para união do compósito à dentina, e que quando formada adequadamente, promove altos valores de resistência da união e ótimo selamento da dentina

condicionada, além de atuar na absorção de tensões decorrentes da contração de polimerização. Apesar do condicionamento ácido promover a remoção do conteúdo mineral da *smear layer*, o conteúdo orgânico ainda atua como barreira à penetração dos monômeros, reduzindo a permeabilidade dentinária. Um outro fator capaz de reduzir a permeabilidade intertubular e, portanto, a penetração de monômeros é o colapso das fibras colágenas causado pela secagem de dentina desmineralizada. Esse fato pôde ser comprovado pela redução da resistência da união nas condições secas em comparação com condições úmidas. Apesar disso, o sobreumedecimento (*overwetting*) também gera enfraquecimento da união, uma vez que o excesso de água interfere no processo de união, isso porque a água pode preencher a superfície e suas porosidades impedindo fisicamente a penetração de monômeros, além de poder diluir a concentração de monômeros hidrofílicos, interferindo quimicamente na união. Os autores ressaltam a importância do conhecimento sobre a permeabilidade dentinária nas diversas condições em que a dentina pode se apresentar (dentina superficial, média e profunda), sendo crucial para efetiva união do compósito à estrutura dental.

**CARDOSO et al. (1998)** avaliaram a resistência da união de 3

sistemas de união (Etch & Prime - EP, Scotchbond Multi Purpose - SBMP e Single Bond - SB), através de diferentes testes, como: micro-tração, cisalhamento e tração. Foram selecionados molares, que após lixados até expor dentina, realizou-se o procedimento de união de acordo com o sistema de união selecionado, para em seguida ser realizado o ensaio mecânico. De acordo com os dados obtidos notou-se que no ensaio de microtração não houve diferença estatística significativa, porém observou-se tendência de melhores resultados para o sistema SB. Para os ensaios de cisalhamento e tração observou-se diferença estatística significativa, sendo o SB com os maiores valores de resistência diferindo do sistema EP, porém sendo semelhante ao SBMP. A comparação entre microtração e cisalhamento demonstrou que o primeiro ensaio exibe maiores valores numéricos de resistência, sendo seu coeficiente de variação menor quando comparado aos ensaios de cisalhamento e tração. E ainda que, sistemas de frasco único podem obter maiores valores de resistência do que os sistemas autocondicionantes, e que dependendo do teste aplicado o material irá caracterizar-se por diferentes desempenhos.

**PHRUKKANON *et al.* (1998)** avaliaram o efeito do tamanho da área de união testada em ensaios de microtração e cisalhamento. Foram

selecionados quatro sistemas de união (Scotchbond Multi Uso Plus, Optibond FL, OptiBond Solo e One Step). Cada grupo foi dividido em 3 subgrupos sendo constituídos por amostras com áreas de 1,2; 1,4 e 2,0 mm<sup>2</sup> com formato cilíndrico. Após os procedimentos de união e restaurador, as amostras foram submetidas aos ensaios mecânicos, e de acordo com os resultados obtidos, pôde-se observar que quanto menor a área, maiores os valores de resistência da união, sendo que os grupos com amostras de tamanho entre 1,2 e 1,4 mm<sup>2</sup> não diferiram estatisticamente, além disso os autores reportaram que quanto maior a área, maior foi a incidência de falhas coesivas, talvez pela possibilidade de maior ocorrência de defeitos no substrato, observadas no teste de cisalhamento.

**EL KALLA & GARCIA-GODOY (1998)** avaliaram a resistência da união ao cisalhamento em dentina utilizando 3 sistemas de união comercialmente disponíveis e um sistema de união "convencional"; além de avaliarem a micromorfologia da interface agente de união/comósito/dentina, em molares permanentes e decíduos, para evidenciar a diferença dos tipos de união entre compósito/dentina. Foram selecionados 32 molares decíduos e permanentes. As amostras foram aleatoriamente distribuídas em 4 grupos (n=8, sendo

16 superfícies). Selecionou-se os seguintes sistemas de união: Scotchbond Multi-Purpose Plus (SBMP), One-Step (OS), Prime & Bond 2.1 (PB) e EBS. As instruções dos fabricantes foram seguidas para os procedimentos de união. O agente condicionante do sistema SBMP, ácido fosfórico a 35%, e compósito Z100 foram utilizados em todos os grupos. Após a aplicação dos sistemas de união e realização procedimento restaurador, todas as amostras foram armazenadas em água destilada, em temperatura ambiente, por 72h, e então termocicladas em água destilada a 4°C e 60°C (30s cada), por 1.000 ciclos. Em seguida, submetidas ao ensaio mecânico. Cada corpo-de-prova fraturado foi examinado em Microscópio Estereoscópico, para avaliação do padrão de fratura. Dentre estes, 6 amostras (3 de cada grupo - decíduos e permanentes) com diferentes padrões de fratura foram analisadas em MEV. Para análise da morfologia 4 amostras (2 de cada grupo - decíduos e permanentes) foram fraturadas longitudinalmente e processadas para análise em MEV. De acordo com os resultados, a resistência da união foi significativamente menor para o SBMP do que para todos os outros sistemas, tanto para dentes decíduos quanto para permanentes. Não houve diferença significativa, para os valores de resistência, entre dentina decídua e permanente, para os grupos SBMP, P&B 2.1 e EBS, porém os valores de resistência da união do OS foram

significativamente maiores em permanentes. Houve uma tendência de menores valores de resistência em dentes decíduos, exceto para o grupo SBMP. Todas as amostras revelaram falhas do tipo coesiva, sendo mais freqüente para o grupo SBMP. Fraturas em dentina e coesivas em compósito foram comumente encontradas no grupo OS. As falhas coesivas foram vistas como uma superfície de dentina lisa e recoberta com uma camada de agente de união. Em MEV, a falha demonstrou existir, entretanto, dentro do agente de união, sendo os túbulos dentinários infiltrados. Quanto à micromorfologia da interface, a dentina unida com SBMP retratou a formação de camada híbrida tanto em dentes decíduos quanto em permanentes, porém sua espessura foi menor em dentina decídua. Nas amostras unidas com OS, houve a formação de camada híbrida bem definida, espessa, com profunda penetração nos túbulos dentinários, especialmente em dentina permanente. Para o grupo P&B 2.1 houve a formação de camada híbrida contínua e mais espessa em dentina permanente. Já para o grupo EBS houve a presença de camada híbrida contínua, fina, especialmente em dentina decídua, com diferentes padrões de penetração nos túbulos dentinários. Desta forma, os autores concluíram que todos os produtos testados podem ser clinicamente eficientes; que a resistência da união não depende inteiramente da formação da camada híbrida; a adaptação dos

prolongamentos resinosos nas paredes dos túbulos melhora a resistência da união ao cisalhamento e, que novos avanços tecnológicos são necessários para a evolução da técnica adesiva.

**JACOBSEN & SÖDERHOLM**, em 1998, avaliaram a resistência da união ao cisalhamento de sistemas à base de água ou acetona aplicados com ou sem agitação sobre a dentina (seca ou úmida). Superfícies oclusais de 48 pré-molares foram lixadas até expor área de dentina. Os dentes foram distribuídos em 8 grupos (n=6). As superfícies dentinárias condicionadas com ácido fosfórico por 30s, lavadas e secas com papel absorvente (técnica úmida) ou com ar comprimido por 3s (técnica seca). Após a secagem, *primer* contendo HEMA/água ou HEMA/acetona foi aplicado na superfície e mantido em repouso por 30s ou aplicado e agitado pelo mesmo tempo. Em seguida, aplicou-se o agente de união e então um cilindro de compósito (Spectrum) foi unido à superfície e fotoativado por 40s. As amostras foram armazenadas em água por 30 dias até serem submetidas ao ensaio de cisalhamento. Os dados revelaram que o *primer* à base de acetona apresentou maiores valores de resistência tanto em dentina seca quanto úmida, desde que aplicado sem agitação. Não houve diferença para o sistema à base de água aplicado tanto para

dentina seca quanto úmida. A agitação melhorou os resultados do sistema à base de água, mas diminuiu a resistência da união do sistema à base de acetona. Concluiu-se que os sistemas à base de acetona apresentaram maiores valores de resistência da união quando aplicados através da técnica úmida, sem agitação durante a aplicação de seus componentes. Já os sistemas a base de água são menos susceptíveis às variações no grau de umidade da dentina, promovendo uma união à dentina mais aceitável clinicamente.

**PIOCH *et al.***, em 1998, analisaram a influência de diferentes tempos de condicionamento ácido na formação da camada híbrida e resistência da união à tração. Foram selecionados 775 molares hígidos, preparados removendo-se a superfície oclusal para exposição do terço médio da dentina. Cinco sistemas de união e seus respectivos compósitos foram utilizados (Gluma CPS/Pekafill, Syntac/Tetric, Scotchbond Multi-Purpose/Z100, Scotchbond 1/Z100 e Prime & Bond 2.0/Prisma TPH) seguindo-se as instruções dos fabricantes. Somente o tempo de condicionamento variou. Para as medidas da espessura da camada híbrida em Microscopia de Varredura com Laser Confocal (MVLC), 325 molares foram utilizados e distribuídos em 5 grupos (n=65) de acordo com os diferentes materiais. A superfície dentinária foi condicionada com ácido

fosfórico (15, 30, 60 e 120s, n=5 cada), ou mantida sem condicionamento (n=5). Os componentes do *primer* ou *primer* com agente de união, respectivamente, foram misturados com um corante fluorescente. As superfícies foram cobertas com uma camada fina de compósito e fotoativada por 20s. Cada dente preparado foi embutido em resina e seccionado em 2 metades. Após o armazenamento por 24h em água a 20° C, as amostras foram examinadas em MVLC. As medidas foram realizadas em 10 localizações da interface compósito/dentina. Para avaliar a resistência da união, 450 molares foram divididos em 5 grupos (n=90). As amostras foram armazenadas em água a 20° C por 24h e então submetidas ao ensaio mecânico de tração. Pôde-se observar presença da camada híbrida em todos as amostras que foram condicionados. Além disso, notou-se que quanto maior foi o tempo de condicionamento, maior a espessura da camada híbrida. No entanto, o SBMP que apresentou camada híbrida relativamente pouco espessa, obteve altos valores de resistência. Sendo assim, concluiu-se que a espessura da camada híbrida não é tão importante para os valores de resistência da união, e sim sua qualidade. Para os resultados de resistência da união, houve diferenças significativas entre todos os fatores em estudo, sendo que longos períodos de condicionamento ácido aumentam a espessura da camada híbrida, mas diminuem a resistência

da união. Assim, sabendo que o tempo ótimo para condicionamento do esmalte é de 15-30s e que a dentina deve ser condicionada por no máximo 15s, o gel de ácido fosfórico deve ser aplicado primeiramente no esmalte e em seguida na dentina por no máximo 15s para a obtenção de melhores valores de resistência da união.

Em 1998, **OLMEZ *et al.*** compararam a espessura da camada híbrida formada *in vivo* em dentes decíduos e permanentes, com a aplicação de 2 sistemas de união: Syntac e Syntac Single Component, além de diferentes tempos de condicionamento ácido do esmalte. Foram selecionados 14 molares decíduos e 14 permanentes, distribuídos em 4 grupos: G1 e G2 - condicionados com ácido fosfórico a 37% por 15s em dentina e 30s em esmalte, enxaguados por 20s, e secos suavemente para que a superfície se mantivesse úmida, e o sistema Syntac Single Component foi aplicado; G3 e G4 - condicionados com ácido fosfórico por 15s em esmalte e dentina, enxaguados por 20s, secos, e o sistema de união Syntac foi aplicado. Todos os dentes foram restaurados com o compósito Tetric Ceram. Todas as amostras foram mantidas em função por 30 dias, até serem submetidas a exodontia. Após a exodontia, realizou-se análise em MEV e MET. A medida da camada híbrida foi realizada em MEV,

e 2 dentes de cada grupo foram avaliados em MET para confirmar a interface compósito/dentina. Os resultados indicaram que a camada híbrida era significativamente mais espessa em decíduos do que em permanentes. Nenhuma diferença foi observada na camada híbrida produzida pelos sistemas de união estudados. As razões para esta diferença não são conhecidas. Entretanto, diferenças na composição química, micromorfologia e reatividade química da dentina podem contribuir para maior espessura. Os autores sugerem que o uso de condicionadores ácidos por um tempo menor pode ser benéfico no desempenho das restaurações de compósito odontológico em dentes decíduos.

**TITLEY *et al.***, em 1998, avaliaram através da resistência da união ao cisalhamento o efeito de 2 meses de armazenamento utilizando 11 diferentes métodos através da dentina. Foram utilizados o compósito Z100 e o sistema de união Scotchbond Multi-Purpose (SBMP). Os dentes selecionados foram divididos (n=10), e armazenados nas seguintes soluções: água destilada em temperatura ambiente, formol, hipoclorito de sódio a 1%, cloramina a 0,5%, homofix, água destilada, timol 0,05%, metanol a 70%, irradiados - com raios gama e depois armazenados em água destilada, glutaraldeído a 2% e congelados em temperatura de -20°C. Depois de armazenados, foi realizado o

condicionamento da dentina com ácido maleico a 10% por 15s, lavagem por 60s e aplicação do sistema de união SBMP. Em seguida, o compósito Z100 foi inserido e fotoativado por 60s. Após o procedimento restaurador, as amostras foram submetidas ao ensaio mecânico. Os padrões de fratura foram analisados em aumento de 30X. Os valores obtidos mostraram que 7 dos 11 métodos de armazenamento em média foram semelhantes na resistência da união e tipos de fratura. Pôde-se observar que 4 dos 11 métodos (irradiação, timol, metanol e glutaraldeído) resultaram em uma significativa diminuição da resistência da união e fraturas atípicas, indicando que estes são os métodos menos desejáveis para armazenar os dentes para estudos de resistência. Os autores indicaram que o melhor método de armazenamento, quando se possui um número insuficiente de dentes é o congelamento. Concluíram que mais pesquisas são necessárias para examinar as alterações que ocorrem na dentina de um dente não vitalizado, pois tais ocorrências são alteradas por várias condições de armazenamento, e independentemente têm um efeito significativo na união compósito/dentina.

**ARMSTRONG et al.** (1998) avaliaram a resistência da união à microtração de dois sistemas de união, bem como os padrões de

fratura. Foram selecionados seis molares, armazenados em Cloramina T a 0,5 % e a 37°C até a época de processamento. A superfície oclusal foi removida perpendicularmente ao longo eixo do dente, até obtenção de superfície em dentina. Após polimento com lixa # 600, realizou-se aplicação do sistema de união. Todas as amostras foram condicionadas com ácido fosfórico a 32% contendo cloreto de benzoíla, em seguida foram enxaguadas por 15s, e secas com papel absorvente. Foram aplicados os sistemas All Bond 2 (n= 3) e Optibond FL (n=3) de acordo com as instruções do fabricante. Com um compósito híbrido Prodiggy confeccionou-se as restaurações. Os dentes restaurados foram armazenados em Cloramina T a 0,5% por 24 horas até serem seccionados. Em seguida, secções de 0,8-0,9 mm foram feitas e armazenadas por sete dias e então, submetidas ao ensaio mecânico. Os padrões de fratura foram analisados em MEV. Os resultados demonstraram que não houve diferença estatística quanto à resistência e tipos de fratura, e que a espessura remanescente de dentina não afetou. Os autores concluíram que este tipo de ensaio, microtração, permite múltiplas mensurações em um único dente ou pequenas áreas dentro de uma restauração, porém uma interpretação cuidadosa dos tipos de falha deve ser realizada, para prevenir conclusões incorretas. A metodologia utilizada nos testes de microtração parece ser

promissora, devido a sua versatilidade, significativo potencial de aplicabilidade *in vivo*, como metodologia padrão para procedimentos de união a serem testados.

**TEBECHRANI (1999)** avaliou *in vitro* a resistência da união à tração, empregando o sistema de união Scotchbond Multi-Purpose Plus e o compósito Z100, além de analisar a micromorfologia em MEV, em dentina de decíduos. Os fatores em estudo foram: ácido fosfórico a 10% e 35%, ácido maleico a 10%, ou o não tratamento; e os tempos de condicionamento 5 e 15s. De acordo com os resultados, pôde-se observar que sem condicionamento ácido os valores de resistência foram baixos, tendo o ácido fosfórico a 10% apresentado os maiores valores. Já a aplicação do ácido fosfórico a 35% por 5s, em relação ao ácido maleico a 10% apresentou menores valores de resistência, porém no tempo de 15s os valores não se diferiram estatisticamente.

**MILIA *et al.* (1999)** determinaram o aspecto ultraestrutural da camada de colágeno da dentina de cavidades preparadas *in vivo* após o condicionamento ácido ou o uso de um sistema de união autocondicionante (Clearfil Liner Bond 2V). Foram realizadas cavidades Classe I (2 mm de profundidade) na superfície

oclusal de 24 molares permanentes indicados para extração. Os preparos foram distribuídos aleatoriamente em 3 grupos, sendo: GA - a dentina foi condicionada com ácido fosfórico por 15s, lavada e deixada úmida; GB - o *primer* do sistema CLB2V foi aplicado na superfície dentinária por 30s e levemente seco para remover o solvente e GC - a *smear layer* da dentina foi deixada sem tratamento (controle). Em todos os grupos as cavidades foram preenchidas com resina composta (APX). Após 30 minutos, os dentes foram extraídos e então as amostras foram preparadas para análise em MEV. De acordo com os resultados, o *primer* do sistema autocondicionante não provocou mudanças morfológicas significativas na dentina úmida. Condições morfológicas adversas foram encontradas com o excesso de água na superfície. O condicionamento com ácido fosfórico alterou mais severamente o colágeno do que o *primer* autocondicionante. Concluindo, o uso do sistema CLB2V previne mudanças morfológicas no substrato que poderiam interferir no mecanismo de união.

**PASHLEY *et al.* (1999)** através de revisão de literatura sobre ensaio mecânico de microtração, reportam as modificações existentes para utilização de tal teste, sugerindo que os pesquisadores que irão fazer uso de

tal metodologia podem escolher aquela que melhor se adeque às suas necessidades. Apesar de ser uma técnica mais criteriosa e elaborada, o grau de aproveitamento de amostras e variáveis que podem ser estudadas é muito maior, sendo possível analisar regiões do dente de grande relevância clínica em se tratando de união, fato que não poderia ser realizado com a utilização de metodologias tradicionais, bem como tipo de substrato a ser testado. A microtração permite que se analise diferentes valores de resistência da união, em dentina com diferentes densidades, superfícies cervicais, regiões radiculares, bem como a possibilidade de comparação entre dentina contaminada e hígida. Desta forma, os autores concluem que o teste de microtração oferece maior versatilidade fato que não pode ser observado em metodologias tradicionalmente utilizadas para análise da resistência da união.

**PERDIGÃO & LOPES**, em 1999, discutiram a importância da camada híbrida quanto à sua presença e espessura. Diferentes espessuras de camada híbrida encontradas podem ser devidas à profundidade de desmineralização e penetração do monômero resinoso, ou a um artefato de técnica produzido por uma angulação incorreta durante o corte do espécime. Quanto à sua importância, deve-se analisar a quantidade de infiltração do agente

de união na dentina (túbulos dentinários e dentina intertubular). Os autores salientam que o aumento do condicionamento do substrato está diretamente relacionado com o pH, sendo que pequenas diferenças nestes valores podem ser responsáveis por profundidades distintas de desmineralização.

**AL-EHAIDEB & MOHAMMED**, em 2000, avaliaram a resistência da união ao cisalhamento de 5 sistemas de união, denominados de 5ª geração. Foram selecionados 75 dentes, cujas superfícies oclusais foram desgastadas até a obtenção de superfície em dentina. Os sistemas de união foram: Bond 1, One-Step, Prime & Bond 2.1, Single Bond, Ternure Quick e Ternure All-Surface (controle). Foram preparadas vinte amostras para cada material. A área de união foi demarcada com um adesivo, com diâmetro de 3mm, fez-se o condicionamento e os materiais foram aplicados de acordo com as instruções dos fabricantes. Após 24h de armazenamento em água as amostras foram submetidas ao ensaio mecânico. Os padrões de fratura foram observados em MEV. Os resultados demonstraram que houve diferença significativa nos valores de resistência entre os grupos, entretanto todos os sistemas de 5ª geração apresentaram valores de união adequados, similares ao grupo controle. Em relação ao tipo de falha, 80% das amostras apresentaram falha adesiva

na interface dentina/sistema de união. Concluindo, os sistemas de 5ª geração apresentaram valores de resistência da união satisfatórios e similares ao grupo controle. Entretanto, estes sistemas ainda possuem múltiplos passos e são mais susceptíveis a erros de à técnica, com relação à umidade e manipulação.

**ÇEHRELI & ALTAY (2000)** avaliaram através de um estudo em MEV a micromorfologia do esmalte ou dentina de dentes decíduos o efeito de um agente condicionador não lavável (CNL) e uma solução de EDTA a 17% como agentes condicionadores, quando comparados à solução de ácido fosfórico a 36% por 15s e 7s. Foram utilizados 80 segundos-molares decíduos (esmalte e dentina, n=40 cada), a superfície do esmalte não foi desgastada e a superfície da dentina desgastada até expor área plana. Em ambos os grupos, esmalte e dentina, as amostras foram aleatoriamente divididas em 4 subgrupos (n=10) e tratados como se segue: G1 - esmalte condicionado com ácido fosfórico a 36% por 15s, lavado por 10s e seco com ar por 5s a uma distância de 1cm; G2 - igual ao G1, porém o condicionamento foi realizado por apenas 7s; G3 - condicionador não lavável (CNL) aplicado em esmalte e deixado agir por 20s. O excesso foi removido com um suave jato de ar; G4 - EDTA a 17% aplicado por 60s, lavado por 10s e seco como no G1; G5, G6, G7 e G8 - os procedimentos foram

iguais aos grupos 1, 2, 3 e 4, exceto o substrato ser dentina e que o procedimento de secagem foi realizado com bolinhas de algodão mantendo a superfície da dentina umedecida. Após os tratamentos das superfícies as amostras foram preparadas, metalizadas e observadas em MEV. Observando as imagens de MEV, os autores relataram que nas amostras de esmalte, a aplicação do ácido fosfórico (G1) e da solução CNL (G3) mostraram uma estrutura prismática mais clara (alta eficácia do condicionamento) do que nos grupos 2 e 4. Os grupos 1 e 3 apresentaram um padrão de condicionamento do tipo II. No G2, a aplicação do ácido fosfórico por 7s não foi efetiva na remoção do material interprismático. A eficácia do EDTA foi a menor, independente do tempo de aplicação. Concluindo, o condicionador não lavável, que possui em sua composição ácido itacônico e ácido maleico, possibilitou padrão de condicionamento adequado quando utilizado na técnica do condicionamento ácido total em dentes decíduos. Entretanto, estudos *in vivo* necessitam ser realizados para evidenciar se o padrão produzido pelo CNL é suficiente para garantir boa resistência da união em esmalte e dentina quando a vitalidade pulpar dos dentes decíduos é mantida.

HALLER, em 2000, relata aspectos dos sistemas de união e compósitos odontológicos que têm sido discutidos, como os sistemas simplificados com 2 ou apenas um frasco, a racionalização e necessidade da união em substrato úmido, a importância da camada de colágeno na união com a resina e o potencial dos sistemas autocondicionantes. A principal razão para a dificuldade da união em dentina é que este é um substrato intrinsecamente úmido. Sendo sua união baseada na retenção micro-mecânica, que pode ser conseguida através da remoção da *smear layer* e desmineralização da dentina subjacente com o condicionamento ácido. Este processo produz substrato com rede de fibras colágenas expostas, que podem sofrer colapso quando secas excessivamente. Para a obtenção de ótima hibridização é necessária a manutenção dos espaços existentes entre as fibras de colágeno para a penetração da resina. Isto pode ser realizado com a técnica da união úmida, que é essencial para os sistemas de união à base de acetona. Entretanto, alguns autores acreditam que a união à dentina após a remoção da camada de colágeno pode ser melhorada, demonstrando que o colágeno e a camada híbrida formada entre colágeno e agente de união não é um pré-requisito para o sucesso da união. Quanto aos sistemas simplificados, com redução do número de passos ou incorporação de mais de um componente no mesmo frasco, pode-se conseguir resultados

de resistência da união, adaptação marginal, microinfiltração e durabilidade semelhantes aos sistemas convencionais (3 frascos). Este sistema de união simplificado que previne o colapso do colágeno evitando a exposição da rede de colágeno não protegida por hidroxiapatita é o denominado sistema autocondicionante. Neste sistema são utilizados monômeros acídicos, os quais realizam o condicionamento. Estes monômeros estão contidos no mesmo frasco do *primer*, e têm sido muito testados, apresentando resultados de resistência da união, microinfiltração, adaptação marginal e durabilidade semelhantes aos dos sistemas convencionais que utilizam o passo de condicionamento ácido. Os autores sugerem que a seleção dos materiais e das técnicas durante os procedimentos restauradores deve ser orientada para a obtenção de uma ótima hibridização. E ainda, salientam que quando o condicionamento ácido total é realizado, o protocolo da união úmida deve ser seguido, principalmente para os sistemas de união à base de acetona.

**HARADA *et al.***, em 2000, avaliaram o desempenho do sistema de união Clearfil SE Bond (CSEB) em vários substratos e compararam com sistemas autocondicionantes desenvolvidos como: Clearfil Liner Bond II (CLBII) e Clearfil Liner Bond 2V (CLB2V). Para o teste de tração convencional foram

utilizados substratos dentais (dentina e esmalte - bovino), porcelana e liga de Au-Ag-Pd. O teste de microtração foi realizado em substrato humano (dentina). Foram preparadas superfícies planas em todos os substratos. A área de união foi demarcada com fita adesiva em 4 mm de diâmetro e cada sistema de união foi aplicado de acordo com as instruções do fabricante. Em seguida, o compósito odontológico (Clearfil AP-X) foi unido às superfícies e fotoativado por 40s. As amostras foram armazenadas por 24h e então submetidas ao ensaio de tração. Para o teste de microtração, as amostras foram confeccionadas com área de união de 1 mm<sup>2</sup>. Em seguida, foram submetidas ao ensaio mecânico. O resultado do teste de tração convencional para o substrato dental não apresentou diferença significativa entre os materiais. Todas as amostras apresentaram falha do tipo coesiva em dentina. Para o ensaio de microtração, os valores de resistência da união para o sistema CSEB foram maiores do que para o sistema CLBII, e quase todas as amostras apresentaram falha do tipo adesiva. Para os substratos porcelana e liga metálica, o sistema CSEB apresentou resultados semelhantes ao sistema CLB2V. Os autores concluíram que o sistema CSEB tem boas propriedades nos diversos substratos testados, embora só possa ser utilizado como material fotopolimerizável. Além disso, este sistema é de fácil aplicação e menos susceptível a erros

na técnica.

**BRAGA *et al.*** (2000) compararam a resistência a tração de diferentes sistemas de união com ou sem adição de partículas de carga quando aplicados em dentes bovinos. Foram selecionados 50 dentes, que tiveram superfície em dentina exposta. Os dentes foram distribuídos de acordo com o sistema de união a ser utilizado (Single Bond - SB; OptiBond Solo - OPS; Prime & Bond NT - PBNT; Prime & Bond 2.1 - PB2.1 e Prime & Bond NT dual). Após os procedimentos serem realizados e as amostras armazenadas (a 37°C, em água, por 24h), realizou-se o ensaio mecânico. De acordo com os resultados não houve diferença significativa entre os sistemas de união, porém o SB apresentou os maiores valores de resistência. Os autores sugerem que uma possível explicação para tal fato seja a presença de água na composição do SB, sendo a água menos susceptível as variações do grau de umidade do substrato, o que também pôde ser evidenciado neste estudo pelos valores de resistência obtidos pelo PB2.1, que tem como solvente a acetona, que por sua vez é muito mais susceptível à umidade.

PUPPIN-RONTANI *et al.*, em 2000, avaliaram *in vitro* o efeito do agente condicionante contendo cloreto de benzalcônio na interface dentina/agente de união de dente decíduos. As amostras selecionadas possuíam lesões cáries e foram armazenadas em solução de glutaraldeído a 2% por 2-4 horas. Em seguida, foram divididas em 5 grupos (n=5), sendo: G1 - condicionamento ácido por 15s, com semigel de ácido fosfórico a 32%, contendo cloreto de benzalcônio; G2 - condicionamento com ácido fosfórico a 35% por 15s; G3 - tratamento com solução de cloreto de benzalcônio a 2% em solução alcoólica; G4 - condicionamento com solução de cloreto de benzalcônio a 3% em solução alcoólica (grupo controle); G5 - sem tratamento (grupo controle). O tecido cariado foi removido e as amostras limpas em água e a dentina tratada de acordo com o grupo determinado. As amostras foram restauradas com compósito Z100 de acordo com as instruções do fabricante, e armazenadas em água por 24h, temperatura ambiente. Em seguida as restaurações foram polidas, e termocicladas 500 vezes (5°C e 55°C) e, novamente armazenadas em umidade relativa até que fossem seccionadas. As secções foram feitas no sentido mesio-distal para observação em MEV. Nos grupos tratados somente com solução de cloreto de benzalcônio, pôde-se observar fendas na interface compósito/dentina. Observou-se os

mesmos resultados no grupo controle, não sendo observados prolongamentos resinosos ou formação de camada híbrida. A presença de uma camada amorfa, que não foi removida com a *smear layer* também foi observada. O grupo tratado com ácido fosfórico a 35% mostrou formação de camada híbrida, sendo a formação de prolongamentos resinosos em direção à polpa sobre a camada híbrida, também, foi notada. Nestas amostras não se observou fendas entre dentina/material restaurador. A remoção total da *smear layer* foi observada nos grupos que foram tratados com ácido fosfórico a 37% associado ao cloreto de benzalcônio. Pôde-se observar que a união da camada híbrida e prolongamentos resinosos possuía os mesmos padrões que o grupo tratado com ácido fosfórico a 35%. As amostras que mostraram remoção total da *smear layer*, não possuíam fendas na interface dentina/agente de união. Os autores concluíram que: 1 - o uso de ácido fosfórico a 35% removeu de maneira eficiente a *smear layer* e *smear plugs*, demonstrando que a formação de camada híbrida mais espessa com prolongamentos resinosos pode ser observada próximo à polpa, envolvendo a rede de colágeno; 2 - a utilização de solução de cloreto de benzalcônio a 2 e 3% não foi eficiente para condicionar a dentina, formar camada híbrida e prolongamentos resinosos; 3 - a associação entre cloreto de benzalcônio e ácido fosfórico a 32% foi eficaz no

condicionamento, na formação de camada híbrida e na remoção de *smear layer* e *smear plugs*.

TANUMIHARJA *et al.* (2000) avaliaram a resistência a microtração de 8 sistemas de união (Solid Bond, EBS-Multi, PermaQuick, One Coat Bond, Gluma One Bond, Prime & Bond NT e Clearfil Liner Bond 2V-CLB2V) e seus respectivos padrões de fratura. Superfícies em dentina de molares humanos foram desgastadas para subsequente aplicação dos sistemas de união selecionados, em seguida, confeccionou-se os corpos-de-prova para o ensaio mecânico. De acordo com os dados, observou-se que os melhores valores de resistência foram apresentados pelo CLB2V, e que quando comparou-se os sistemas, observou-se que os sistemas convencionais e de frasco único foram muito inferiores aos sistemas autocondicionantes. Quanto ao tipo de falha, os sistemas de frasco único não exibiram falhas coesivas em dentina, enquanto o CLB2V apresentou maior percentual de falhas entre agente de união e dentina. Os autores reportam que os sistemas à base de água apesar dos baixos valores de resistência, parecem ser menos susceptíveis a remoção em excesso de água remanescente, enquanto os sistemas autocondicionantes, eliminam a possibilidade de falhas na interface, pois a difusão do primer é seguida da

difusão do monômero.

TAY *et al.* (2000) avaliaram a profundidade de desmineralização de dentina intacta utilizando sistemas de união que possuíam *primers* autocondicionantes com diferentes valores de pH, além disso, os autores se propuseram a avaliar os efeitos da espessura da *smear layer* na formação da camada híbrida. Foram utilizados 28 discos de dentina, do terço médio, para os dois estudos. No primeiro estudo, as superfícies foram desgastadas com lixas de carbureto de silício (#600), para padronizar a espessura de *smear layer* formada. Os discos de dentina (n=16) foram distribuídos entre 4 grupos: G1 (Clearfil Liner Bond 2 - pH=1,4), G2 (Clearfil Liner Bond 2V - pH=2,8), Clearfil SE Bond (pH=2,0) e G3 (grupo controle - All Bond 2, sem condicionamento ácido). No segundo estudo, as superfícies dentinárias foram desgastadas com o auxílio de lixas de carbureto de silício (#600, 180 e 60), para posterior aplicação do sistema de união Clearfil SE Bond (CSE). Todas as amostras foram analisadas em Microscopia Eletrônica de Transmissão (MET), na qual pôde-se observar que os sistemas com *primers* ácidos foram capazes de penetrar na *smear layer*, condicionando a superfície subjacente de dentina intacta, formando camada híbrida, que se mostrou mais espessa quanto mais

ácido era o *primer*, enquanto o sistema All Bond 2 não foi capaz de formar camada híbrida. Observou-se também, que o sistema CSE aplicado em diferentes espessuras de *smear layer* formada, não interferiu na formação da camada híbrida. Contudo, os autores ressaltam que a *smear layer* pode gerar danos à durabilidade da união, uma vez que dificulta a difusão do agente de união para dentro da dentina tratada, impossibilitando ou dificultando formação de prolongamento resinosos.

**AGOSTINI et al.** (2001) avaliaram a resistência da união à tração de três sistemas autocondicionantes (Prompt L-Pop - PLP, Clearfil SE Bond - CSE e Etch & Prime 3.0 - EP) em esmalte e dentina de dentes decíduos. Os sistemas de união foram aplicados de acordo com as instruções dos fabricantes, em 40 dentes decíduos (n=10, sendo grupo controle Prime & Bond NT - PBNT). De acordo com os resultados o PBNT obteve os maiores valores de resistência em relação aos demais sistemas de união, tanto em esmalte quanto em dentina. Sendo que, apenas o CSE, dentre os sistemas autocondicionantes, obteve excelentes valores de resistência em dentina de dentes decíduos. Os autores concluem que baseado nos resultados deste estudo, mais pesquisas laboratoriais devem ser realizadas em dentes decíduos antes de se

recomendar a utilização de sistemas autocondicionantes para tratamento restaurador.

**CHEN *et al.*** (2001) compararam o tipo de fratura obtido através do ensaio de tração convencional com o de microtração, utilizando dois sistemas de união (Clearfil Liner Bond 2V - CLB e Single Bond - SB). Foram utilizados terceiros molares, cuja superfície em estudo foi dentina, e o preparo da amostra realizado de acordo com o protocolo para obtenção de corpos-de-prova para ambos ensaios mecânicos. De acordo com os resultados não houve diferença estatística entre os sistemas de união para o teste de tração, entretanto para o teste de microtração o SB obteve maiores valores de resistência do que o CLB. E ainda, que os valores obtidos pelo teste de microtração foram superiores ao de tração. Quanto ao padrão de fratura, para o teste de tração observou-se maior incidência de falhas coesivas, enquanto o teste de microtração exibiu maior incidência de falhas adesivas. Os autores sugerem que tais falhas são a associação do tamanho do corpo-de-prova com características da união. Desta forma, o teste de microtração parece ser mais favorável para avaliar a resistência da união e características da interface.

**HASHIMOTO *et al.* (2001)** caracterizaram a estrutura dentina-agente de união de três sistemas de união através da análise fractográfica. Foram utilizados 19 pré-molares, após secções ao longo eixo do dente, obteve-se amostras em dentina que foram tratadas por um dos sistemas: Mac Bond II - MB, One Step - OS ou Single Bond - SB. Em seguida, as amostras foram seccionadas perpendicularmente para obtenção de corpos-de-prova com área de  $0,9\text{mm}^2$ , para realização do ensaio mecânico de microtração. As superfícies fraturadas de todas as amostras foram observadas em MEV e as áreas medidas. De acordo com os dados, não houve diferença estatística entre entre SB e OS, entretanto os valores de MB foram significativamente menores. Em relação aos padrões de fratura observou-se para SB e OS falhas na camada híbrida e na dentina desmineralizada, enquanto que para MB apenas falha na camada híbrida foi observada. Os autores reportam que de acordo com os resultados obtidos observou-se que a integridade da camada híbrida depende do sistema de união utilizado, e que talvez o componente HEMA (presente em SB e OS) tenha reagido com as fibras colágenas, promovendo uma melhor impregnação do agente de união na região, e conseqüentemente melhores valores de resistência. E que falhas do tipo coesiva foram encontradas em maior freqüência para SB e MB, sugerindo que tais falhas talvez

tenham sido provenientes da região mais fraca da área de união, dentina desmineralizada para SB e da camada híbrida para MB, enquanto que para OS apesar dos valores de resistência similares a SB, a região mais fraca foi observada na camada híbrida, sendo portanto concluído que a integridade da camada híbrida é dependente do sistema de união empregado.

**PERDIGÃO *et al.*** (2001) avaliaram através da resistência da união a microtração, em dentina, três sistemas de união (Clearfil SE Bond - CSE, Single Bond - SB e Prime & Bond NT - PBNT) em substratos descalcificados (em solução de EDTA) ou não. De acordo com os resultados, todos os grupos que não foram descalcificados previamente ao condicionamento ácido apresentaram maiores valores de resistência, sendo os maiores valores obtidos para CSE e SB, que não diferiram estatisticamente. Além disso, após a descalcificação do substrato os maiores valores de resistência foram obtidos pelo CSE. Os autores sugerem que a descalcificação pode permitir que o agente condicionante penetre mais profundamente no substrato, e sabendo-se que o procedimento de união depende da presença residual de cálcio no substrato para melhor efetividade, os sistemas autocondicionantes que possuem como característica a capacidade de criar micro-canais na

dentina intacta para sua difusão, podem ser mais estáveis na união com o substrato com o tempo. Desta forma, os autores concluem que a remoção do cálcio afeta a resistência da união.

ZHENG *et al.* (2001) avaliaram o efeito da espessura do agente de união na resistência a microtração, utilizando dois sistemas de união. Foram selecionados: Single Bond (contém água/etanol com solvente e é indicado para utilização com "técnica úmida") e agente de união do Clearfil Liner Bond 2V (não contém solvente e é aplicado após o *primer*). Foram selecionados 46 molares, que tiveram superfície em dentina exposta, sendo esta delimitada em 6mm de diâmetro. Durante o procedimento de união, 5 camadas consecutivas dos agentes de união foram aplicadas e fotoativadas por 10s, em seguida fez-se a restauração com compósito Clearfil AP-X, e as amostras armazenadas por 24h a 37°C. Terminado o período de armazenamento, fatias foram obtidas do corte das amostras, com área de 1mm<sup>2</sup> e então, submetidas ao ensaio mecânico. Outras amostras foram confeccionadas para análise em MEV. De acordo com os resultados pôde-se observar que os valores de resistência aumentaram com o aumento na espessura da camada de agente de união, porém não houve diferença estatística para o Clearfil Liner Bond 2V, e o inverso foi observado para o Single Bond, apesar de não ter havido diferença estatística para tal grupo.

**GIANNINI *et al.*** (2001) determinaram a correlação entre densidade tubular (DT), área ocupada pela dentina sólida (ADS) e a resistência da união de um sistema de união convencional (Prime & Bond 2.1 - PB) e um autocondicionante (Clearfil Liner Bond 2V - CLB2V). Coroas de 19 terceiros molares humanos foram seccionadas transversalmente para expor três regiões da dentina (superficial, média e profunda). Estes 3 grupos de superfície foram divididos e os sistemas de união aplicados de acordo com as instruções dos fabricantes. Coroas de compósito odontológico foram construídas em incrementos e então armazenadas em água destilada por 24h. Secções de  $0,7\text{mm}^2$  de área foram submetidas ao ensaio de microtração. Após o teste, as amostras foram lixadas, condicionados com ácido fosfórico, e preparados para observação em MEV, onde foram calculadas a densidade tubular (número de túbulos/ $\text{mm}^2$ ) e a porcentagem da área de dentina sólida na região da fratura. A correlação entre DT, ADS e resistência da união foi calculada através da regressão linear. Os resultados indicaram que houve uma relação direta entre a ADS e a resistência da união para ambos os materiais. Em relação à DT, a resistência da união do PB diminuiu significativamente com o aumento da DT, já o sistema Clearfil Liner Bond 2V não foi afetado. Os valores de resistência do PB foram maiores do que o CLB2V na dentina superficial ou média,

enquanto não houve diferença entre os sistemas em dentina profunda. Pôde-se concluir que a resistência da união compósito/dentina depende da microestrutura do substrato no local da união. Este fato é mais evidente no sistema de união à base de acetona do que para o autocondicionante.

NUNES *et al.* (2001) avaliaram através do ensaio mecânico de microtração se a composição do sistema de união (solvente e partículas de carga) poderia alterar os valores de resistência. Foram selecionados os seguintes sistemas de união: Single Bond (SB), Single Bond experimental (com partícula de carga - SBE), Prime & Bond NT (PBNT), Prime & Bond NT experimental (sem partícula de carga - PBE) e One Coat Bond (com partícula de carga - OCB). Cada sistema de união foi aplicado em três dentes humanos, e um cilindro de compósito inserido na superfície tratada. Após o tempo de armazenamento, corpos-de-prova de  $0,7\text{mm}^2$  foram confeccionados para a realização do ensaio mecânico de microtração. De acordo com os dados, observou-se que o SB obteve os maiores valores de resistência em relação a todos os outros sistemas utilizados. Os valores médios de SBE, PBNT e OCB não apresentaram diferença estatística significativa, sendo o PBE o sistema que apresentou os menores valores de resistência. Os autores justificam

que os maiores valores encontrados para SB talvez seja devido ao solvente ser etanol/água, o que facilitaria a penetração do agente de união por entre o colágeno, enquanto que sistemas à base de acetona possuem menores valores de resistência pois são mais susceptíveis a técnica de aplicação e grau residual de umidade, fato de extrema importância quando se requer a comparação de valores com àqueles já existentes na literatura, pois o grau de umidade é dependente do operador e a técnica de secagem dependente de cada estudo.

**BURROW *et al.*** (2002) compararam a resistência da união a microtração em dentes decíduos e permanentes utilizando um ionômero de vidro convencional (Fuji IX), um ionômero de vidro modificado por resina (Fuji II LC) e dois sistemas de união (Single Bond - SB e Prime & Bond NT - PBNT), sendo as interfaces observadas em Field Emission-SEM. Foram selecionados 24 dentes decíduos e 12 permanentes. Todas as amostras tiveram a superfície em esmalte desgastada para obtenção de uma superfície em dentina, sendo lixadas (#600) para obtenção de *smear layer*. Após os procedimentos de união, as amostras foram armazenadas em água, a 37°C, por 24h, para em seguida se obter corpos-de-prova de 1,2 mm<sup>2</sup>. Os dados obtidos do ensaio mecânico, demonstraram que os valores de resistência para dentes permanentes

foram muito maiores do que aqueles obtidos para decíduos, além de haver diferença significativa entre os grupos, sendo o Fuji IX o material com os menores valores de resistência. Não havendo diferença estatística do tipo de fratura para substrato, sendo encontrado com maior frequência falha do tipo adesiva para SB e PBNT.

**HASHIMOTO *et al.* (2002)** quantificaram o quanto de agente de união infiltrado na dentina desmineralizada está relacionado com o padrão de fratura e aos valores de resistência da união à microtração, quando se utiliza sistema de união à base de acetona (One-Step e Prime & Bond NT). De acordo com os resultados, a maior incidência de falhas foi do tipo adesiva para todos os grupos. Baixos valores de resistência estão associados à incompleta penetração do agente de união na dentina desmineralizada pelo condicionamento ácido, formando regiões fracas dentro da dentina, sendo possível sugerir que a união entre dentina desmineralizada e camada híbrida pode ser mais frágil do que as propriedades da dentina desmineralizada ou da própria camada híbrida. Sendo assim, os autores concluem que quanto menor o valor de resistência menor a incidência de falhas adesivas.

**CALDO-TEIXEIRA *et al.*** (2002a) avaliaram o efeito do tempo de condicionamento ácido na resistência da união ao cisalhamento de dentes decíduos, utilizando dois sistemas de união (Scotchbond Multi-Purpose Plus - SBMP e Prime & Bond 2.1 - PB2.1). Foram selecionados 48 molares decíduos hígidos. Os dentes foram seccionados ao meio, pelo sulco central, embutidos em resina epóxica, com a superfície vestibular, lingual ou palatina externamente. Em seguida, as amostras foram lixadas até obtenção de superfície em dentina. As amostras foram aleatoriamente divididas de acordo com o tempo de condicionamento (7, 15 e 20s) e subdivididas de acordo com o sistema de união (SBMP e PB2.1). Então, uma matriz de teflon foi adaptada na superfície dentinária e preenchida em incrementos pelo compósito Z100. Terminado o procedimento restaurador, os corpos-de-prova foram armazenados por 72h, a 37°C, em água, e então submetidos ao ensaio mecânico. De acordo com os resultados, pôde-se observar que o tempo de 7s apresentou os maiores valores de resistência, independente do sistema de união utilizado. Os autores concluíram que quanto maior o tempo de condicionamento ácido em dentes decíduos menores os valores de resistência, e que o tempo de 7s pode ser efetivo para obtenção de união eficaz em decíduos, independente do sistema de união utilizado neste estudo.

**CALDO-TEIXEIRA *et al.*** (2002b) avaliaram a influência do tempo de condicionamento ácido e de dois sistemas de união na espessura da camada híbrida formada em dentes decíduos. Foram selecionados 15 molares decíduos hígidos, distribuídos de acordo com o tempo de condicionamento ácido (7, 15 e 20s) e subdivididos de acordo com o sistema de união utilizado (Scotchbond Multi-Purpose Plus e Prime & Bond 2.1). Os dentes foram lixados, na superfície oclusal até obtenção de superfície plana em dentina. Após realização do procedimento de união, de acordo com as instruções do fabricante, exceto pelo tempo de condicionamento ácido, a superfície foi restaurada com compósito Z100. Terminado o procedimento restaurador, as amostras foram seccionadas longitudinalmente pelo centro da restauração, e em seguida processadas para obtenção de 3 medidas em micrometros da camada híbrida, para cada amostra, resultando em 15 mensurações por grupo. De acordo com os resultados, pôde-se observar que não houve diferença estatística significativa na espessura da camada híbrida formada utilizando-se os tempos de condicionamento ácido de 15 ou 20s, enquanto que para o tempo de 7s a espessura foi menor. Além disto, não se observou diferença significativa entre os sistemas de união utilizados. Os autores concluíram que quanto maior o tempo de condicionamento ácido mais espessa é a camada híbrida, mesmo não havendo diferença

estatística entre os tempos de 15 e 20, numericamente houve um aumento dos valores, sugerindo que os dentes decíduos são mais reativos ao condicionamento ácido quando comparado aos dentes permanentes, uma vez que houve a formação de uma camada híbrida uniforme para o tempo de 7s.

**HOSOYA *et al.* (2002)** avaliaram a resistência da união à microtração de molares decíduos hígidos, comparando os valores da resistência coesiva da dentina em relação a orientação e amplitude dos túbulos dentinários, e ainda analisaram os padrões de fratura. Foram selecionados 6 molares, seccionados no sentido méso-distal (n=12), após armazenamento por 24h as amostras foram submetidas ao ensaio mecânico. De acordo com os resultados o valor médio foi de 44,8 MPa para as amostras com orientação vertical dos túbulos, enquanto que para as amostras com orientação paralela dos túbulos foi de 36,2 MPa, porém não diferiram estatisticamente entre si. Observou-se também que não houve correlação entre padrão de fratura e valores de resistência.

### 3. PROPOSIÇÃO

Este estudo teve por objetivo avaliar a união compósito/dentina de restaurações realizadas em dentes decíduos, considerando-se as variáveis: tempo de condicionamento ácido e sistema de união, através de estudo *in vitro*:

- resistência de união à microtração;
- aspecto morfológico da região da fratura na superfície da dentina, através da utilização de Microscópio Estereoscópico e Eletrônico de Varredura;
- comparação qualitativa da união compósito/dentina, através de avaliação em Microscópio Eletrônico de Varredura;



## 4. MATERIAIS E MÉTODOS

### 4.1 - Materiais

Para realização deste estudo foram selecionados um compósito odontológico e quatro sistemas de união (FIG. 1). As marcas comerciais, composições, fabricantes e lotes estão descritos nos QUADROS 1 e 2.



**FIGURA 1** - Materiais utilizados no estudo: sistemas de união (Single Bond, Prime & Bond 2.1, One Up Bond F e Clearfil SE Bond) e o compósito odontológico (Filtek Z250).

#### QUADRO 1 - Descrição do compósito odontológico utilizado neste estudo\*.

Compósito	Composição	Fabricante
Filtek Z250 (A3)	Bis-GMA; Bis-EMA; UDMA; Carga inorgânica - Zircônia/Sílica (60% em volume)	3M Dental Products, St. Paul, MN 55144, USA Lote: 1370A3

\* informação obtida do fabricante

QUADRO 2 - Descrição dos sistemas de união utilizados neste estudo\*.

Sistema de união	Agente condicionador	Primer	Agente de união	Fabricante	pH**
Single Bond "frasco único"	Ácido fosfórico a 35%	HEMA; Bis-GMA; dimetacrilatos; metacrilatos; copolímeros do ácido poliacrílico e poli-itacônico; etanol; água e fotoiniciadores		3M Dental Products, St. Paul, MN 55144, USA Lote: 1105/7BB	5,5
Prime & Bond 2.1 "frasco único"	Ácido fosfórico a 37%	PENTA; Resinas elastoméricas R5-62-1; BPDM Hidroxitolueno butilado; 4-etil dimetil aminobenzoato; Hidrofluoreto de Cetilamina; acetona, fotoiniciadores e estabilizantes		Dentsply Indústria e Comércio Ltda. Petrópolis - RJ Brasil Lote: 64128	5,5
One Up Bond F "autocondicionante"	87% Metacrilatos 5% água 8% partículas de vidro de fluoraminosilicato			Tokuyama Corp., 3-1, Shibuya 3-chome, Shibuya-Ku, Tokyo - Japan Lote: 480590E	2,5
Clearfil SE Bond "autocondicionante"	MDP; HEMA; Dimetacrilato hidrófilo, Canforoquinona; Água; N, N Dietanol p-toluidina.	MDP; HEMA; Bis-GMA; Dimetacrilato hidrófobo, N, N Dietanol p-toluidina; Canforoquinona; Sílica coloidal silanizada		Kuraray America Inc. - New York, NY 10166, USA Lote: 61155 #1975-KA	1,5

\* informações obtidas dos fabricantes

\*\* informações obtidas no Laboratório de Bioquímica do Departamento de Ciências Fisiológicas da FOP/UNICAMP

## 4.2 - Métodos

### 4.2.1 - Delineamento experimental

Este estudo avaliou a resistência da união compósito/dentina à microtração de acordo com RUEGGBERGER *et al.*, (1991), SANO *et al.*, (1994), ARMSTRONG *et al.*, (1998), PASHLEY *et al.*, (1999), CHEN *et al.*, (2001), em função do tempo de condicionamento ácido (7, 15 e 20s) e sistema de união (Single Bond - SB; Prime & Bond 2.1 - P&B 2.1; One Up Bond F - OUP e Clearfil SE Bond - CSE) em dentes decíduos.

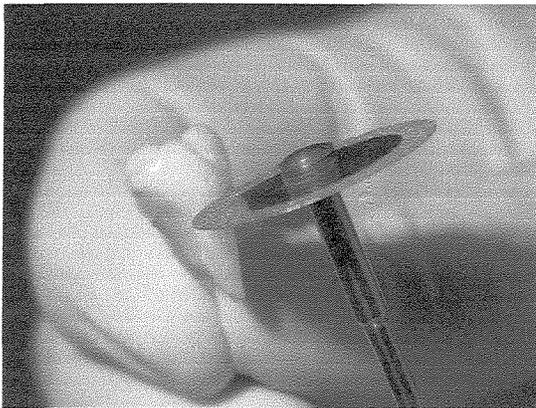
### 4.2.2 - Ensaio da resistência da união à micro-tração

#### 4.2.2.1 - Seleção e Preparo das amostras

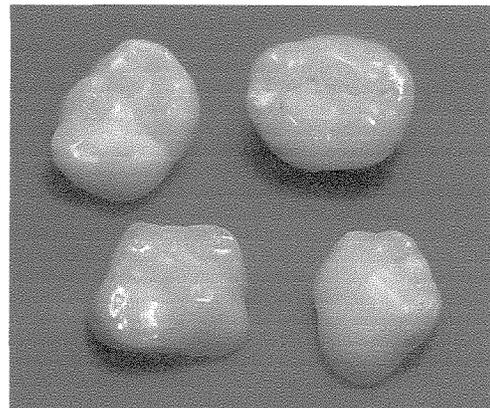
Através de 48 molares decíduos hígidos, recém-extraídos, de crianças na faixa etária de 4 a 9 anos, devido a indicações clínicas, obtidos na Clínica de Graduação da Faculdade de Odontologia de Piracicaba - UNICAMP, após a aprovação do Comitê de Ética em Pesquisa, de acordo com a Resolução 196/96 do Conselho Nacional de Saúde/MS, de 10/10/1996 (ANEXO 1), foram confeccionados 240 corpos-de-prova.

Após as extrações, os dentes foram limpos com pasta de pedra-pomes e água, armazenados em solução de Cloramina T a 0,5%<sup>\*</sup> e congelados (TITLEY *et al.*, 1998), até a época da utilização.

Após a seleção dos dentes, as raízes foram seccionadas na junção cimento-esmalte (FIG. 2 e 3), através de discos diamantados de dupla face<sup>‡</sup>, em baixa rotação, sob refrigeração água/ar. Em seguida as coroas foram fixadas lateralmente, com cera pegajosa<sup>^</sup>, a uma superfície metálica<sup>®</sup> (FIG. 4 e 5) e cortados na superfície oclusal, para a obtenção de uma superfície plana em dentina (FIG. 6).



**FIGURA 2** -Secção da raiz na junção cimento-esmalte.



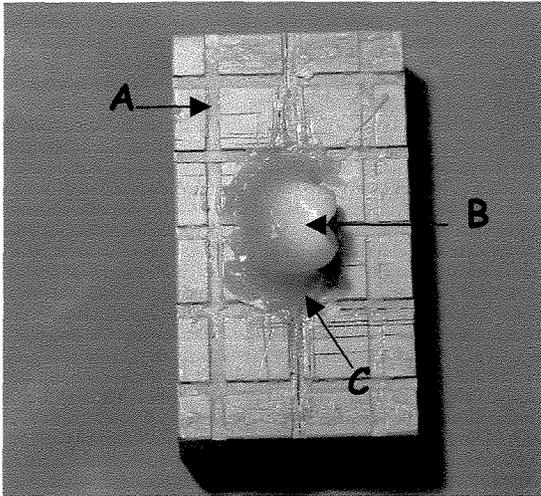
**FIGURA 3** - Coroas do dentes, selecionados para o estudo, após remoção das raízes.

<sup>\*</sup> Riedel-DE Haen AG, D-30926, Seelze - Germany (#8528 KTMG).

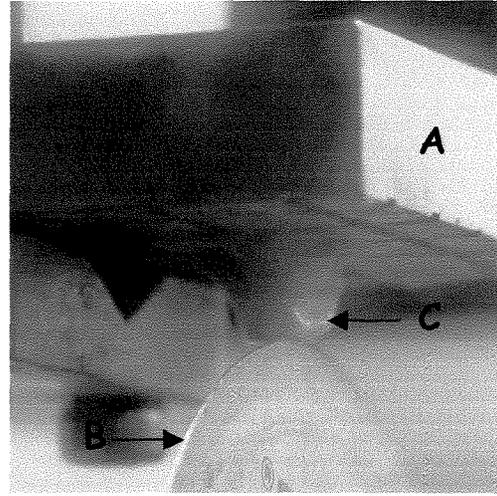
<sup>‡</sup> KG Sorensen Ind. e Com. Ltda, Barueri - 06454-920- São Paulo - Brasil.

<sup>^</sup> sds Kerr Sybron Dental Manufacturing Specialites, CA 92867 - USA.

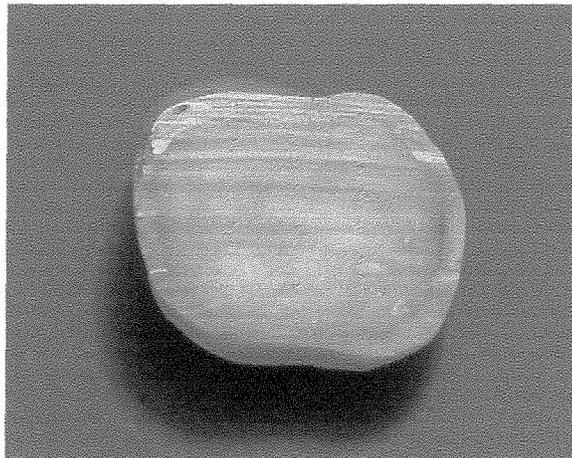
<sup>®</sup> Acessório da cortadeira metalográfica ISOMET 1000 - Buehler UK Ltd, Lake Bluff, IL 60044 - USA.



**FIGURA 4** - Suporte metálico (A), acessório da Cortadeira Metalográfica, onde o dente (B) foi fixada com cera pegajosa (C).



**FIGURA 5** - Posicionamento do dente na Cortadeira Metalográfica para corte da superfície oclusal, sendo A (suporte metálico); B (disco adiamantado) e C (amostra)



**FIGURA 6** - Superfície plana em dentina, obtida após corte da superfície oclusal.

Após a obtenção de uma superfície plana em dentina, com o auxílio de lixas de carbureto de silício de granulação número 600\*, as superfícies foram lixadas para simular a obtenção clínica de *smear layer* de acordo com RETIEF (1991); TAY *et al.* (2000); BURROW *et al.*, (2002), (FIG. 7).

\* Carbimet Disc Set, #305178180, Buehler UK Ltd, Lake Bluff, IL 60044 - USA.

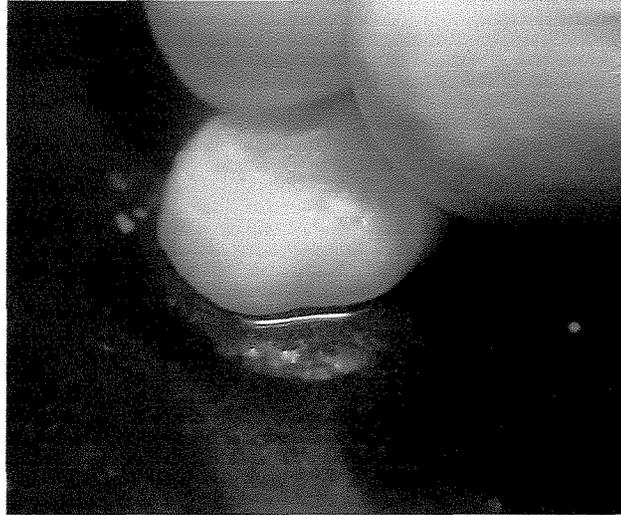


FIGURA 7 - Superfície dentinária lixada para obtenção de *smear layer*

Em seguida, as amostras foram distribuídas aleatoriamente em 12 grupos, de acordo com o tempo de condicionamento ácido (7, 15 e 20s) e sistema de união (SB, P&B2.1, OUP e CSE) a ser utilizado, sendo n=4 (QUADRO 3).

QUADRO 3 - Distribuição das amostras em grupos.

	SB	P&B 2.1	OUP	CSE
7 s	G1	G4	G7	G10
15 s	G2	G5	G8	G11
20 s	G3	G6	G9	G12

Após a distribuição em grupos, seguiu-se o seguinte protocolo para os procedimentos de união:

### **Procedimentos de união**

- **Protocolo para os grupos 1,2 e 3 (SB)**

- 1 - Condicionamento com ácido fosfórico a 35% por 7, 15 ou 20s;
- 2 - Enxágüe com água destilada em pisseta, por 10s;
- 3 - Remoção do excesso de água com papel absorvente mantendo a superfície úmida (aspecto brilhante);
- 4 - Aplicação do sistema de união Single Bond ("frasco único"), duas camadas consecutivas;
- 5 - Secagem por 2-5s;
- 6 - Fotoativação com aparelho Elipar Tri-Light, por 10s;

- **Protocolo para os grupos 4,5 e 6 (P&B 2.1)**

- 1 - Condicionamento com ácido fosfórico a 37% por 7, 15 ou 20s;
- 2 - Enxágüe com água destilada em pisseta por 15s e remoção do excesso com papel absorvente mantendo a superfície úmida (aspecto brilhante);
- 3 - Aplicação do sistema de união por 30s;
- 4 - Remoção dos excessos com jato de ar;
- 5 - Fotoativação com aparelho Elipar Tri-Light por 10s;
- 6 - Aplicação de uma segunda camada do sistema de união;
- 7 - Remoção completa do excesso, com jato de ar por 5s;
- 8 - Fotoativação com aparelho Elipar Tri-Light por 10s.

### **Protocolo para os grupos 7, 8 e 9 (OUP)**

- 1 - Manipulação do agente de união A com B até que fique com coloração homogênea (cor de rosa);
- 2 - Aplicação do sistema de união na superfície por 7, 15 ou 20s;
- 3 - Fotoativação com aparelho Elipar Tri-Light, por no mínimo 10s a uma distância de aproximadamente 2 mm;

### **Protocolo para os grupos 10,11 e 12 (CSE)**

- 1 - Aplicação do *primer*, com auxílio de *microbrush*, na superfície por 7, 15 ou 20s;
- 2 - Remoção dos excessos com papel absorvente;
- 3 - Aplicação do agente de união e secagem suave com jato de ar deixando a superfície brilhante;
- 4 - Fotoativação com aparelho Elipar Tri-Light por 10s.

#### **4.2.2.2 - Confecção dos corpos-de-prova**

Após o procedimento de união, todas as amostras foram restauradas seguindo-se o mesmo protocolo. Sobre a superfície dentinária tratada, o compósito odontológico restaurador Filtek Z250<sup>^</sup>, cor A3, foi inserido em incrementos de aproximadamente 2mm de espessura, com o auxílio de espátula<sup>φ</sup> para compósito odontológico, e fotoativado por 20s com luz halógena, pelo aparelho fotoativador Elipar Tri-Light<sup>λ</sup>, cuja intensidade de luz foi aferida antes do procedimento restaurador iniciado, em 470mW/cm<sup>2</sup>, e verificada a cada 8 fotoativações.

---

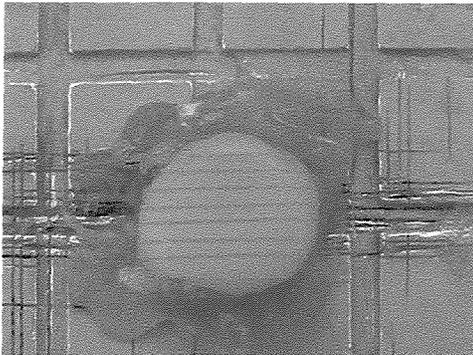
<sup>^</sup> 3M Dental Products, St. Paul, MN 55144, USA.

<sup>φ</sup> Duflex - SS White Group, Gloucester, GL1 5SG - UK.

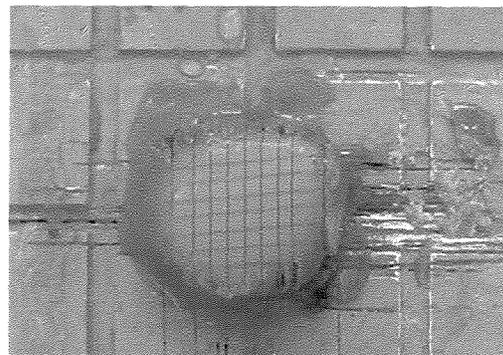
<sup>λ</sup> ESPE -America Co., Seefeld 82229, Germany.

#### 4.2.2.3 - Obtenção dos corpos-de-prova para ensaio mecânico

As amostras restauradas foram fixadas em suporte metálico<sup>ψ</sup> (acessório da cortadeira metalográfica), utilizando-se uma cola à base de cianoacrilato (Super Bonder<sup>ϑ</sup>) e posteriormente cera pegajosa<sup>\*</sup>. Este conjunto foi fixado à cortadeira metalográfica (ISOMET 1000<sup>φ</sup>), na qual um disco adiamantado<sup>^</sup> seccionou as amostras a partir da superfície mais externa da amostra, paralelamente ao longo eixo do dente, nos sentidos vestibulo-lingual (FIG.8) e mesio-distal (FIG.9).



**FIGURA 8** - Amostra seccionada no sentido vestibulo-lingual



**FIGURA 9** - Amostra seccionada no sentido mesio-distal

<sup>ψ</sup> ISOMET 1000 - Buehler UK Ltd., Lake Bluff, IL 60044 - USA.

<sup>ϑ</sup> Henkel Loctite Adesivos Ltda - Itapevi - São Paulo - 06690-111- Brasil.

<sup>\*</sup> sds Kerr Sybron Dental Specialities , CA 92867 - USA.

<sup>φ</sup> Buehler UK Ltd., Lake Bluff, IL 60044 - USA.

<sup>^</sup> #11-4253, series 15LC Diamond, Buehler UK Ltd., Lake Bluff, IL 60044 - USA.

Tais secções foram realizadas com o intuito de se obter corpos-de-prova (FIG.10) com secções transversais de aproximadamente  $1\text{mm}^2$ , de acordo com SANO *et al.*, (1994), PASHLEY *et al.*, (1995), PHRUKKANON *et al.*, (1998), para assegurar a confiabilidade do estudo. Os valores obtidos após as mensurações dos corpos-de-prova (ANEXO 2), foram submetidos à análise estatística (Análise de Variância e Teste de Tukey) e pôde-se observar que não houve diferença estatística significativa entre os grupos (ANEXO 3).

Em seguida, os corpos-de-prova foram armazenados em *ependorfs*<sup>δ</sup> (FIG. 11), em água destilada, a  $37^\circ\text{C}$ , em estufa Heraeus<sup>σ</sup>, durante 24h, até serem submetidos ao ensaio de resistência da união à microtração.

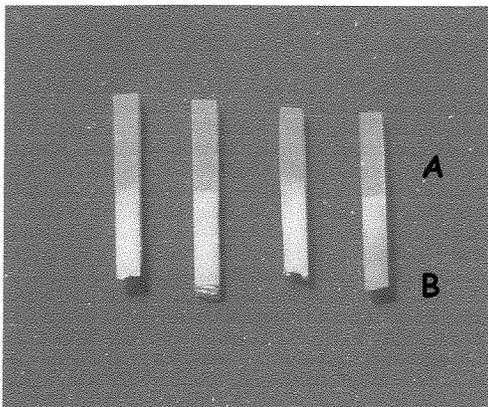


FIGURA 10 - Obtenção dos corpos-de-prova, sendo A (compósito) e B (dentina)

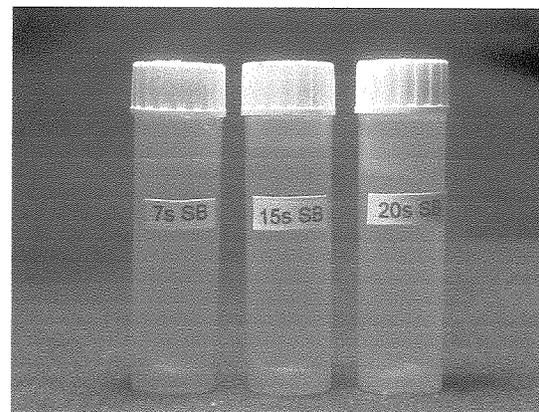


FIGURA 11 - Armazenamento dos corpos-de-prova em *ependorfs*

<sup>δ</sup> Multi-vials, #72659, Electron Microscopy Sciences, Washington 19034 - USA.

<sup>σ</sup> Hanau, D-63450 - Germany.

#### 4.2.2.4 - Ensaio de resistência da união à microtração

A ordem na qual o ensaio foi realizado foi de forma aleatória.

As dimensões da secção transversal dos corpos-de-prova foram mensuradas com o auxílio de um paquímetro digital<sup>φ</sup>. Os valores das áreas das secções transversais dos corpos-de-prova podem ser observados nas TAB. 6 a 17 (ANEXO 2). Em seguida fixados pelas suas extremidades em um dispositivo específico para ensaio de resistência de união à microtração\* (FIG.12), inserido a Máquina de Ensaio Universal (Instron\*; FIG. 13) com o auxílio de cola Super Bonder gel<sup>ψ</sup>, bem como um acelerador (Ativador para cianoacrilato 7452<sup>ψ</sup>), para assegurar que a cola não escoasse sobre a área a ser testada, tomando-se o cuidado para que esta não ficasse em contato com o dispositivo.

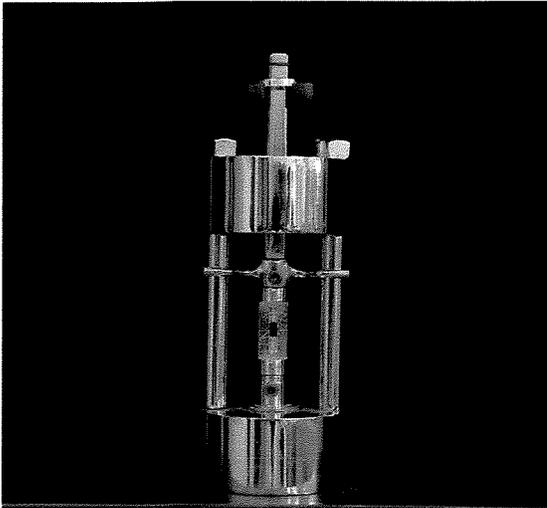
---

<sup>φ</sup> Mitutoyo America Corporation - Ontário - L5N 5N1 - Canadá.

\* Cometa - Gevartoski & Gevartoski Ltda. - Piracicaba - São Paulo - 13400-000 - Brasil.

^ Modelo 4411, Canton, MA 02021-1089, USA.

<sup>ψ</sup> Henkel Loctite Adesivos Ltda - Itapevi - São Paulo - 06690-111, Brasil.



**FIGURA 12** - Dispositivo específico para ensaio de microtração.

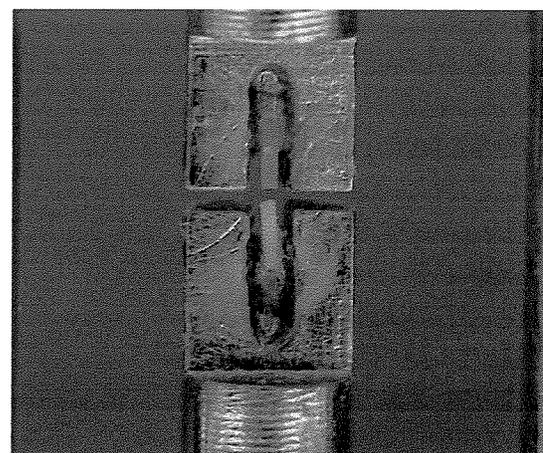


**FIGURA 13** - Máquina de Ensaio Universal (Instron) com o dispositivo para ensaio de microtração.

Terminada a fixação do corpo-de-prova (FIG. 14), o ensaio foi realizado a uma velocidade de 0,5 mm/min, com célula de carga de 50 N, até que ocorresse a ruptura do corpo-de-prova (FIG. 15).



**FIGURA 14** - Fixação do corpo-de-prova pra realização do ensaio mecânico.



**FIGURA 15** - Ruptura do corpo-de-prova após ensaio mecânico.

Os valores obtidos durante a mensuração dos corpos-de-prova com paquímetro digital (em milímetros - ANEXO 2 e 3), bem como os valores obtidos após a ruptura dos corpos-de-prova (em quilograma força - Kgf - ANEXO 4), foram anotados para posterior cálculo da resistência da união em Mega Pascal (MPa - ANEXO 4), de acordo com a seguinte fórmula matemática:

$$R = \frac{\text{Força (Kgf)}}{\text{Área (cm}^2\text{)}} \div 9.8$$

sendo:

- ✓ área da secção transversal do corpo-de-prova em mm<sup>2</sup> dividido por 100 = Área em cm<sup>2</sup>
- ✓ valor da resistência em Kgf dividido por cm<sup>2</sup> = valor em Kgf/cm<sup>2</sup>
- ✓ o valor obtido em Kgf/cm<sup>2</sup> dividido por 9,8 = valor da resistência em MPa.

#### 4.2.2.5 - Delineamento Estatístico

Os dados obtidos no ensaio da resistência da união à microtração (ANEXO 4) foram submetidos à análise estatística ( $\alpha=0,05$ ) em um delineamento inteiramente casualizado em esquema fatorial 3X4. A Análise de Variância dos dados originais apresentaram heterogeneidade de variância e na escala da variável, indicando a necessidade da transformação matemática dos dados originais, segundo o método de BOX-COX<sup>1</sup> (ANEXO 5).

---

<sup>1</sup> BOX, G.E.P., HUNTER, W.G. and HUNTER, J.S. (1978), *Statistics for Experimenters*, New York: John Wiley & Sons, Inc.

### 4.2.3 - Análise dos padrões de fratura

Os tipos de fratura produzidos pelo ensaio de microtração foram classificados pela análise em Microscópio Estereoscópico<sup>†</sup>, com aumento de 25X. As falhas foram classificadas em: adesiva, coesiva em dentina, coesiva em compósito ou mista (ANEXO 6).

Utilizou-se a análise estatística descritiva (percentuais) para os resultados da análise dos padrões de fratura.

Em seguida foram selecionados 5 corpos-de-prova representativos de cada grupo para ilustração do padrão de fratura em Microscópio Eletrônico de Varredura<sup>‡</sup> (MEV).

Para análise em MEV realizou-se a desidratação por imersão em etanol<sup>§</sup> com concentrações crescentes, por tempo determinado, como se segue:

- ✓ Etanol 25% - 20 min;
- ✓ Etanol 50% - 20 min;
- ✓ Etanol 75% - 20 min;
- ✓ Etanol 95% - 30 min;
- ✓ Etanol 100% - 60 min;

---

<sup>†</sup> XLT30, Nova Optical Systems, Novo Tempo Co. e Participações Ltda, Piracicaba, 13414-000 - São Paulo - Brasil.

<sup>‡</sup> JSM - 5600 - JEOL USA, Inc., Peabody, MA 01960 - USA.

<sup>§</sup> F. Maia Ind e Co. Ltda, São Paulo - S.P. - 01528-000 - Brasil.

Os corpos-de-prova desidratados foram imersos em solução de Hexametildisilazane<sup>³</sup> (HMDS), por 10 min a temperatura ambiente (PERDIGÃO *et al.*, 1996). Em seguida, descartou-se a solução de HMDS e as superfícies foram colocadas sobre papel filtro<sup>⁴</sup>, cobertos por Becker<sup>⁵</sup>, para que houvesse a eliminação de excesso desta substância (HMDS), por 24h, dentro de uma capela com aspiração ligada.

Após o processo de secagem, os corpos-de-prova foram fixados sobre *stubs* de latão<sup>⁶</sup>, com auxílio de fita de carbono<sup>⁷</sup> e cola Super Bonder gel<sup>⁸</sup>, e então cobertos com ouro pelo processo de metalização<sup>⁹</sup>, a 52mA por 186s.

Os corpos-de-prova preparados foram observados em MEV<sup>¹⁰</sup>, regulado para 20kV, com distância de trabalho (*Working Distance = WD*) de 33 mm, *spotsize* de 28, e aumento de 80X e 800X.

Os resultados obtidos foram submetidos à análise estatística descritiva (percentuais), considerando-se as variáveis estudadas.

---

<sup>³</sup> Electron Microscopy Sciences, Washington 19034 - USA.

<sup>⁴</sup> Melita do Brasil Ind. e Comércio Ltda - Avaré - São Paulo - 18702-000 - Brasil.

<sup>⁵</sup> Laborglas Ind. e Co. de Materiais para Laboratório Ltda, São Paulo - S.P. - 03054-020 - Brasil.

<sup>⁶</sup> JSM - 5600 - JEOL USA, Inc., Peabody, MA 01960 - USA.

<sup>⁷</sup> Procind Mecânica e Instalações Industriais Ltda, Piracicaba - São Paulo, 13424-550 - Brasil.

<sup>⁸</sup> #77816, Electron Microscopy Sciences, Washington 19034 - USA.

<sup>⁹</sup> Henkel Loctite Adesivos Ltda, Itapevi - 06690-111 - São Paulo - Brasil.

<sup>¹⁰</sup> Balzers - SCD 050 sputter coater, Balzers Union Aktiengesellschaft, Fürstentum Liechtenstein, FL-9496 - Germany.

#### 4.2.4 - Análise da região da união compósito/dentina

Através de 90 molares decíduos hígidos e recém-extraídos, de crianças na faixa etária de 4 a 9 anos, por razões clínicas, obtidos na Clínica de Graduação da Faculdade de Odontologia de Piracicaba - UNICAMP, de acordo com a Resolução 196/96 do Conselho Nacional de Saúde/MS, de 10/10/1996, aprovada pelo Comitê de Ética em Pesquisa da FOP-UNICAMP (ANEXO 1), foram confeccionadas 180 unidades experimentais em dentina, em que os fatores em estudo foram tempos de condicionamento ácido e sistemas de união (como descritos no item 4.2.1) sobre a união compósito/dentina.

Após as extrações, os dentes foram limpos com pasta pedra-pomes e água, armazenados em solução de glutaraldeído a 2,5%<sup>º</sup> tamponada com tampão de cacodilato de sódio 0,1M em pH 7,4, por 4h, em seguida foram lavados e armazenados em tampão de cacodilato de sódio a 0,2M em pH 7,4 (TEBECHRANI, 1999), até a época do processamento.

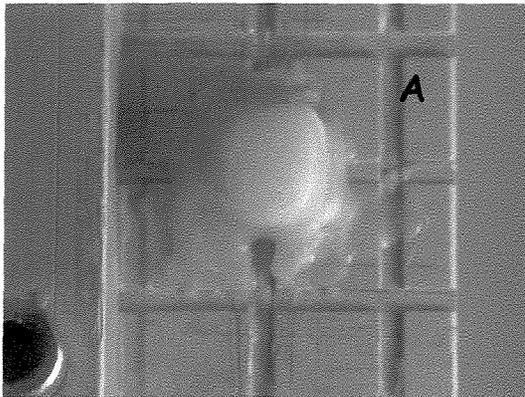
Todos os procedimentos realizados com as amostras para avaliação da resistência da união, também foram realizados com as amostras selecionadas para análise da união compósito/dentina, como descrito nos itens 4.2.2.1 e 4.2.2.2, exceto o procedimento para obtenção dos corpos-de-prova.

---

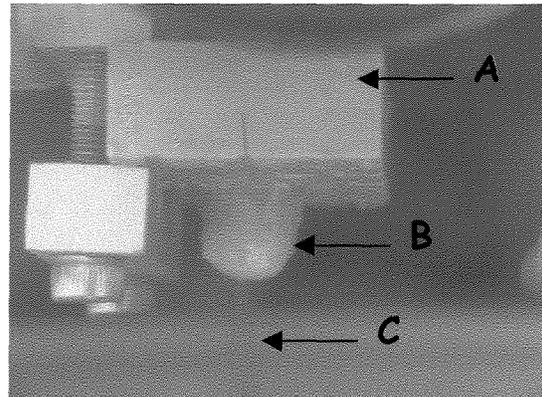
<sup>º</sup> #117H0054, Sigma Chemical Co., St. Louis, MO 63178, USA.

Para tal análise, após a fixação das amostras à cortadeira metalográfica (ISOMET 1000<sup>®</sup>; FIG. 16 e 17), fez-se apenas um corte no sentido médio-distal (FIG. 18), obtendo-se, desta maneira, duas superfícies de cada amostra (FIG. 19).

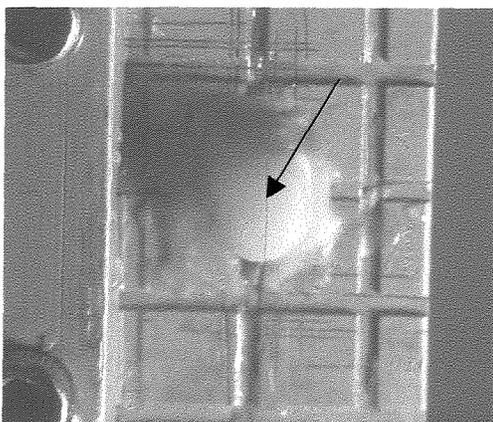
Sendo assim, cada grupo experimental foi constituído de 15 superfícies dentinárias para análise em Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV<sup>®</sup>).



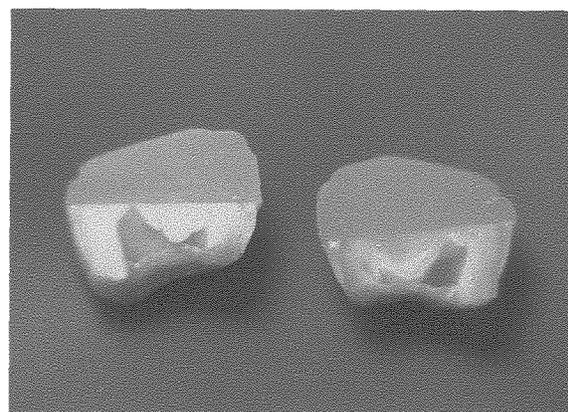
**FIGURA 16** - Fixação da amostra em suporte metálico (A) da cortadeira metalográfica.



**FIGURA 17** - Posicionamento da amostra na Cortadeira Metalográfica para corte no sentido médio-distal, sendo A (suporte metálico); B (amostra) e C (disco adiantado)



**FIGURA 18** - Corte no sentido médio-distal da amostra (seta).



**FIGURA 19** - Superfícies após seccionamento.

<sup>®</sup> JSM - 5900 - JEOL USA, Inc., Peabody, MA 01960 - USA.

Após a obtenção das superfícies, fez-se o polimento manual, sob constante irrigação com água destilada, com lixas de carbureto de silício de granulações 600<sup>z</sup> e 1200<sup>β</sup>.

A cada troca de lixa, ou seja, alteração na granulação, as superfícies foram acondicionadas, em água destilada, em *ependorfs*<sup>φ</sup> e colocadas em ultrassom (USC1400<sup>δ</sup>), por um período de 30 min. Terminado o desgaste com as lixas, fez-se uso de panos auto-adesivos para polimento metalográfico<sup>▲</sup> e pastas polidoras<sup>φ</sup> de granulações 1 e 0,5 μm, sendo as amostras novamente colocadas em ultrassom (USC1400<sup>δ</sup>), por 30 min, no intervalo entre a troca das pastas.

Terminado o procedimento de limpeza das superfícies através de ultrassom, realizou-se a desmineralização e desproteínização. Sendo a desmineralização realizada com ácido fosfórico a 50%<sup>λ</sup>, por 3s e a desproteínização com hipoclorito de sódio a 10%<sup>λ</sup>, por 5 min. Entre as etapas de desmineralização e desproteínização, as superfícies foram colocadas novamente em ultrassom (USC 1400<sup>δ</sup>) por 30 min.

---

<sup>z</sup> Carbimet Disc Set, #305178180, Buehler UK Ltd., Lake Bluff, IL 60044, USA.

<sup>β</sup> Microcut disc PSA, #30-5170-012-100, Buehler UK Ltd., Lake Bluff, IL 60044, USA.

<sup>φ</sup> Multi-vials, #72659, Electron Microscopy Sciences, Washington 19034 - USA.

<sup>δ</sup> Unique Ind. e Co. de Produtos Eletrônicos Ltda, São Paulo - S.P. - 04790-111 - Brasil.

<sup>▲</sup> Microcloth Polishing Cloth, #40-7212, Buehler UK Ltd, Lake Bluff, IL 60044, USA.

<sup>φ</sup> Buehler UK Ltd, Lake Bluff, IL 60044, USA.

<sup>λ</sup> Proderma Farmácia de Manipulação Ltda, Piracicaba. - 13416-580 - São Paulo - Brasil.

<sup>δ</sup> Unique Ind. e Co. de Produtos Eletrônicos Ltda, São Paulo - S.P. - 04790-111 - Brasil.

Em seguida, realizou-se a desidratação por imersão em etanol<sup>φ</sup>, com concentrações crescentes, por tempo determinado, como se segue:

- ✓ Etanol 25% - 20 min;
- ✓ Etanol 50% - 20 min;
- ✓ Etanol 75% - 20 min;
- ✓ Etanol 95% - 30 min;
- ✓ Etanol 100% - 60 min;

As superfícies desidratadas foram imersas em solução de Hexametildisilazane (HMDS<sup>♦</sup>), por 10 min a temperatura ambiente (PERDIGÃO *et al.*, 1996). Em seguida, as superfícies foram colocadas sobre papel filtro<sup>Ⓝ</sup>, cobertos por Becker<sup>δ</sup>, para que houvesse a eliminação de excesso desta substância (HMDS), por 24h, dentro de uma capela com aspiração ligada.

Após o processo de secagem, as superfícies foram fixadas sobre *stubs* de latão<sup>Ⓢ</sup>, com auxílio de fita de carbono<sup>ψ</sup>, e então, cobertas com ouro pelo processo de metalização<sup>§</sup>, a 52mA por 186 s.

---

<sup>φ</sup> F. Maia Ind. e Co. Ltda, São Paulo - S.P. - 01528-000 - Brasil.

<sup>♦</sup> Electron Microscopy Sciences, Washington 19034 - USA

<sup>Ⓝ</sup> Melita do Brasil Ind. e Comércio Ltda - Avaré - São Paulo - 18702-000 - Brasil.

<sup>δ</sup> Laborglas Ind e Co. de Materiais para Laboratório Ltda, São Paulo - S.P. - 03054-020 - Brasil.

<sup>Ⓢ</sup> Procind Mecânica e Instalações Industriais Ltda, Piracicaba - São Paulo, 13424-550 - Brasil.

<sup>ψ</sup> #77816, Electron Microscopy Sciences, Washington 19034 - USA.

<sup>§</sup> Balzers - SCD 050 sputter coater, Balzers Union Aktiengesellschaft, Fürstentum Liechtenstein, FL-9496 - Germany.

As amostras preparadas foram observadas em MEV<sup>®</sup>, regulado para 20kV, com distância de trabalho (*Working Distance = WD*) de 30 mm, *spotsize* de 25, e aumento de 1.500X.

A princípio fez-se a mensuração da espessura da camada híbrida em micrometros ( $\mu\text{m}$ ), realizando-se uma medida aleatória de cada amostra analisada (ANEXO 7). Desta forma, foram obtidos 15 valores de espessura de camada híbrida para os grupos tratados co sistemas de "frasco único", pois nos demais grupos não se pôde observar a presença de camada híbrida (ANEXO 8), e a partir dos dados obtidos foi realizada a regressão linear.

Devido à dificuldade de mensurações da camada híbrida nos grupos onde aplicou-se os sistemas de união "autocondicionantes", optou-se pela realização de uma análise qualitativa da região de união compósito/dentina, para todos os grupos envolvidos no experimento.

A avaliação qualitativa da união compósito/dentina foi realizada através de um escore, previamente delineado (QUADRO 4) baseado na formação de camada híbrida e prolongamentos resinosos.

---

<sup>®</sup> JSM - 5900 - JEOL USA, Inc., Peabody, MA 01960 - USA.

**QUADRO 4 - Escores utilizados para avaliação qualitativa da união compósito/dentina.**

<b>Escores</b>	<b>Camada híbrida</b>	<b>Prolongamentos resinosos</b>
0	não evidente	não evidente
1	não evidente	evidente
2	evidente	não evidente
3	evidente	evidente

Os dados obtidos pela análise qualitativa da união (ANEXO 9) foram submetidos ao Teste de Kruskal-Wallis considerando-se como diferença mínima significativa 5% (ANEXO 10).



## 5. RESULTADOS

### 5.1 - Ensaio da resistência da união à microtração

A Análise de Variância (ANOVA) e as causas de variação estão apresentadas na TAB 1.

TABELA 1 - Análise de Variância para o ensaio de resistência da união à microtração em diferentes tempos de condicionamento ácido e sistemas de união.

Causa de Variação	GL	SQ	QM	F	Valor-p
Material	3	3,31131757	1,10377252	41,00	<.0001*
Tempo	2	0,17347323	0,08673662	3,22	0,0417*
Material*Tempo	6	0,41760455	0,06960076	2,59	0,0192*
Resíduo	226	6,08433464	0,02692183		
Total Corrigido	237	9,98640211			

\* diferença estatística significativa ( $p < 0,05$ ); \*\* CV=11,25%

A análise da TABELA 1 pode concentrar-se nos valores da coluna Valor-p. Estes valores foram comparados com o nível de significância previamente estabelecido de 5%. Desta forma, observou-se que houve diferença entre as médias originais em MPa das duas variáveis em estudo, assim como da interação material\*tempo.

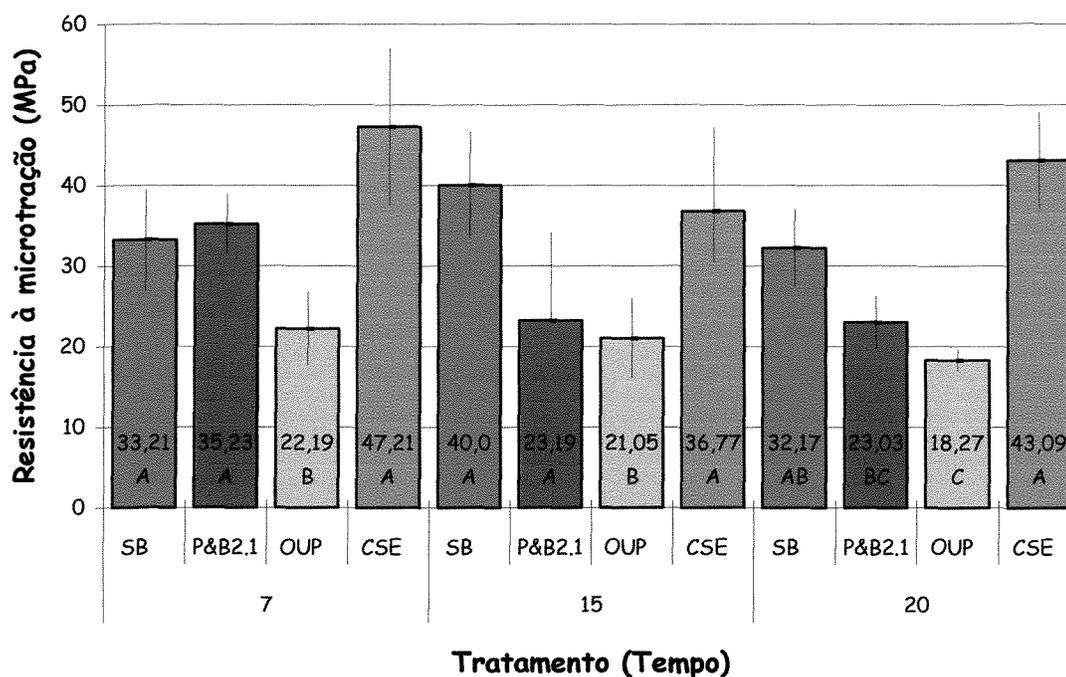
Como a Análise de Variância indicou diferença entre os fatores em estudo, foi realizado um estudo de comparação das médias através do desdobramento da interação, iniciando-se a comparação do Material dentro dos níveis de Tempo na TAB 2.

**TABELA 2 - Médias originais e medidas de dispersão de Material dentro dos níveis de Tempo através do teste de Tukey com nível de significância de 5% ( $\alpha=0,05$ ), obtidas através do ensaio mecânico.**

Tempo	Material	n	Média (MPa)	Teste de Tukey	Desvio Padrão	Erro Padrão	Limites do intervalo de confiança (95%)	
							Superior	Inferior
7	SB	20	33,21	A	11,400	2,995	39,47	26,94
	P&B2.1	20	35,23	A	6,009	1,791	38,98	31,48
	OUP	20	22,19	B	9,791	2,183	26,77	17,61
	CSE	20	47,21	A	20,990	4,694	57,03	37,39
15	SB	20	40,00	A	14,220	3,179	46,65	33,35
	P&B2.1	20	23,19	A	10,710	2,396	34,20	24,17
	OUP	20	21,05	B	10,460	2,342	25,96	16,15
	CSE	20	36,77	A	17,940	4,011	47,17	30,36
20	SB	20	32,17	A B	10,240	2,289	36,97	27,38
	P&B2.1	20	23,03	B C	6,998	1,565	26,30	19,75
	OUP	20	18,27	C	2,798	0,626	19,58	16,96
	CSE	18	43,09	A	12,030	2,837	49,08	37,11

\* Média seguida por letras iguais não diferem entre si para o teste de Tukey ( $p<0,05$ ).

A Figura 20 ilustra a comparação de médias de Material dentro do Tempo, o que foi necessário em função da existência de interação entre os fatores.



\* Barras seguidas pela mesma letra não diferem entre si pelo teste de Tukey ( $p > 0,05$ ).

**FIGURA 20** - Gráfico ilustrativo das médias originais e desvio padrão da média da resistência da união à microtração de acordo com os fatores em estudo.

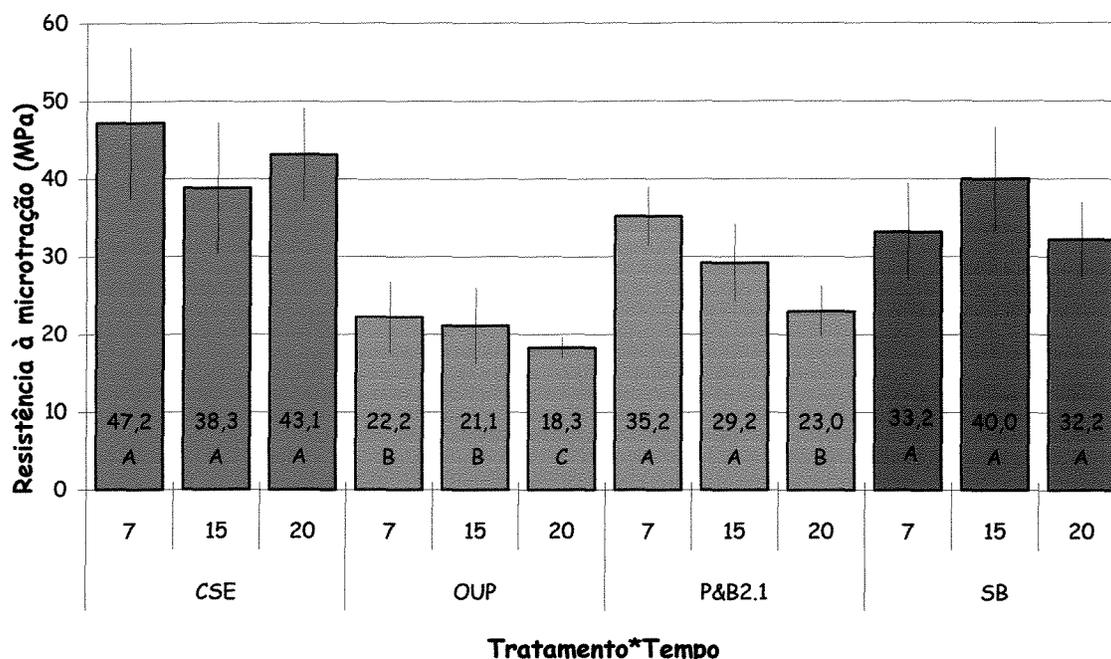
De acordo com a TAB. 2 e FIG. 20 pôde-se observar que não houve diferença estatística significativa entre os tempos de 7 e 15s, sendo as maiores alterações observadas em relação ao desempenho dos Materiais para o tempo de 20s. Materiais como o OUP e P&B2.1 apresentaram

significativamente menores médias quando empregados durante o tempo de 20s.

**TABELA 3 - Comparação de médias originais entre tempos de condicionamento ácido e Material através do teste de Tukey com nível de significância de 5% ( $\alpha=0,05$ ), obtidas através do ensaio mecânico.**

Tempo	Material	n	Média (MPa)	Teste de Tukey	Desvio Padrão	Erro Padrão	Limites do intervalo de confiança (95%)	
							Superior	Inferior
SB	7	20	33,2	A	11,400	2,995	39,47	26,94
	15	20	40,0	A	14,220	3,179	46,65	33,35
	20	20	32,2	A	10,240	2,289	36,97	27,38
P&B2.1	7	20	35,2	A	6,009	1,791	38,98	31,48
	15	20	29,2	A	10,710	2,396	34,20	24,17
	20	20	23,0	B	6,998	1,565	26,30	19,75
OUP	7	20	22,2	B	9,791	2,183	26,77	37,39
	15	20	21,1	B	10,460	2,342	25,96	16,15
	20	20	18,3	C	2,798	0,626	19,58	16,96
CSE	7	20	47,2	A	20,990	4,694	57,03	37,39
	15	20	38,3	A	17,940	4,011	47,17	30,36
	20	18	43,1	A	12,030	2,837	49,08	37,11

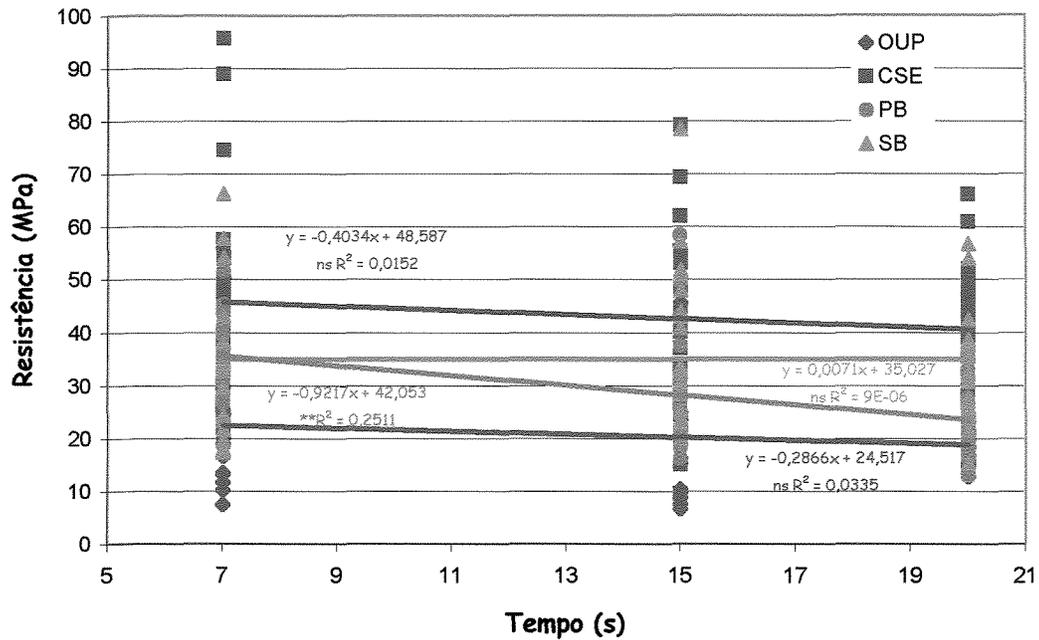
A Figura 21 ilustra a comparação de médias entre os diferentes tempos de condicionamento ácido entre Material.



**FIGURA 21** - Gráfico ilustrativo das médias originais da resistência da união à microtração para os diferentes tempos de condicionamento ácido dentro de Material.

De acordo com a TAB. 3 e FIG. 21 pôde-se observar que para os sistemas CSE e SB a alteração no tempo de condicionamento ácido não interferiu nos valores de resistência da união, enquanto para os sistemas P&B2.1 e OUP a utilização de 20s de condicionamento ácido diminuiu os valores de resistência, porém nos tempos de 7 e 15s não pôde-se observar diferença estatística significativa.

Pôde-se verificar, através da FIG. 22 que o P&B2.1 apresentou interação tempo de condicionamento\*resistência da união significativa, observando-se a diminuição da resistência da união com o aumento do tempo de condicionamento.



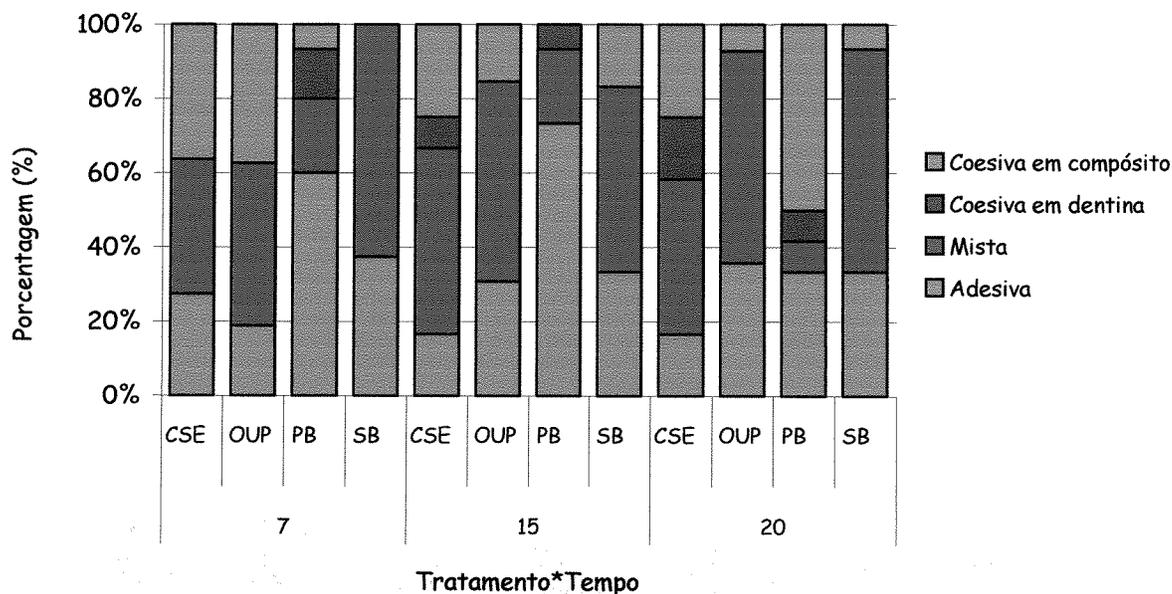
\*\*modelo significativo com nível de significância de 1%; ns: não significativo

FIGURA 22 - Regressões lineares para estudo da Resistência em função do Tempo dentro de cada um dos tratamentos.

## 5.2 - Análise do padrão de fratura

TABELA 4 - Distribuição em percentuais dos padrões de fratura encontrado nos corpos-de-prova após ensaio de microtração.

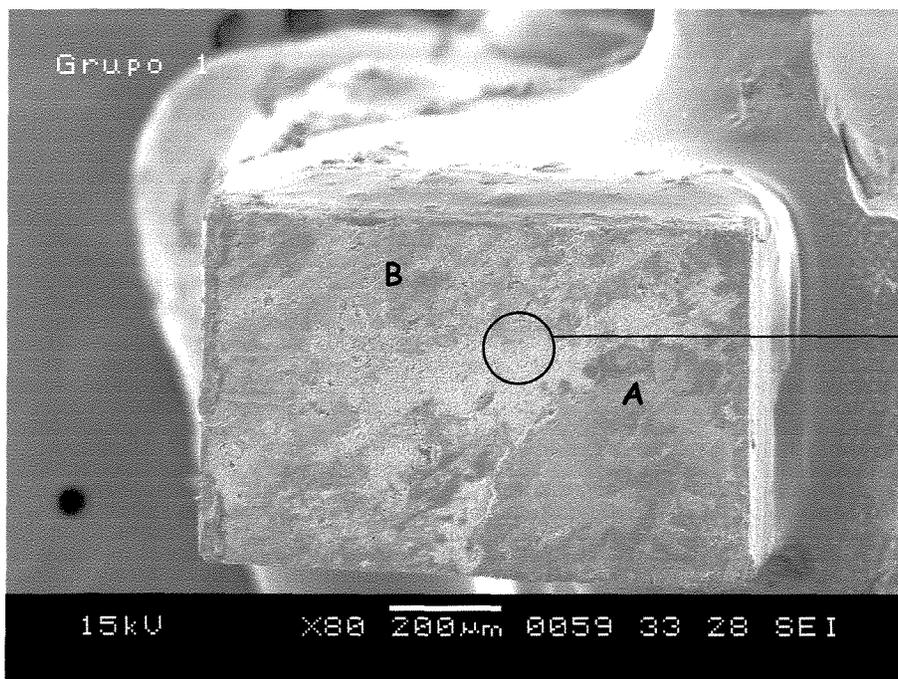
Grupos		Padrão de fratura (%)				TOTAL
		Adesiva	Mista	Coesiva em dentina	Coesiva em compósito	
7	SB	37,5	62,5	0,0	0,0	100
	P&B2.1	60,0	20,0	13,4	6,6	100
	OUP	25,0	58,3	0,0	16,7	100
	CSE	27,2	36,4	0,0	35,4	100
15	SB	33,4	50,0	0,0	16,6	100
	P&B2.1	73,4	20,0	6,6	0,0	100
	OUP	30,8	53,8	0,0	15,4	100
	CSE	16,7	50,0	8,3	25,0	100
20	SB	33,4	60,0	0,0	6,6	100
	P&B2.1	33,4	8,3	8,3	50,0	100
	OUP	35,7	57,1	0,0	7,2	100
	CSE	16,6	41,8	16,6	25,0	100



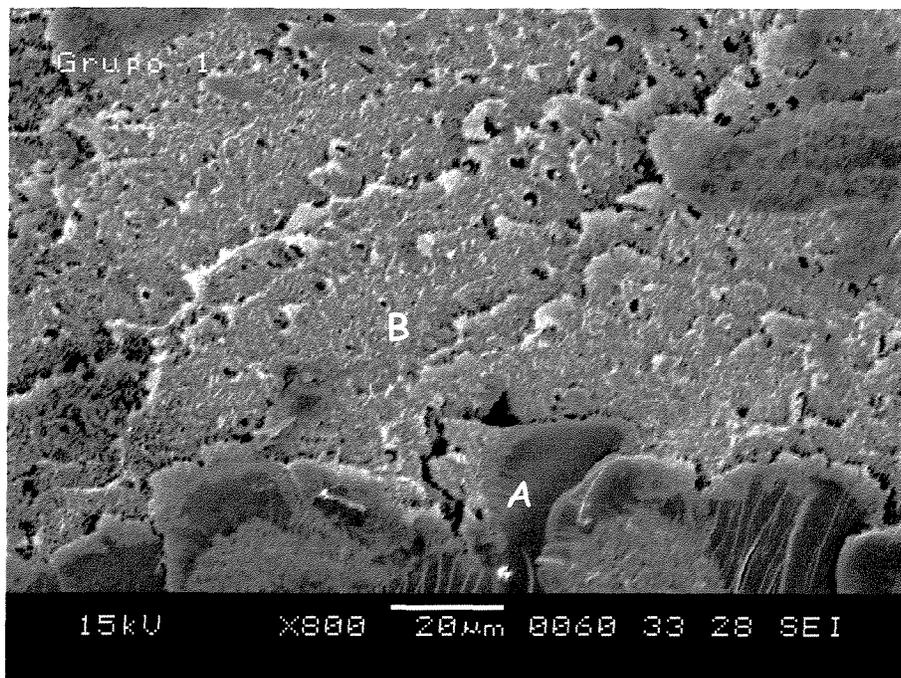
**FIGURA 23** - Gráfico ilustrativo da distribuição dos padrões de fratura encontrados nos corpos-de-prova após ensaio de microtração.

De acordo com a TAB. 4 e FIG. 23 observou-se uma maior predominância de falhas do tipo mista para todos os grupos, exceto para aqueles tratados com P&B2.1, cuja predominância de falhas foi do tipo adesiva quando utilizou-se os tempos de 7s e 15s de condicionamento ácido e do tipo coesiva em compósito para o tempo de 20s.

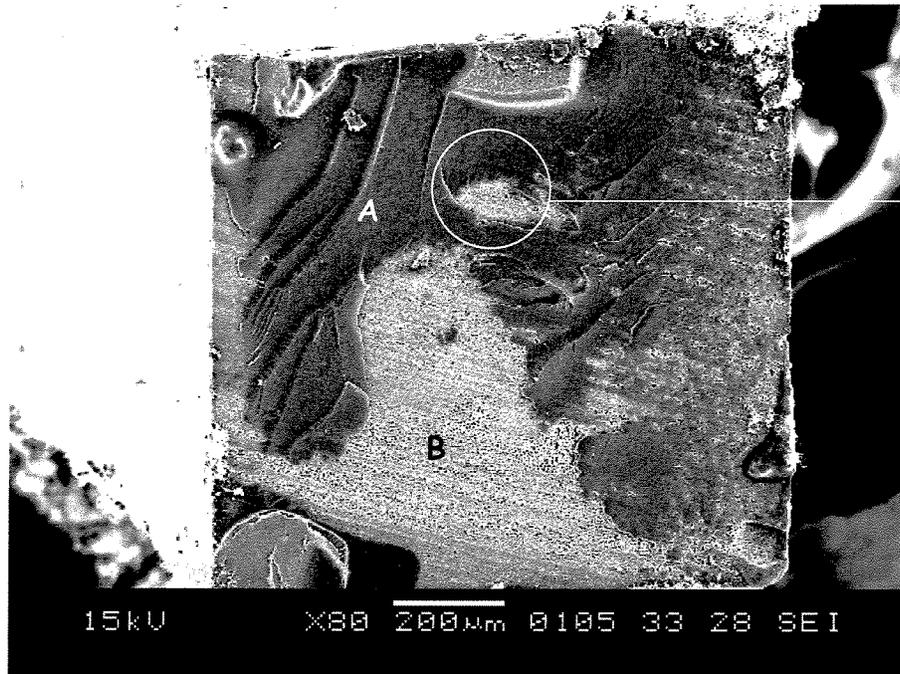
As fotomicrografias a seguir (Fig. 24 a 52) ilustram o padrão de fratura representativa encontrada em cada grupo.



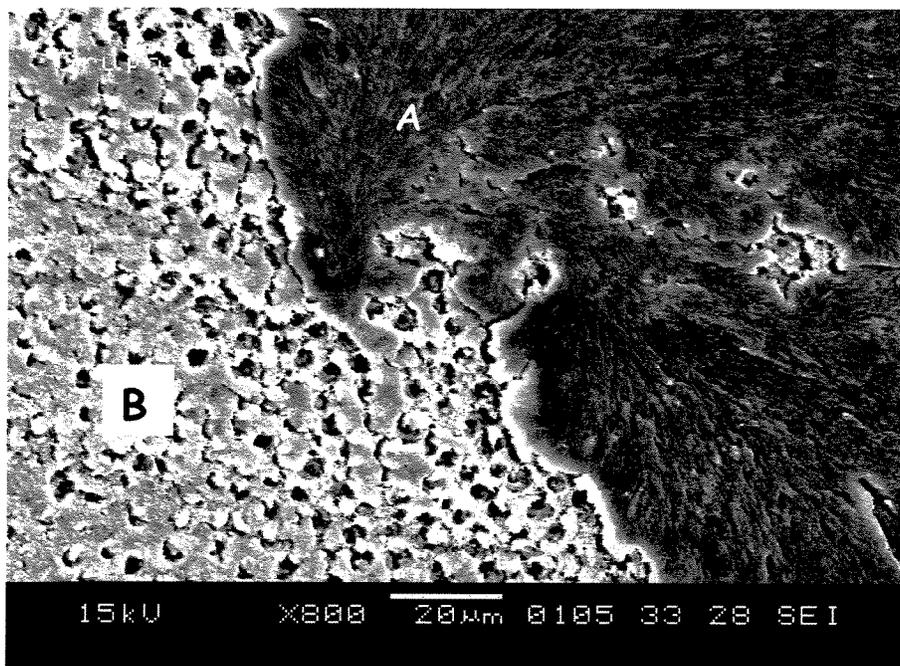
**FIGURA 24** - Aspecto morfológico do padrão de fratura do G1, após ensaio de microtração. Nota-se remanescentes de agente de união (A), e dentina aparentemente livre de material (B), caracterizando falha mista.



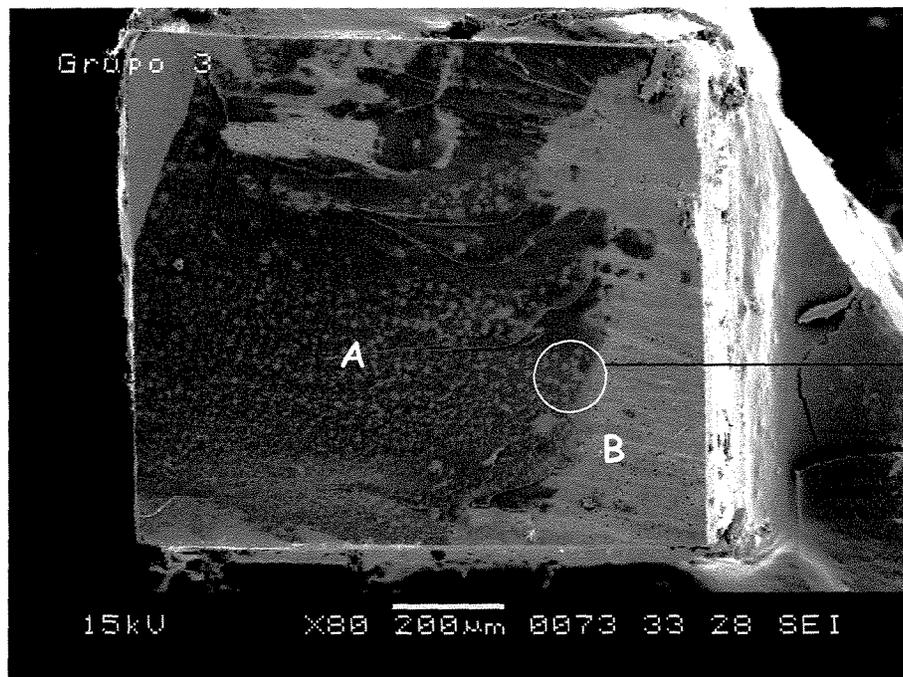
**FIGURA 25** - Aspecto morfológico (G1) da área delimitada (80X), ilustrando remanescentes de agente de união (A), e dentina (B), caracterizando falha mista.



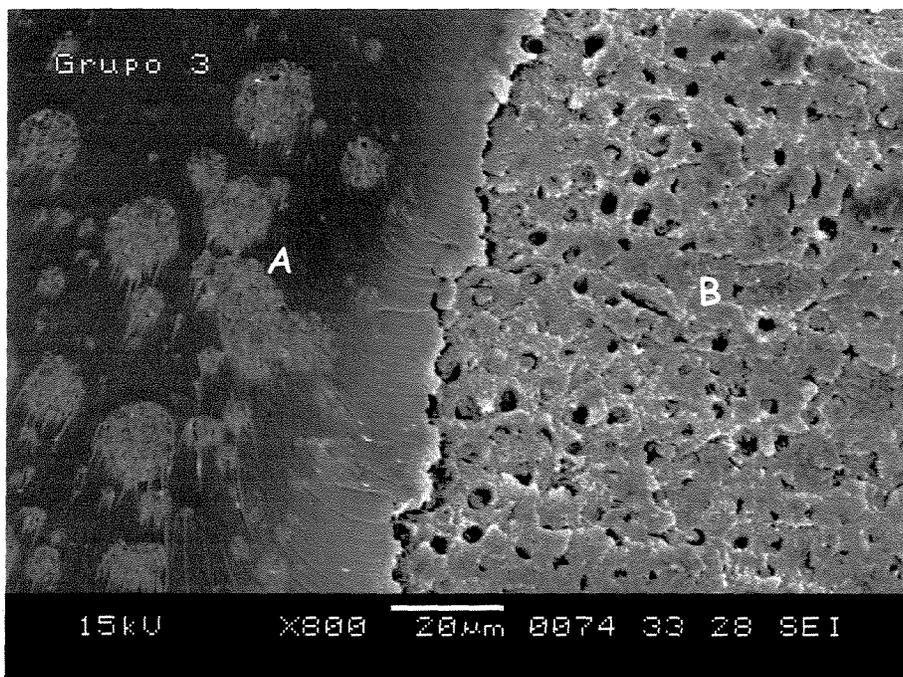
**FIGURA 26** - Aspecto morfológico do padrão de fratura do G2, após ensaio de microtração. Nota-se remanescentes de agente de união (A), e dentina aparentemente livre de material (B), caracterizando falha mista.



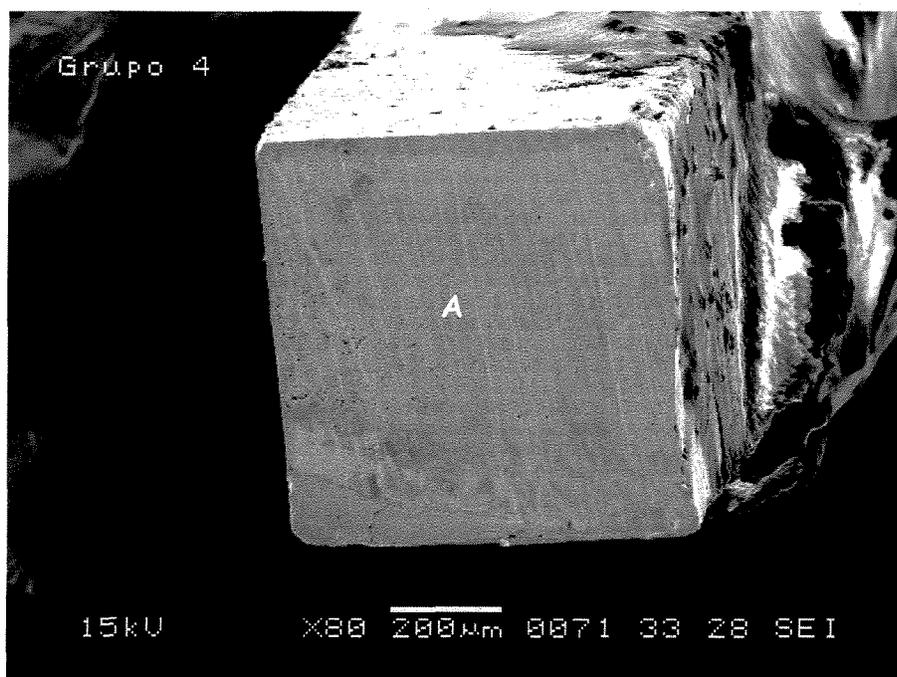
**FIGURA 27** - Aspecto morfológico (G2) da área delimitada (80X) ilustrando remanescentes de agente de união (A), e dentina (B), caracterizando falha mista.



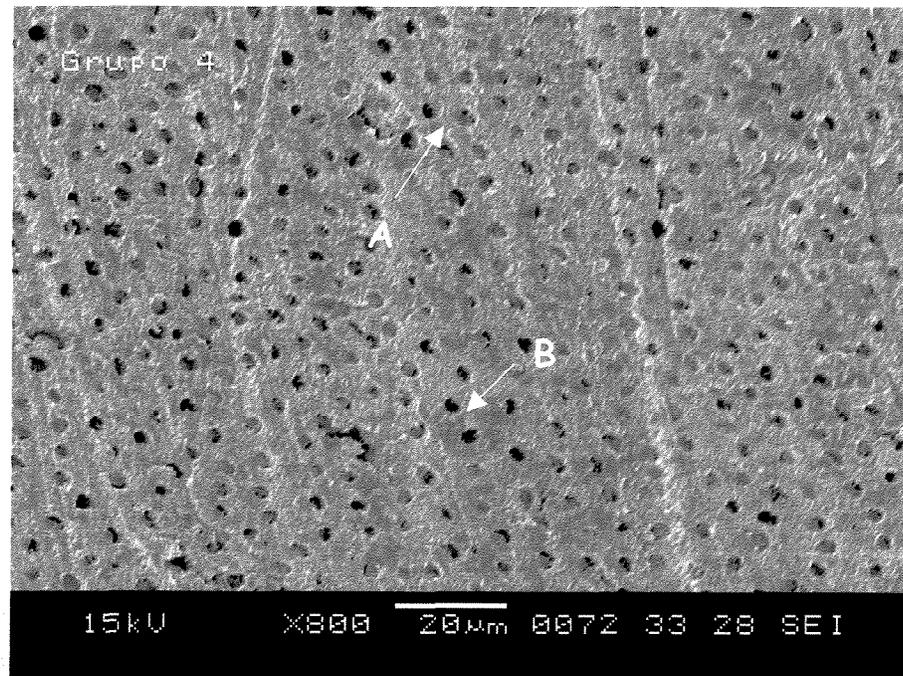
**FIGURA 28** - Aspecto morfológico do padrão de fratura do G3, após ensaio de microtração. Nota-se remanescentes de agente de união (A), e dentina aparentemente livre de material (B), caracterizando falha mista.



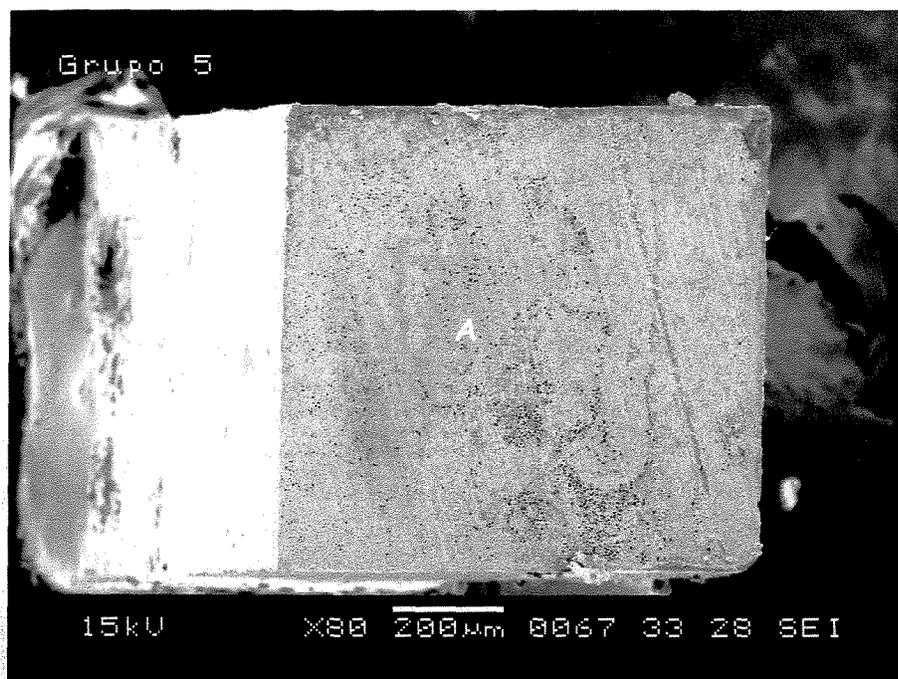
**FIGURA 29** - Aspecto morfológico (G3) da área delimitada (80X), ilustrando remanescentes de agente de união (A), e dentina (B), caracterizando falha mista.



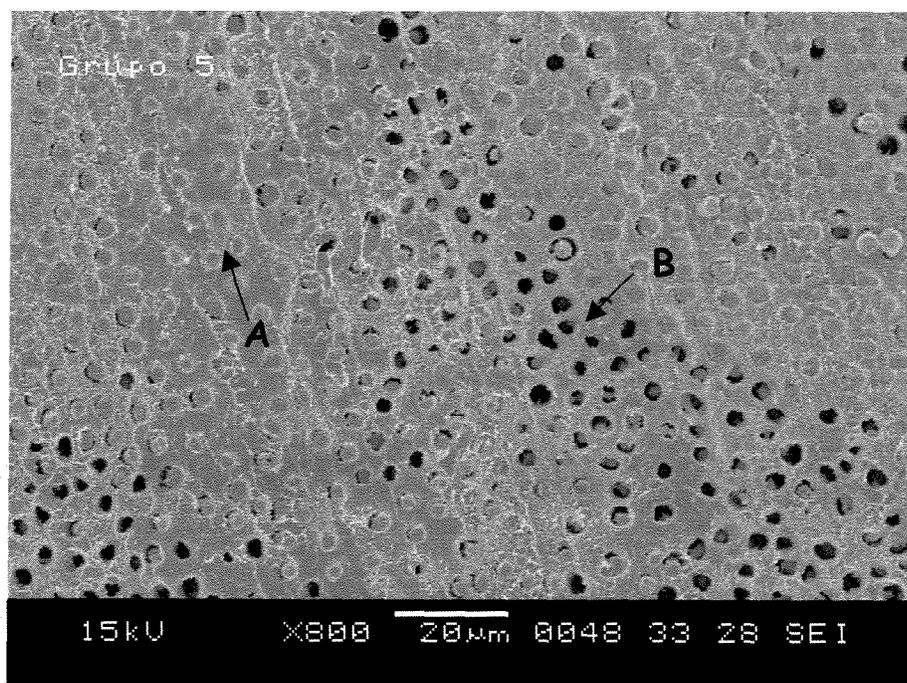
**FIGURA 30** - Aspecto morfológico do padrão de fratura do G4, após ensaio de microtração. Nota-se dentina aparentemente livre de material (A), caracterizando falha adesiva.



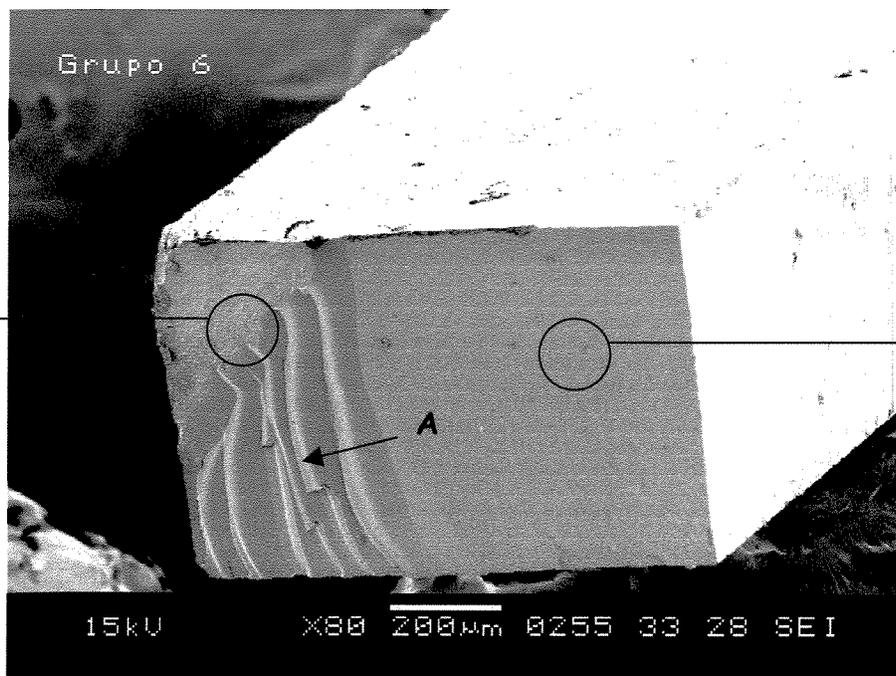
**FIGURA 31** - Aspecto morfológico (G4), ilustrando a presença de túbulos dentinários preenchidos com agente de união (A), e livres de material (B), caracterizando falha adesiva.



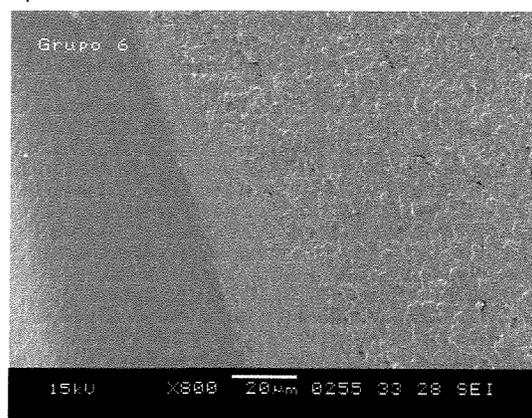
**FIGURA 32** - Aspecto morfológico do padrão de fratura do G5, após ensaio de microtração. Nota-se dentina aparentemente livre de material (A), caracterizando falha adesiva.



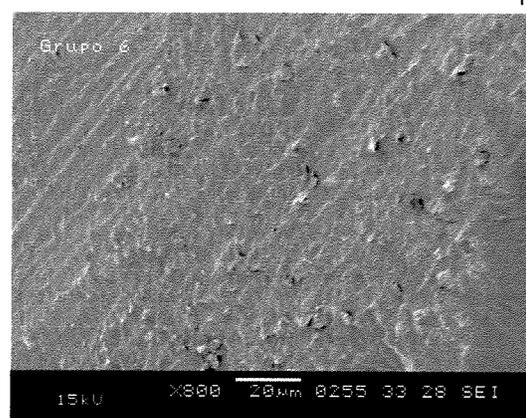
**FIGURA 33** - Aspecto morfológico (G5), ilustrando a presença de túbulos dentinários preenchidos com agente de união (A), e livres de material (B), caracterizando falha adesiva.



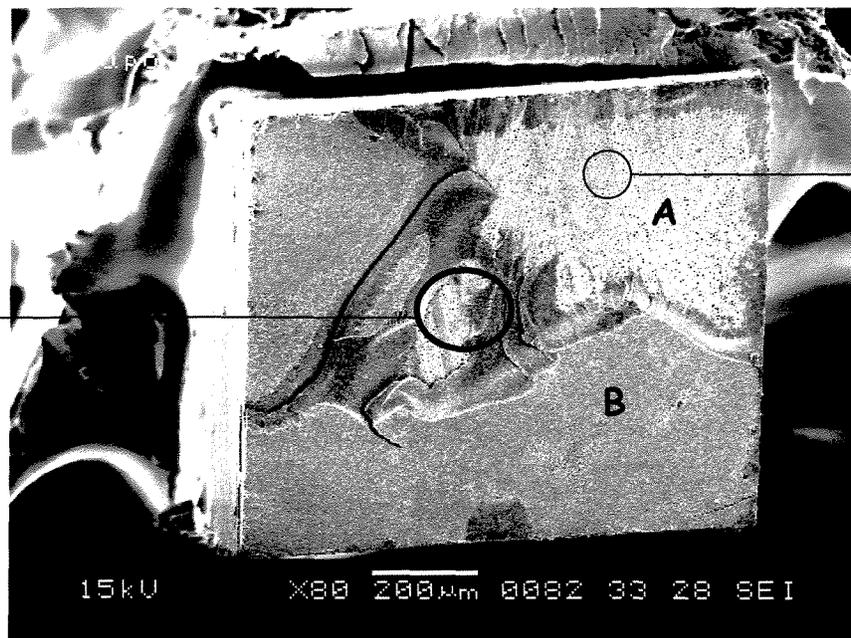
**FIGURA 34** - Aspecto morfológico do padrão de fratura do G6, após ensaio de microtração. Nota-se remanescentes de compósito (A), caracterizando falha coesiva em compósito.



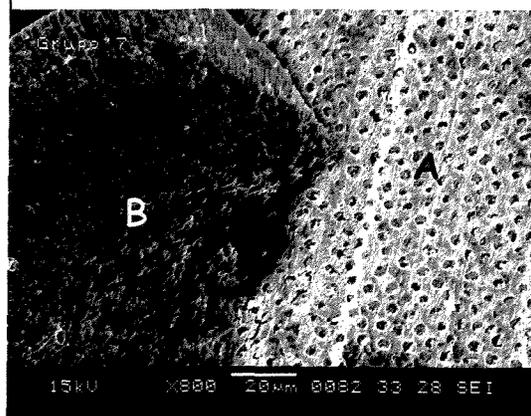
**FIGURA 35** - Aspecto morfológico (G6), ilustrando remanescentes de compósito, caracterizando falha coesiva em compósito.



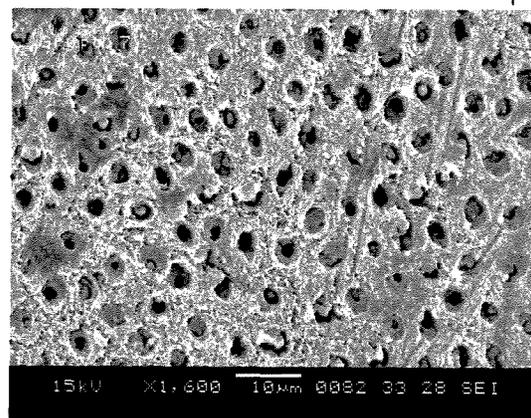
**FIGURA 36** - Aspecto morfológico (G6), ilustrando remanescentes de compósito, caracterizando falha coesiva em compósito.



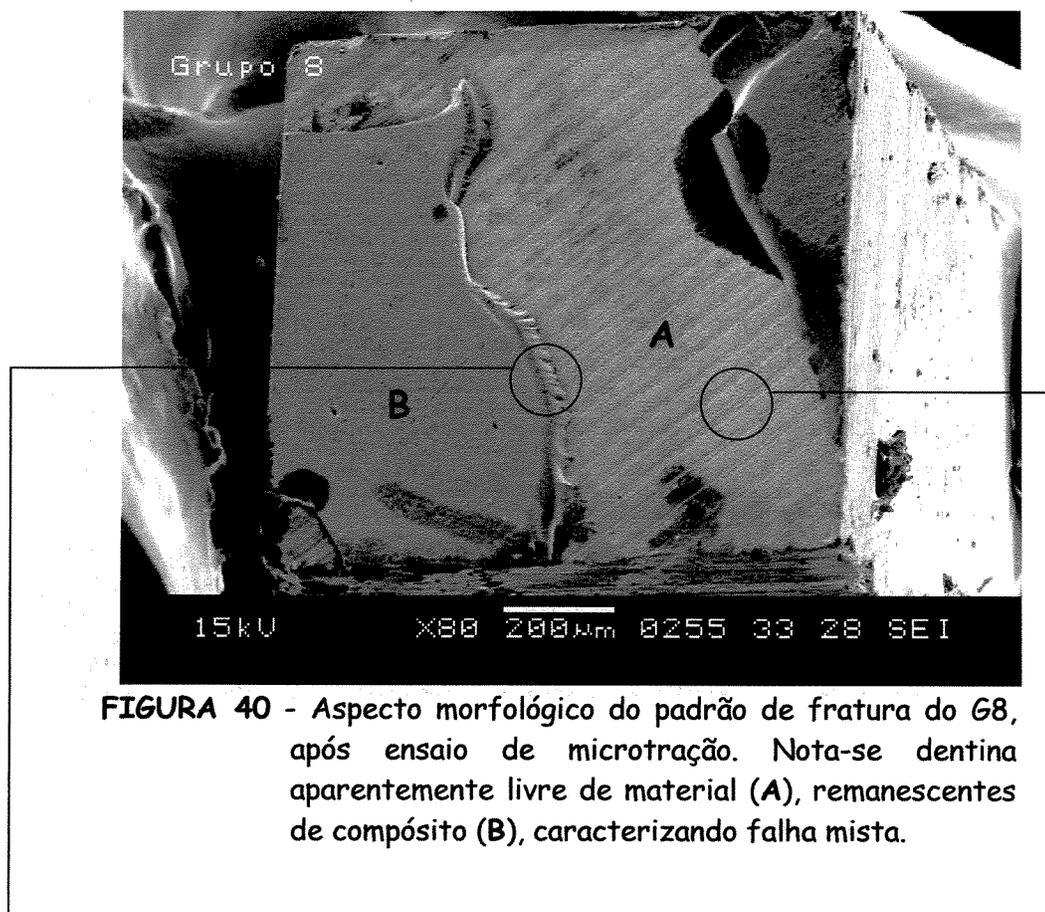
**FIGURA 37** - Aspecto morfológico do padrão de fratura do G7, após ensaio de microtração. Nota-se dentina aparentemente livre de material (A), remanescentes de compósito (B), caracterizando falha mista.



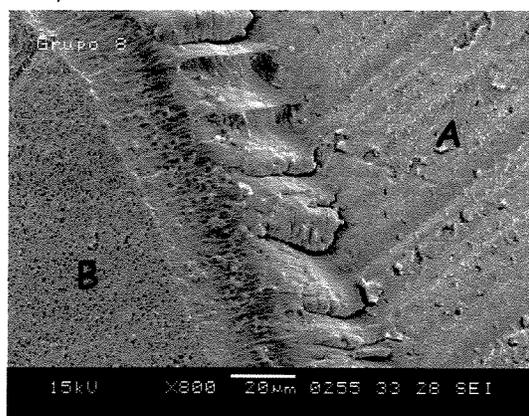
**FIGURA 38** - Aspecto morfológico (G7), ilustrando dentina livre de material (A) e remanescentes de compósito (B), caracterizando falha mista.



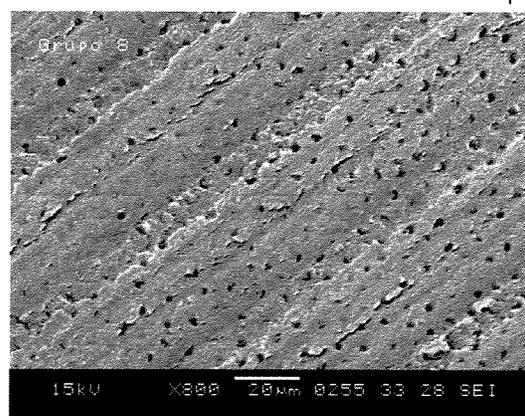
**FIGURA 39** - Aspecto morfológico (G7), ilustrando dentina livre de material.



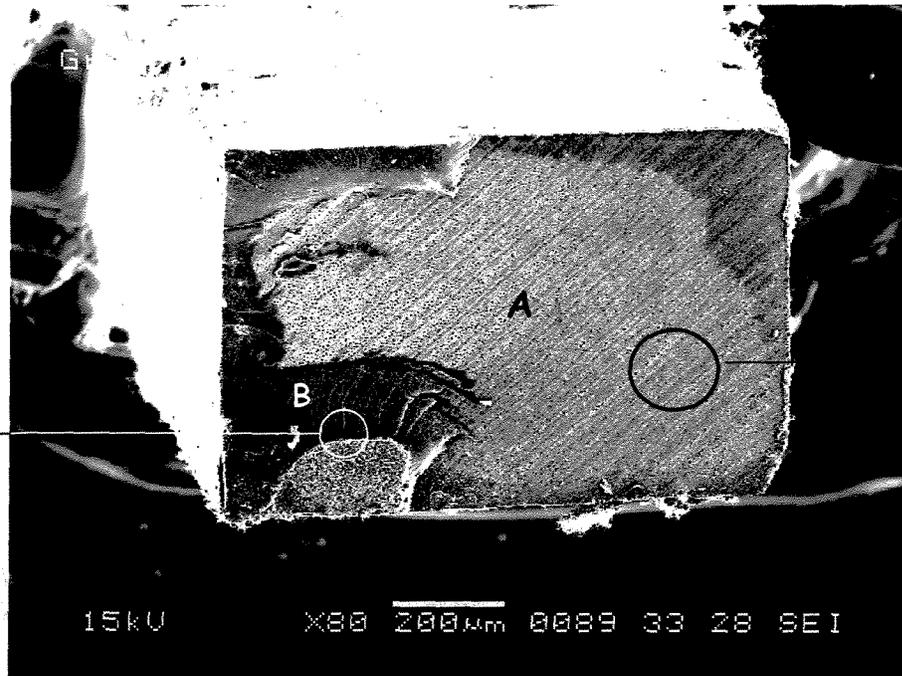
**FIGURA 40** - Aspecto morfológico do padrão de fratura do G8, após ensaio de microtração. Nota-se dentina aparentemente livre de material (A), remanescentes de compósito (B), caracterizando falha mista.



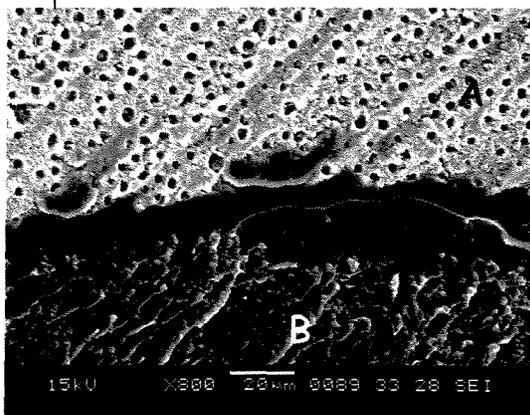
**FIGURA 41** - Aspecto morfológico (G8), ilustrando dentina (A) e remanescentes de compósito (B), caracterizando falha mista.



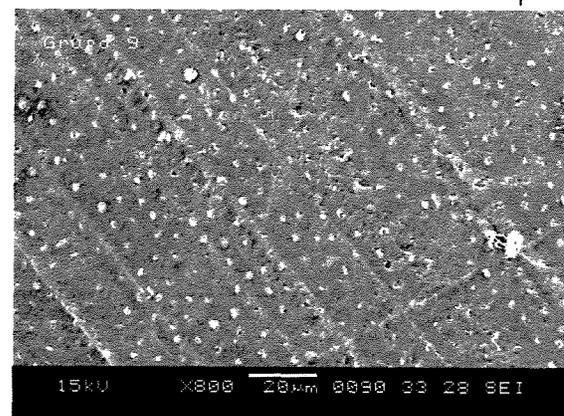
**FIGURA 42** - Aspecto morfológico (G7), ilustrando dentina livre de material.



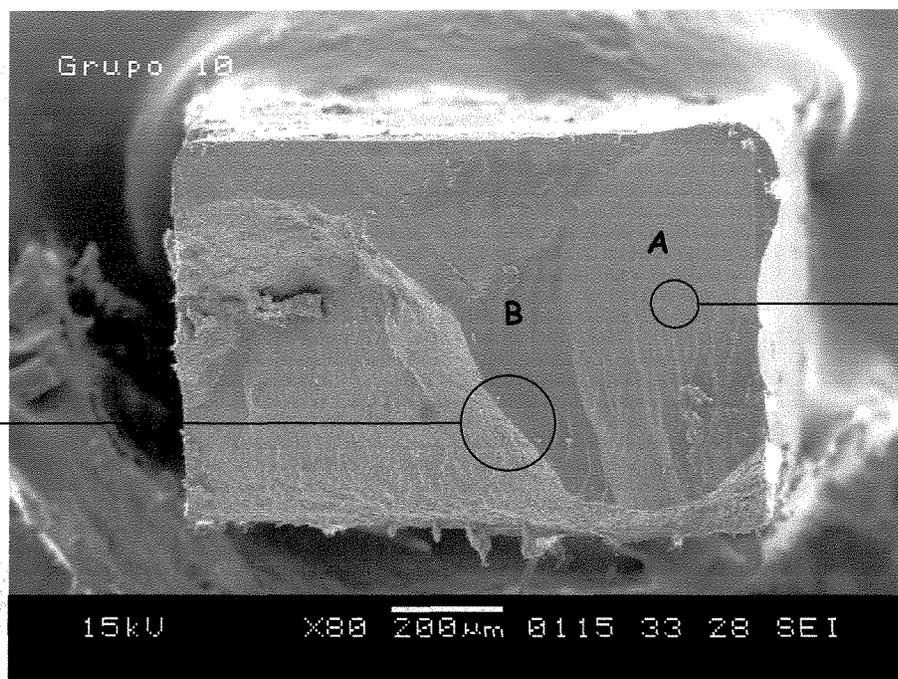
**FIGURA 43** - Aspecto morfológico do padrão de fratura do G9, após ensaio de microtração. Nota-se dentina aparentemente livre de material (A), remanescentes de compósito (B), caracterizando falha mista.



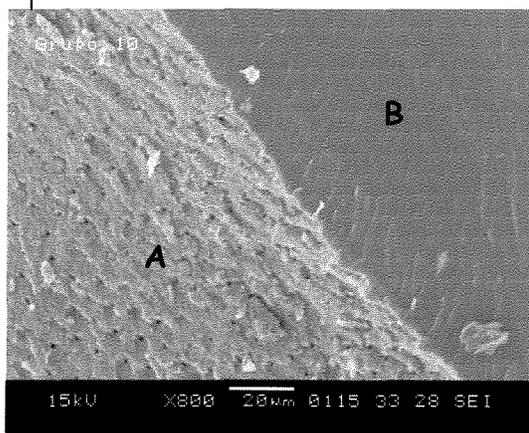
**FIGURA 44** - Aspecto morfológico (G9), ilustrando dentina (A), e remanescentes de compósito (B), caracterizando falha mista.



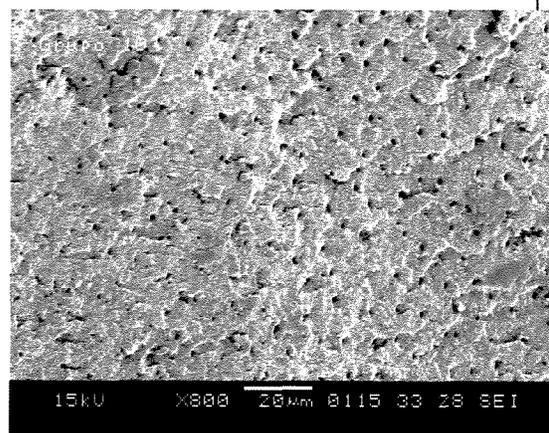
**FIGURA 45** - Aspecto morfológico (G9), ilustrando superfície de dentina livre de material.



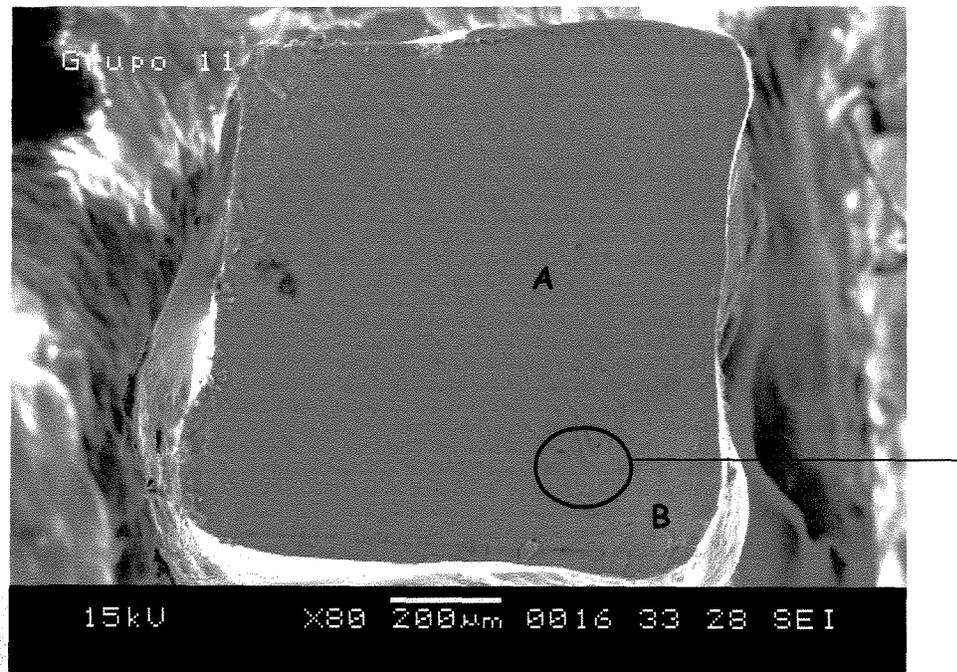
**FIGURA 46** - Aspecto morfológico do padrão de fratura do G10, após ensaio de microtração. Nota-se dentina aparentemente livre de material (A), remanescentes de compósito (B), caracterizando falha mista.



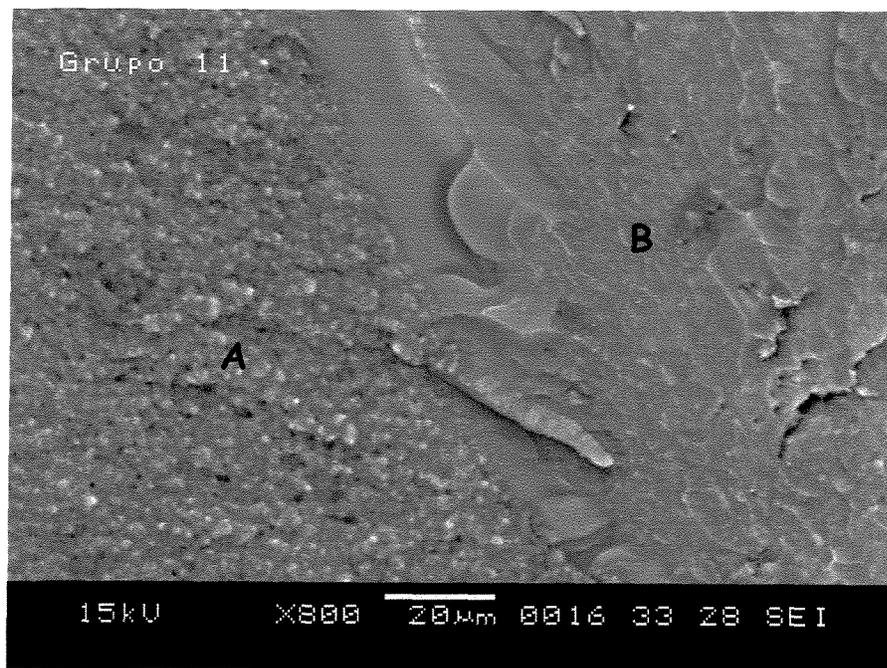
**FIGURA 47** - Aspecto morfológico (G10), ilustrando dentina (A), e remanescentes de compósito (B), caracterizando falha mista.



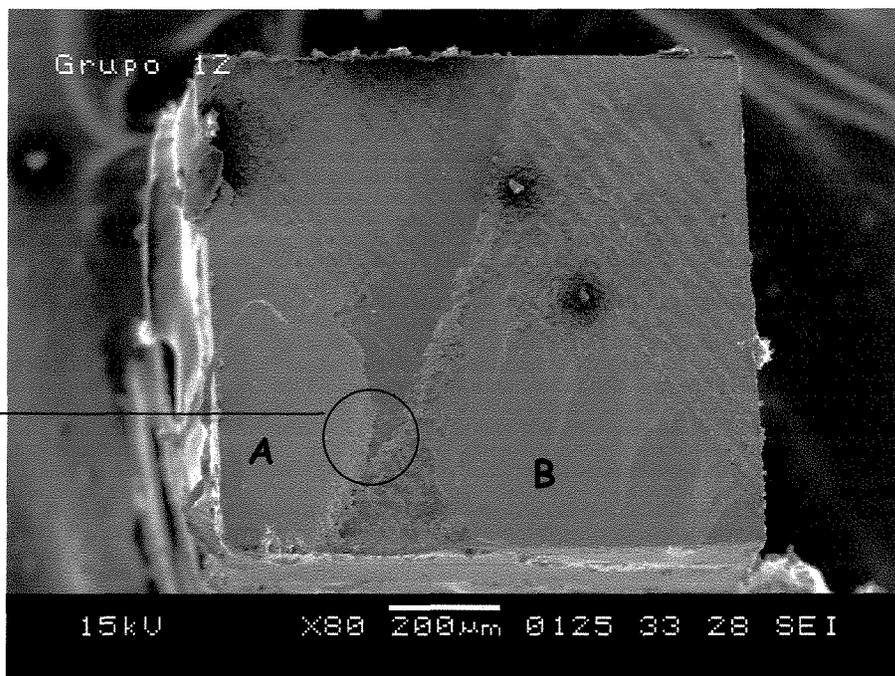
**FIGURA 48** - Aspecto morfológico (G10), ilustrando dentina livre de material.



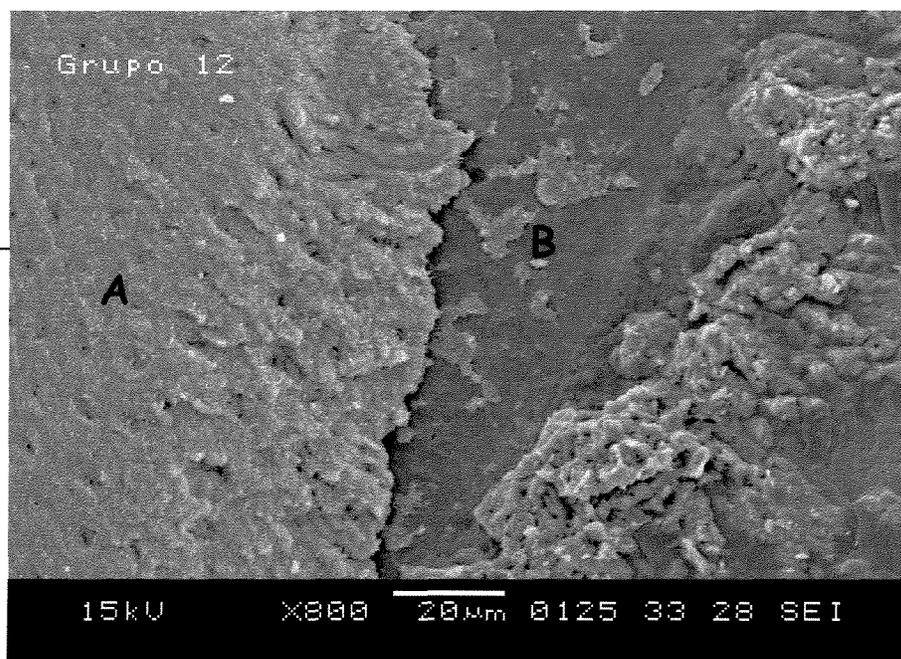
**FIGURA 49** - Aspecto morfológico do padrão de fratura do G11, após ensaio de microtração. Nota-se dentina aparentemente livre de material (A), remanescentes de compósito (B), caracterizando falha mista.



**FIGURA 50** - Aspecto morfológico (G11), ilustrando dentina (A), e remanescentes de compósito (B), caracterizando falha mista.



**FIGURA 51** - Aspecto morfológico do padrão de fratura do G12, após ensaio de microtração. Nota-se dentina aparentemente livre de material (A), remanescentes de compósito (B), caracterizando falha mista.



**FIGURA 52** - Aspecto morfológico (G12), da área delimitada (80X), ilustrando dentina (A), e remanescentes de compósito (B), caracterizando falha mista.

### 5.3 - Análise qualitativa da união compósito/dentina

A TAB. 5 ilustra em porcentagem os escores obtidos pela análise qualitativa da união compósito/dentina, sendo que os valores absolutos e a descrição da Análise Estatística encontram-se nos ANEXOS 9 e 10, respectivamente.

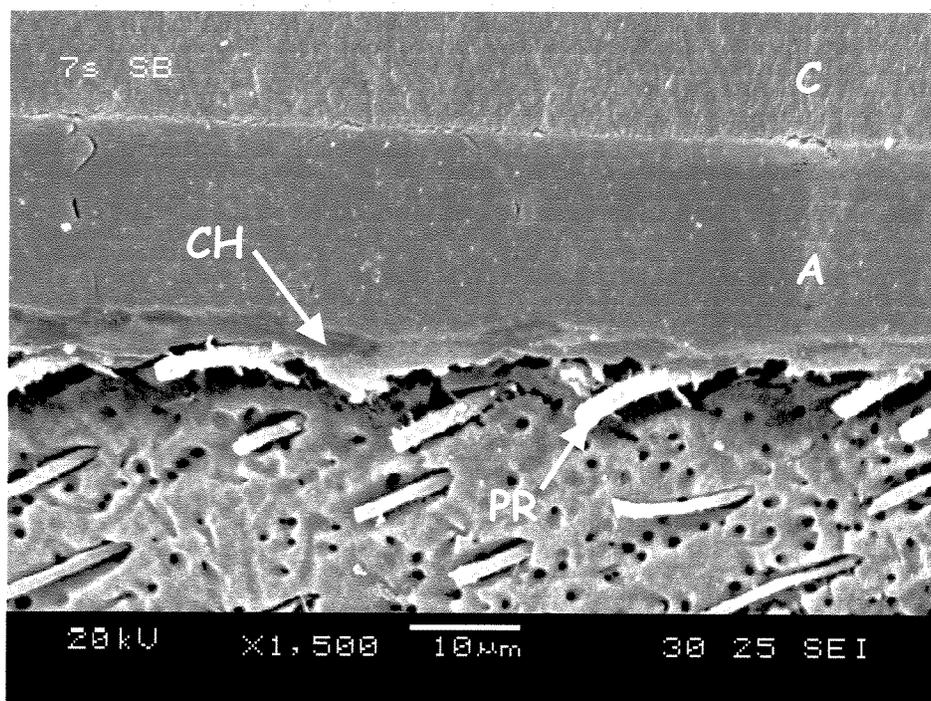
TABELA 5 - Porcentagem de escores obtidos pela análise qualitativa da união compósito/dentina.

Escore	Grupos											
	G1	G2	G3	G4	G5	G6	G7	G8	G9	G10	G11	G12
0	-	-	-	-	-	-	-	-	-	73,3%	-	73,3%
1	-	-	-	-	-	-	100%	100%	100%	26,7%	100%	26,7%
2	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
3	100%	100%	100%	100%	100%	100%	-	-	-	-	-	-

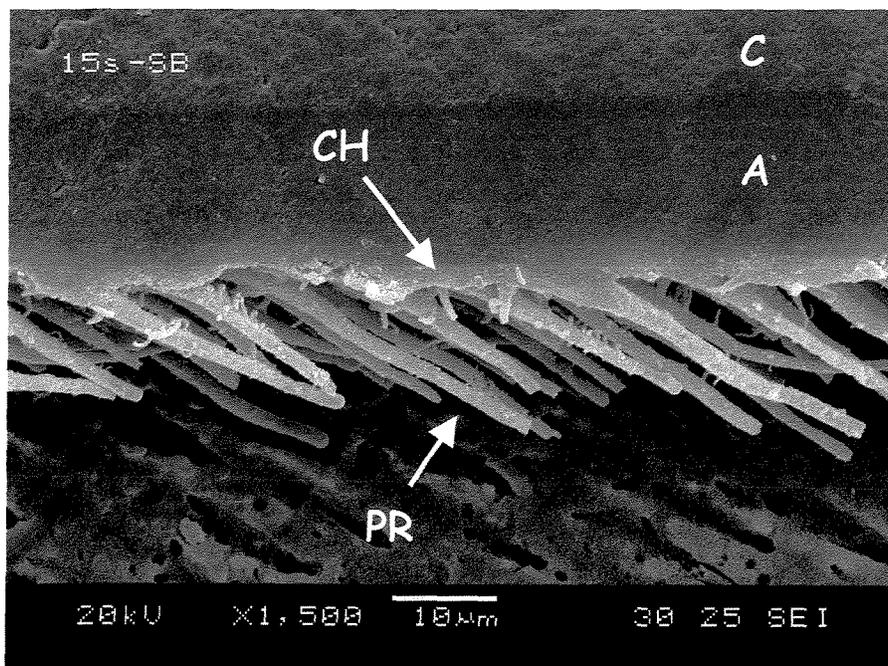
De acordo com a TAB. 5 e FIG. 53 a 64 pôde-se observar que os grupos tratados com os sistemas denominados "frasco único" (G1 a G6) demonstraram evidente camada híbrida e prolongamentos resinosos, enquanto os grupos tratados com os sistemas "autocondicionantes" demonstraram diferentes aspectos qualitativos sendo observado em 100% das amostras dos grupos 7, 8, 9 e 11 a evidência de pronlogamentos resinosos e a não evidência de camada

híbrida, o mesmo foi observado em apenas 26,7% das amostras dos grupos 10 e 12.

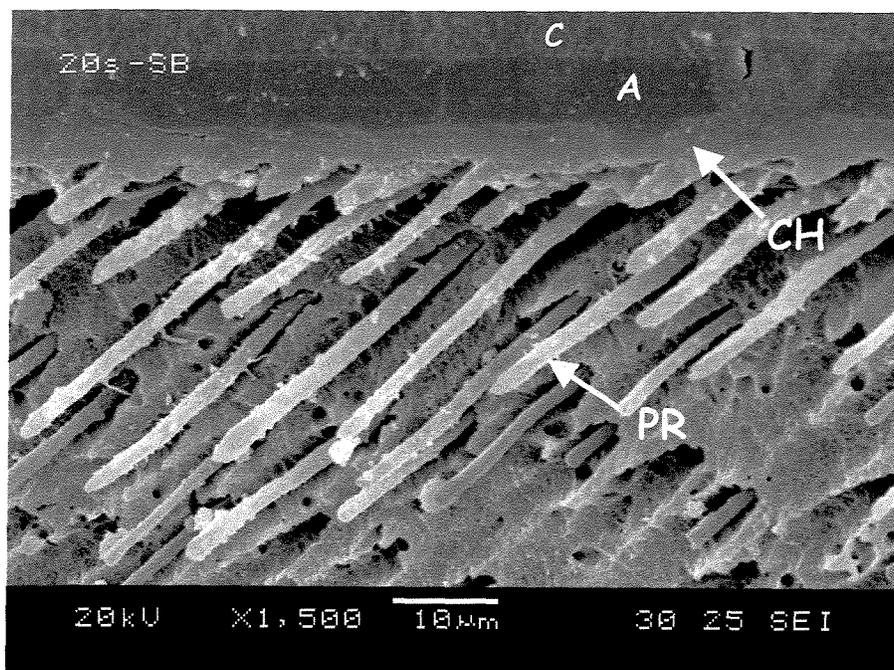
As fotomicrografias a seguir (Fig. 53 a 64) ilustram a união compósito/dentina produzida pelos diferentes tempos de condicionamento ácido associados aos sistemas de união, sendo: **C** (compósito odontológico), **A** (agente de união), **CH** (camada híbrida) e **PR** (prolongamentos resinosos).



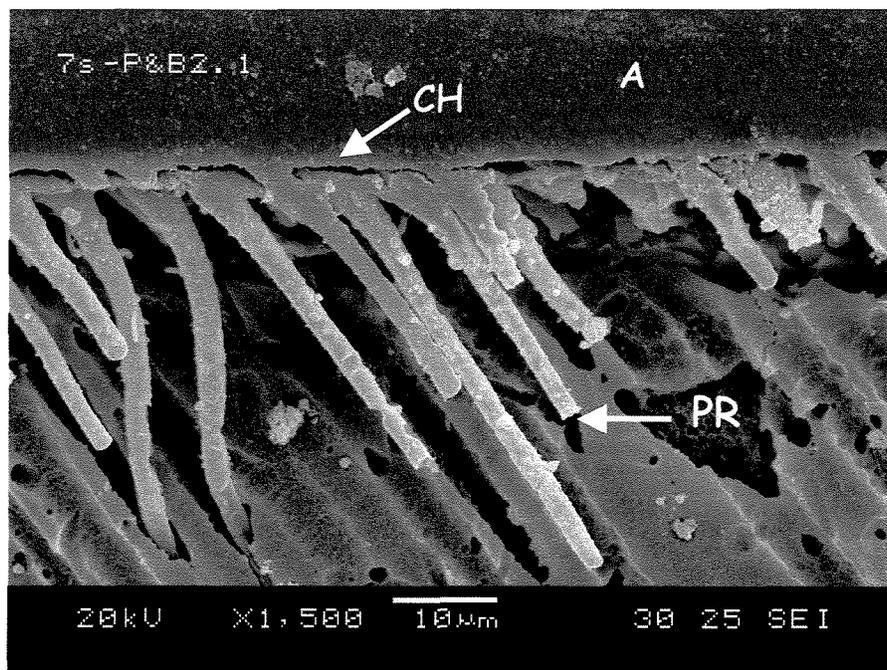
**FIGURA 53** - Ilustração da união compósito/dentina observada no G1 (7s-SB), podendo-se observar região de compósito (C), agente de união (A), camada híbrida (CH) e prolongamentos resinosos (PR).



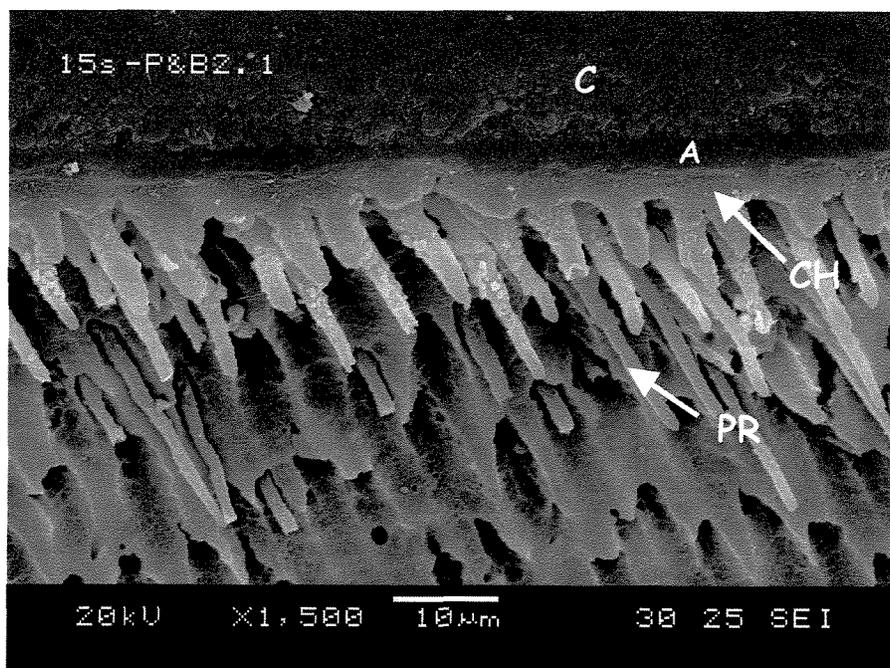
**FIGURA 54** - Ilustração da união compósito/dentina observada no G2 (15s-SB), podendo-se observar região de compósito (C), agente de união (A), camada híbrida (CH) e prolongamentos resinosos (PR).



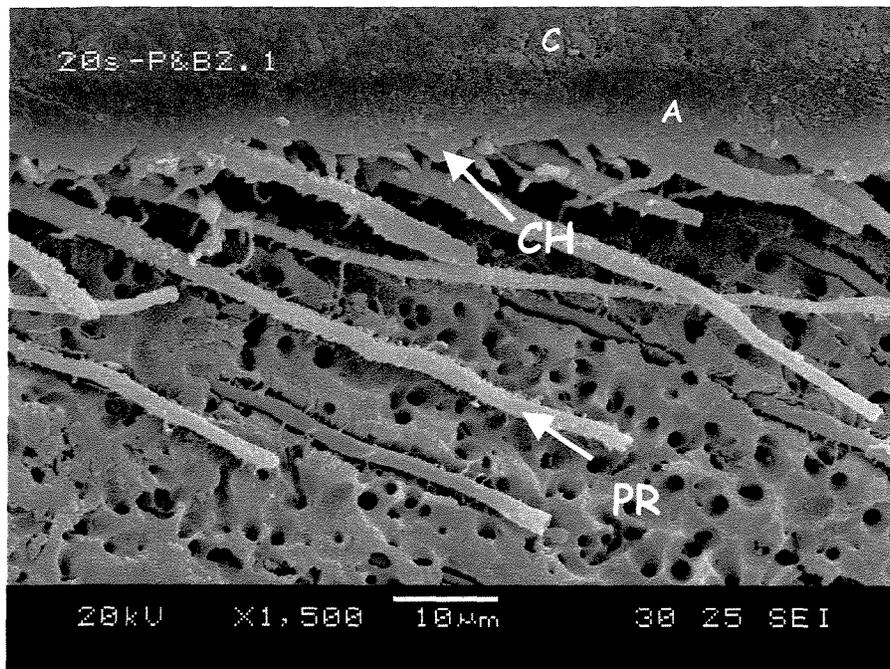
**FIGURA 55** - Ilustração da união compósito/dentina observada no G3 (20s-SB), podendo-se observar região de compósito (C), agente de união (A), camada híbrida (CH) e prolongamentos resinosos (PR).



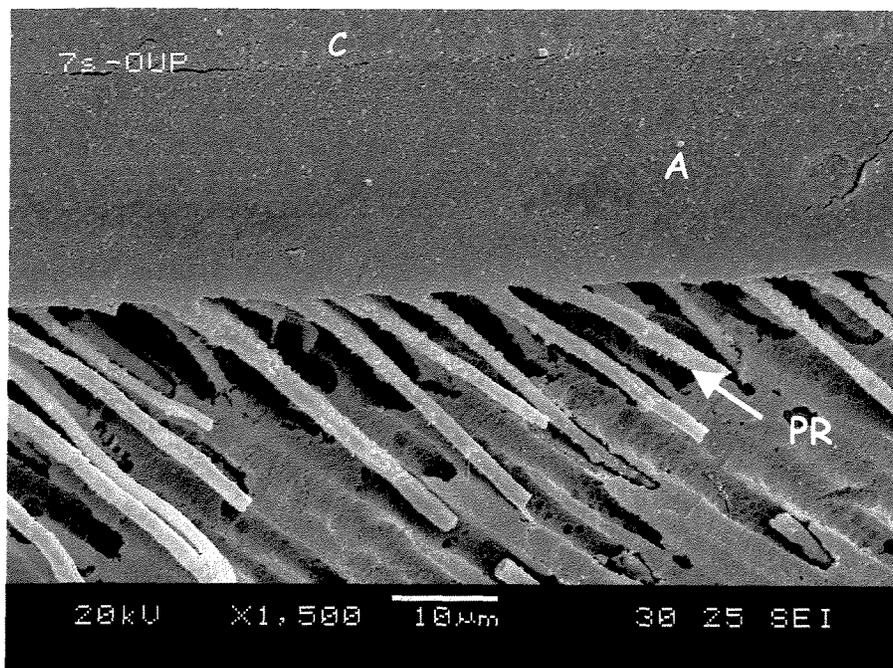
**FIGURA 56** - Ilustração da união compósito/dentina observada no G4 (7s-P&B2.1), podendo-se observar agente de união (A), camada híbrida (CH) e prolongamentos resinosos (PR).



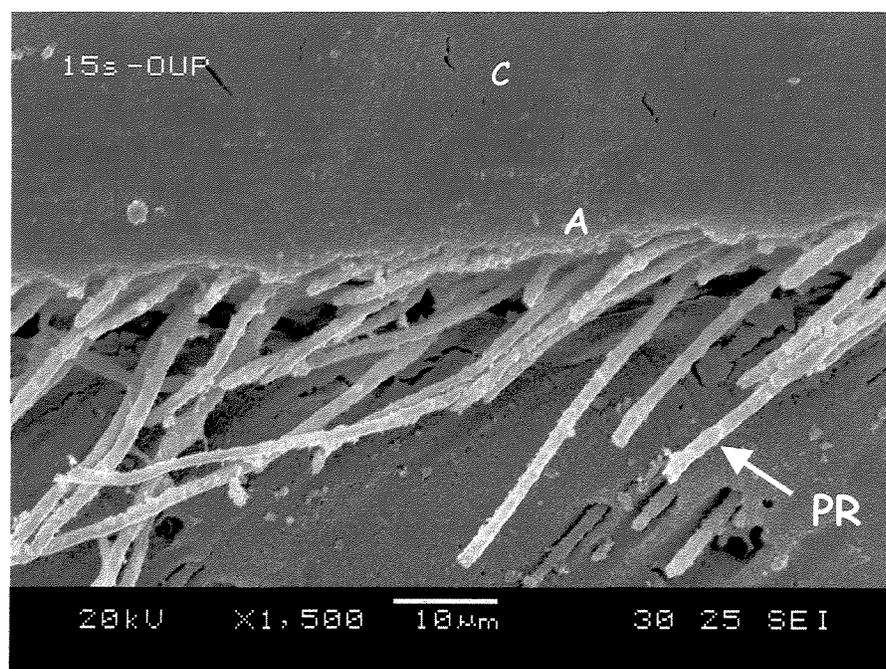
**FIGURA 57** - Ilustração da união compósito/dentina observada no G5 (15s-P&B2.1), podendo-se observar região de compósito (C), agente de união (A), camada híbrida (CH) e prolongamentos resinosos (PR).



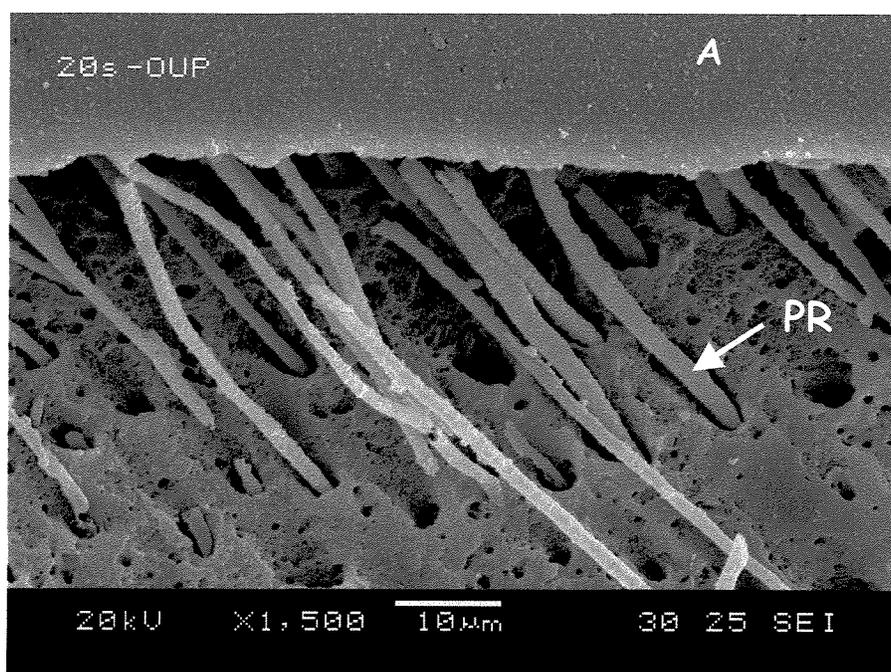
**FIGURA 58** - Ilustração da união compósito/dentina observada no G6 (20s-P&B2.1), podendo-se observar região de compósito (C), agente de união (A), camada híbrida (CH) e prolongamentos resinosos (PR).



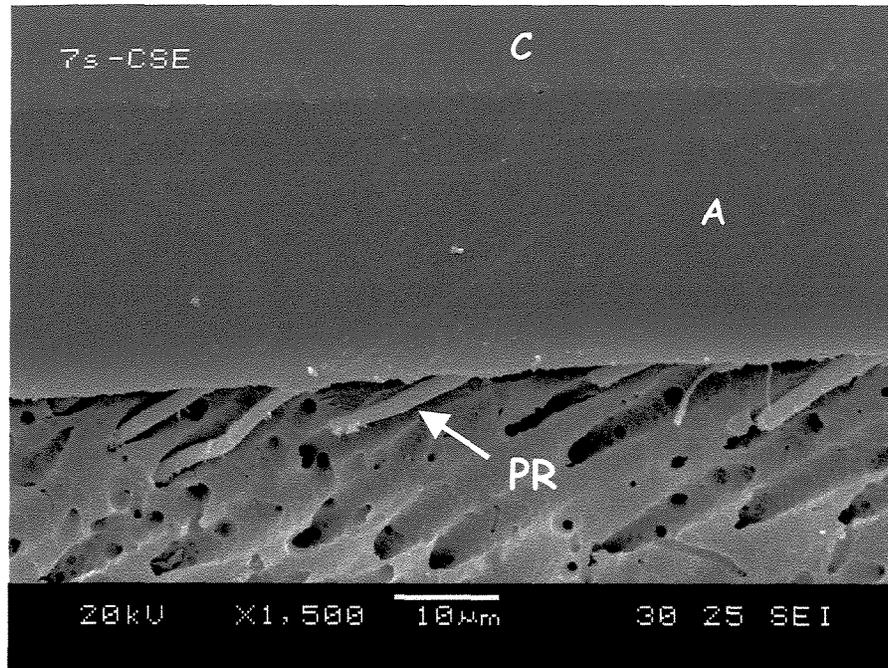
**FIGURA 59** - Ilustração da união compósito/dentina observada no G7 (7s-OUP), podendo-se observar agente de união (A) e prolongamentos resinosos (PR).



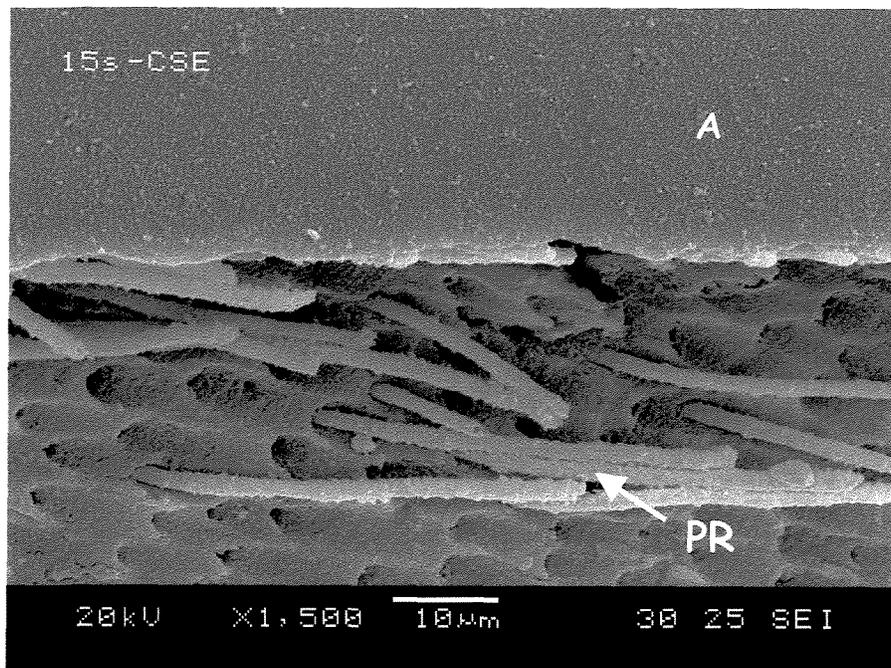
**FIGURA 60** - Ilustração da união compósito/dentina observada no G8 (15s-OUP), podendo-se observar região de compósito (C), agente de união (A) e prolongamentos resinosos (PR).



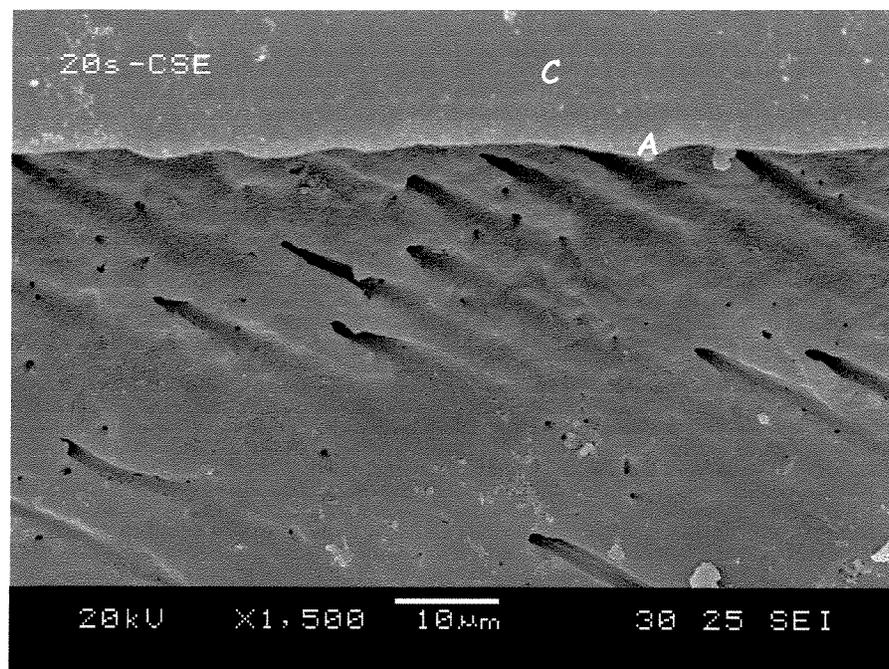
**FIGURA 61** - Ilustração da união compósito/dentina observada no G9 (20s-OUP), podendo-se observar agente de união (A) e prolongamentos resinosos (PR).



**FIGURA 62** - Ilustração da união compósito/dentina observada no G10 (7s-CSE), podendo-se observar região de compósito (C), agente de união (A) e prolongamentos resinosos (PR).



**FIGURA 63** - Ilustração da união compósito/dentina observada no G11 (15s-CSE), podendo-se observar agente de união (A) e prolongamentos resinosos (PR).



**FIGURA 64** - Ilustração da união compósito/dentina observada no G12 (20s-CSE), podendo-se observar região de compósito (C), agente de união (A).

## 6. DISCUSSÃO

O sucesso da técnica adesiva não depende exclusivamente do material empregado, mas também da sua interação com o substrato, que por sua vez apresenta características inerentes que devem ser consideradas frente ao processo de união (MARSHALL *et al.*, 1997).

Dentre estas características acredita-se que as de maior importância para a eficiência da técnica adesiva sejam a *smear layer*, densidade dos túbulos dentinários e área intertubular (HEYMANN & BAYNE, 1993). A *smear layer* consiste em uma barreira que quando não removida, através do condicionamento ácido, dificulta a difusão do material adesivo para o interior dos túbulos dentinários (CHAPPELL *et al.*, 1994; JOHNSON *et al.*, 1991; BAIER, 1992; GWINNETT, 1993; KOUTSI *et al.*, 1994; PERDIGÃO *et al.*, 1994). Enquanto, a densidade tubular e área de dentina intertubular estão diretamente relacionadas ao tipo de substrato no qual o processo de união será realizado. (TAGAMI *et al.*, 1990; HEYMANN & BAYNE, 1993; KOUTSI *et al.*, 1994)

Considerando-se que dentes decíduos possuem túbulos dentinários com maior diâmetro, conseqüentemente, menor área de dentina intertubular, além

de tecido menos mineralizado quando comparados aos permanentes, acredita-se que apresente comportamento diferenciado frente ao processo de união (SALAMA & TAO, 1991; ELKINS & McCOURT, 1993; ARAÚJO *et al.*, 1995; NÖR *et al.*, 1996; HOSOYA *et al.*, 1996; ARAÚJO *et al.*, 1997; NÖR *et al.*, 1997; CADROY *et al.*, 1997; EL-KALLA & GARCIA GODOY, 1998; OLMEZ *et al.*, 1998, TEBECHRANI, 1999; CALDO-TEIXEIRA, 2002a).

Estas peculiaridades influenciarão desde a formação da *smear layer*, durante o procedimento de remoção do tecido cariado, até o padrão final de condicionamento do substrato. Pois, o condicionamento ácido além de remover esta camada de esfragaço, irá desmineralizar a dentina subjacente e ampliar o diâmetro dos túbulos dentinários.

Para que o condicionamento ácido seja efetivo, deve-se considerar a escolha do tipo de ácido, concentração e tempo de aplicação do mesmo sobre o substrato. Sua efetividade irá depender, também, da superfície a ser tratada (esmalte ou dentina), e tipo de dente (permanente ou decíduo) (PUPPIN-RONTANI *et al.*, 2000).

Associado às alterações produzidas pelo condicionamento ácido, é importante salientar que o grau de umidade remanescente após a lavagem do substrato está diretamente relacionado a extensão de desmineralização

(TAGAMI *et al.*, 1990; HEYMANN & BAYNE, 1993; KOUTSI *et al.*, 1994; TAY *et al.*, 1996; PASHLEY & CARVALHO, 1997; HALLER, 2000; AL-EHAIDEB & MOHAMMED, 2000), possibilitando a indicação de materiais com maior ou menor afinidade pela umidade, identificados pelas diferentes composições de seus solventes.

Neste estudo observou-se que a alteração no tempo de condicionamento ácido, de 7 para 15s, não interferiu nos valores de resistência da união compósito/dentina à microtração, para todos os sistemas de união estudados, corroborando os achados de NÖR *et al.*, 1996; CALDO-TEIXEIRA *et al.*, 2002b.

Entretanto, o sistema OUP, apesar de não apresentar diferença estatística entre os tempos de 7 e 15s, demonstrou o pior desempenho em relação aos demais sistemas, diferindo estatisticamente dos valores obtidos pelos demais sistemas avaliados.

Desta forma, apesar do protocolo de união ter estabelecido para o condicionamento ácido um tempo de 15s, através de pesquisas realizadas em dentes permanentes, pelos resultados obtidos neste estudo observou-se que a diminuição deste tempo para o substrato dentinário de dentes decíduos não

altera os valores de resistência da união, corroborando os achados de NÖR *et al.*, 1996; TEBECHRANI, 1999; CALDO-TEIXEIRA *et al.*, 2002b.

Para o tempo de 20s pôde-se observar as maiores diferenças de desempenho entre os sistemas avaliados. Os maiores valores numéricos de resistência da união foram observados para o CSE, que apresentou médias de resistência estatisticamente superiores em relação ao OUP.

Com base nos resultados, dentre os sistemas "autocondicionantes", o CSE foi o sistema que apresentou numericamente o melhor e mais satisfatório desempenho frente aos tempos de condicionamento, corroborando os achados de SANO *et al.*, 1994; BARKMEIER *et al.*, 1995; GORDAN *et al.*, 1997; PERDIGÃO *et al.*, 2001; ÇEHRELI & ALTAY, 2000; TAY *et al.*, 2000; HARADA, 2000; HALLER, 2000; TANUMIHARJA *et al.*, 2000; GIANNINI *et al.*, 2001.; AGOSTINI *et al.*, 2001; ZHENG *et al.*, 2001; CHEN *et al.*, 2001.

Considerando-se que CSE e OUP tratam-se de um sistema "autocondicionante", cujo *primer* tem a função de desmineralizar a dentina subjacente a *smear layer*, e aumentar a energia de superfície do substrato para que o agente de união difunda-se para o interior dos túbulos, supõe-se que a presença da *smear layer* não afetou os valores de resistência da união para estes sistemas (CSE e OUP), corroborando os achados de GORDAN *et al.*,

---

1997; NAKABAYASHI & SAIMI, 1996; TAY *et al.*, 2000, HARADA, 2000, TANUMIHARJA *et al.*, 2000.

Credita-se este fato à característica do material em ser menos susceptível à falhas na técnica de aplicação (TANUMIHARJA *et al.*, 2000.; HARADA, 2000). E ainda, mesmo utilizando-se um tempo aproximadamente três vezes inferior ao recomendado pelo fabricante (G1), foi possível a obtenção de valores satisfatórios de resistência, comparados ao tempo indicado pelo fabricante (20s). Desta forma, o CSE demonstrou ser suficientemente capaz de modificar a *smear layer* e difundir-se para o interior dos túbulos dentinários, produzindo uma imbricação eficaz com o substrato corroborando os achados de BARKMEIER *et al.* 1995; AGOSTINI *et al.*, 2001.

Porém, para o OUP o mesmo não foi observado com relação ao seu desempenho. Talvez a diferença no desempenho dos dois sistemas "autocondicionantes" esteja relacionado ao pH e ao mecanismo de ação.

O grau de desmineralização do substrato está relacionado ao valor do pH, ou seja, sistemas com menores valores de pH desmineralizam com maior eficácia o substrato (PERDIGÃO & LOPES, 1999, TAY *et al.*, 2000). O sistema OUP, com pH=2,5, apresenta em sua composição MMA, enquanto o CSE, além de apresentar pH=1,5, possui 10-MDP, que segundo pesquisas, mostraram-se

eficazes na desmineralização da dentina, bem como na difusão dos monômeros. (PERDIGÃO *et al.*, 1994; NAKABAYASHI & SAIMI, 1996; PERDIGÃO & LOPES, 1999; TAY *et al.*, 2000). Entretanto, poucos estudos referem-se ao comportamento do OUP e seu mecanismo de ação no substrato.

Em relação ao mecanismo de ação pode-se inferir que o CSE por indicar a aplicação do *primer* separadamente do agente de união, tenha se caracterizado por melhor imbricação com o substrato. Enquanto o OUP cuja indicação é a aplicação do *primer* concomitantemente com o agente de união, parece ter limitado a permeação do agente de união, uma vez que a neutralização do *primer* interromperia a difusão do agente de união em toda a extensão de dentina desmineralizada, promovendo menor imbricação deste sistema ao substrato, como demonstrado pelos valores de resistência da união obtidos neste estudo.

Pelas diferenças encontradas entre os sistemas "autocondicionantes" quanto ao comportamento, mais estudos deveriam ser realizados com o intuito de se analisar o efeito dos componentes químicos dos sistemas de união utilizados neste estudo (CSE e OUP) esclarecendo, sob o ponto de vista molecular, a interação com o substrato dental.

Ainda em relação aos valores de resistência da união, os sistemas SB e P&B2.1, denominados "frasco único", que se caracterizam por diferentes concentrações de ácidos (ácido fosfórico a 35% e 37%, respectivamente) e solventes (etanol/água e acetona, respectivamente), demonstraram diferente desempenho frente aos tempos de condicionamento ácido (FIG. 58 e 59). De acordo com os resultados obtidos através do estudo de regressão linear (ANEXO 11), observou-se que para o P&B 2.1 o aumento do tempo de condicionamento ácido foi inversamente proporcional aos valores de resistência, da união, apesar de não ter havido diferença estatística significativa entre os tempos de 7 e 15s.

Isto posto, pode-se inferir que aumentando-se o grau de desmineralização do substrato, após a remoção do excesso de umidade, maior quantidade de água ficaria retida nos espaços até então preenchidos pelo conteúdo mineral do substrato, aumentando o grau de umidade residual, induzindo, desta forma, pior desempenho dos sistemas à base de acetona, enquanto os sistemas à base de etanol/água mostraram-se menos susceptíveis as variações de umidade advindas do substrato, corroborando os achados de TAGAMI *et al.*, 1990; SALAMA, 1994; JACOBSEN & SÖDERHOLM, 1995; TAY *et al.*, 1996; CARDOSO *et al.*, 1998; JACOBSEN & SÖDERHOLM, 1998;

---

HALLER, 2000; BRAGA *et al.*, 2000; AL-EHAIDEB & MOHAMMED, 2000; TANUMIHARJA *et al.*, 2000; GIANINNI *et al.*, 2001; CHEN *et al.*, 2001; ZHENG *et al.*, 2001; NUNES *et al.*, 2001; PERDIGÃO *et al.*, 2001; HASHIMOTO *et al.*, 2001; BURROW *et al.*, 2002.

Ainda, deve-se considerar que mesmo seguindo-se a instrução do fabricante, aplicando-se duas camadas do sistema de união P&B2.1, parece não ter sido suficiente para uma adequada união.

De maneira geral, os padrões de fratura obtidos após ensaio mecânico de microtração, têm-se mostrado predominantemente do tipo adesivo como reportado por SANO *et al.*, 1994; CHEN *et al.*, 2001. Porém, tais estudos estão relacionados ao comportamento de dentes permanentes frente ao processo de união.

Neste estudo observou-se que independentemente do grau de desmineralização do substrato, em relação ao tempo de condicionamento ácido, os sistemas CSE, SB e OUP apresentaram predominantemente falhas do tipo mista (coesiva em compósito + adesiva). O sistema de união P&B2.1, demonstrou maior predominância de falhas adesivas para os tempos de 7 e 15s, e falhas coesivas em compósito para o tempo de 20s, resultados estes que corroboram os achados de HASHIMOTO *et al.* (2002) que reportaram maior

predominância de falhas coesivas em sistemas à base de acetona quando submetidos a diferentes tempos de condicionamento ácido.

A diferença entre os padrões de fratura, observados neste estudo com relação aos reportados pela literatura, pode ser atribuída às associações entre o ensaio mecânico e o substrato utilizado. Pois, sendo o dente decíduo mais susceptível ao condicionamento ácido (NÖR *et al.*, 1997), devido ao seu menor conteúdo mineral, a "unidade" compósito/dentina apresentou-se mais resistente ao ensaio mecânico, visto que a resistência coesiva da dentina de dentes decíduos reportada por HOSOYA *et al.*, (2002) foi 44,8 MPa.

Com relação às fotomicrografias observou-se que o aumento do tempo de condicionamento ácido aumentou os valores de espessura de camada híbrida formada para os sistemas "frasco único" (ANEXO 8) corroborando os achados de NÖR *et al.*, 1996; OLMEZ *et al.*, 1998; PIOCH *et al.*, 1998; HASHIMOTO *et al.*, 2002; CALDO-TEIXEIRA *et al.*, 2002a, porém o mesmo não pôde ser observado para os sistemas "autocondicionantes" visto que de acordo com o conceito de camada híbrida descrita por NAKABAYASHI *et al.* (1992), como sendo *"Região onde o agente de união difunde-se em direção aos túbulos dentinários e à dentina intertubular, caracterizando-se por ser uma mescla de polímero e dentina vitalizada condicionada, na união compósito/substrato"*, a

mesma não pôde ser identificada através das fotomicrografias realizadas neste estudo (FIG. 96 a 101).

Para os grupos 10 (7s CSE) e 12 (20s CSE) 26,7% das amostras exibiram união compósito/dentina homogênea, isto é, sem presença de espaços e com a formação de prolongamentos resinosos, enquanto que para os demais grupos, 100% das amostras exibiram tais características (TAB 5). Considerando-se que neste estudo realizou-se um ensaio de microtração, a presença de prolongamentos resinosos não influenciou no aumento dos valores de resistência da união, como observado para os grupos 10 e 12 que não apresentaram a formação de prolongamentos resinosos em 73,3% das amostras corroborando os achados de TAY *et al.* (2000), porém exibiram os maiores valores de resistência, sendo o inverso observado para os demais grupos.

Sendo assim, através deste estudo, pôde-se inferir que em dentes decíduos um menor tempo de condicionamento ácido pode ser utilizado, sem que haja danos ao processo de união. Porém, para que tal protocolo seja indicado outros fatores, como microinfiltração, devem ser analisados previamente à indicação clínica deste procedimento, pois não se sabe quais seriam as implicações da redução do tempo de condicionamento ácido no desempenho final da restauração.

## 7. CONCLUSÕES

De acordo com os resultados obtidos pôde-se concluir que:

- 1 - A diminuição no tempo de condicionamento ácido (7s) não interferiu nos valores de resistência da união compósito/dentina, para todos os sistemas de união utilizados neste estudo; Houve interação negativa tempo de condicionamento\*resistência da união para P&B2.1;
- 2 - A análise do padrão de fratura demonstrou maior predominância de falhas mistas para todos os grupos, exceto P&B 2.1, cujas falhas encontradas para os tempos de 7 e 15s foram adesivas e para o tempo de 20s coesiva em compósito;
- 3 - Quanto ao aspecto qualitativo da união compósito/dentina pôde-se observar que a evidência da camada híbrida e prolongamentos resinosos mostrou relação direta com o sistema de união utilizado.



## REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS\*

AGOSTINI, F.G.; KAADEN, C.; POWERS, J.M. Bond strength of self-etching primers to enamel and dentin of primary teeth. *Pediatr Dent*, Chicago, v.23, n.6, p.481-486, Nov/Dec. 2001.

AL-EHAIDEB, A.; MOHAMMED, H. Shear bond strength of "one-bottle" dentin adhesives. *J Prosthet Dent*, Sant Louis, v.84, n.4, p.408-412, Oct. 2000.

ARAÚJO, F.B.; GARCIA-GODOY, F.; ISSÁO, M. A comparison of three resin bonding agents to primary tooth dentin. *Pediatr Dent*, Chicago, v.19, n.4, p.253-257, May/June 1997.

ARAÚJO, F.B.; MORAES F.F.; FOSSATI, A.C.M. A estrutura da dentina do dente decíduos e sua importância clínica. *Rev Bras de Odontol*, Rio de Janeiro, v.52, n.3, p.37-43, Mar. 1995.

ARMSTRONG, S.R.; BOYER, D.B.; KELLER, J.C. Microtensile bond strength testing and failures analysis of two dentin adhesives. *Dent Mater*, Washington, v.14, n.1, p.44-50, Jan. 1998.

BAIER, R.E. Principles of adhesion. *Oper Dent*, Seattle, Supplement, 5, p.1-9, 1992.

BARKMEIER, W.W.; LOS, S.A.; TIOLO Jr., P.T. Bond strengths and SEM evaluation of Clearfil liner Bond 2V. *Am J Dent*, San Antonio, v.8, n.6, p.289-293, Dec. 1995.

---

\* De acordo com a NBR-6023 de ago. de 2000, da Associação Brasileira de Normas Técnicas (ABTN).  
Abreviaturas de periódicos em conformidade com o MEDLINE.

BRAGA, R.R.; CESAR, P.F.; GONZAGA, C.C. Tensile bond strength of filled and unfilled adhesives to dentin. *Am J Dent*, San Antonio, v.3, n.2, p.73-76, Apr. 1995.

BUONOCORE, M.G. A simple method of increasing the adhesion of acrylic filling materials to enamel surfaces. *J Dent Res*, Washington, v.34, n.6, p.849-853, Dec. 1955.

BURROW, M.F.; NOPNAKEEPONG, U.; PHRUKKANON, S. A comparison of microtensile bond strengths of several dentin bonding systems to primary and permanent dentin. *Dent Mater*, Washington, v.18, n.3, p.239-245, May. 2002.

CADROY, I.; BOJ, J.R.; GARCIA-GODOY, F. Bond strength and interfacial morphology of adhesives to primary teeth dentin. *Am J Dent*, San Antonio, v.10, n.5, p.242-246, Oct. 1997.

CALDO-TEIXEIRA, A.S. *et al.* Effect of the etching time on the shear bond strength in primary teeth. *Am J Dent*, San Antonio, 2002b. *In Press*

CALDO-TEIXEIRA, A.S. *et al.* Influência do tempo de condicionamento ácido e de 2 sistemas de união na espessura da camada híbrida, de dentes decíduos. *Pesqui Odontol Bras*, São Paulo, v.16, Suplemento, p.143, 2002a. Resumo, Pa164.

CARDOSO, P.E.C.; BRAGA, R.R.; CARRILHO, M.R.O. Evaluation of micro-tensile the bond strength of three adhesive systems. *Dent Mater*, Washington, v.14, n.6, p.394-398, Nov. 1998.

ÇEHRELI, Z.C.; ALTAY, N. Etching effect of 17% EDTA and non-rinse conditioner (NRC) on primary enamel and dentin. *Am J Dent*, San Antonio, v.13, n.2, p.64-68, Apr. 1997.

- CHAPPELL, R.P.; SPENCER, P.; EICK, J.D. The effects of current dentinal adhesives on the dentinal surface. **Quintessence Int**, Berlin, v.25, n.12, p.851-859, Dec. 1994.
- CHEN, K.K. *et al.* Fracture aspects of resin-dentin bonding in non-trimming microtensile test. **Dent Mater J**, Tokyo, v.20, n.4, p.315-324, Dec. 2001.
- EL-KALLA, I.H.; GARCIA-GODOY, F. Bond strength and interfacial micromorphology of four adhesives in primary and permanent molars. **J Dent for Children**, Chicago, v.65, n.3, p.169-176, May/June 1998.
- ELKINS, C.J.; McCOURT, J.W. Bond strength of dentinal adhesives in primary teeth. **Quintessence Int**, Berlin, v.24, n.4, p.271-273, Apr. 1993.
- GIANNINI, M. *et al.* The influence of tubule density and area of solid dentin on bond strength of two adhesive systems to dentin. **J Adhesive Dent**, Berlin, v.3, n.4, p.315-324, Mar. 2001.
- GORDAN, V.V. *et al.* Evaluation of adhesives systems using acid primers. **Am J Dent**, San Antonio, v.10, n.5, p.219-223, Oct. 1997.
- GWINNETT, A. J.; MATSUI, A. A study of enamel adhesives. **Arch Oral Biol**, Oxford, v.12, n.12, p.1615-1620, Dec. 1967.
- GWINNETT, A.J. Quantitative contribution of resin infiltration/hybridization to dentin bonding. **Am J Dent**, San Antonio, v.6, n.1, p.7-9, Feb. 1993.
- HALLER, B. Recent developments in dentin bonding. **Am J Dent**, San Antonio, v.13, n.1, p.44-50, Feb. 2000.
- HAMID, A.; SUTTON, W.; HUME, W.R. Variation in phosphoric acid concentration and treatment time and HEMA diffusion through dentin. **Am J Dent**, San Antonio, v.9, n.5, p.211-214, Oct. 1996.

- HARADA, N. *et al*. Tensile bond strength of a new developed one-bottle self-etching resin bonding system to various dental substrates. **Dent Jpn (Tokyo)**, Tokyo, v.36, p.47-53, Mar. 2000.
- HASHIMOTO, M. *et al*. Fractographical analysis of resin-dentin bonds. **Am J Dent**, San Antonio, v.14, n.6, p.355-360, Dec. 2001.
- HASHIMOTO, M. *et al*. The extent to which resin can infiltrate dentin by acetone-based adhesives. **J Dent Res**, Washington, v.81, n.1, p.74-78, Jan. 2002.
- HEYMANN, H.O.; BAYNE, S.C. Current concepts in dentin bonding: focusing on dentinal adhesion factors. **J Am Dent Assoc**, Chicago, v.124, n.5, p.27-35, May 1993.
- HOSOYA, Y. *et al*. A comparison of three dentin adhesives to permanent dentin in regard to those of primary dentin. **Pediatr Dent J**, Tokyo, v.6, n.1, p.23-32, 1996.
- HOSOYA, Y. *et al*. Tensile strength of sound primary dentin measured with TDC Jig. **J Dent Res**, Washington, v.81, 2002 (Abstract, 3364).
- JACOBSEN, T.; SÖDERHOLM, K.J. Effect of primer solvent, primer agitation, and dentin dryness on shear bond strength to dentin. **Am J Dent**, San Antonio, v.11, n.5, p.225-228, Oct. 1998.
- JACOBSEN, T.; SÖDERHOLM, K.J. Some effects of water on dentin bonding. **Dent Mater**, Washington, v.11, n.2, p.132-136, Mar. 1995.
- JOHNSON, G.H.; POWELL, V.; GORDON, G.E. Dentin bonding systems: A review of current products and techniques. **J Am Dent Assoc**, Chicago, v.22, n.8, p.34-41, July 1991.

- KOUTSI, V. *et al.* The effect of dentin depth on the permeability and ultrastructure of primary molars. **Pediatr Dent**, Chicago, v.16, n.1, p.29-35, Jan.Feb. 1994.
- MARSHALL JR., G.W. *et al.* The dentin substrate: structure and properties related to bonding. **J Dent**, Oxford, v.25, n.6, p.441-458, June 1997.
- MILIA, E.; LALLAI, M.R.; GARCIA-GODOY, F. *In vivo* effect of a self-etching primer on dentin. **Am J Dent**, San Antonio, v.12, n.4, p.167-171, Aug. 1999.
- NAKABAYASHI, N.; KOJIMA, K.; MASUHARA, E. The promotion of adhesion by infiltration of monomers into tooth substrates. **J Biomed Mat Res**, New York, v.13, n.3, p.265-273, May 1982.
- NAKABAYASHI, N.; SAIMI, Y. Bonding to intact dentin. **J Dent Res**, Washington, v.75, n.9, p.1706-1715, Sept. 1996.
- NAKABAYASHI, N.; SHIZAWZ, M.; NAKAMURA, M. Identification of a resin-dentin hybrid layer in vital human dentin created *in vivo*: durable bonding to vital dentin. **Quintessence Int**, Berlin, v.23, n.2, p.135-141, Feb. 1992.
- NÖR, J.E. *et al.* Dentin bonding: SEM comparison of the dentin surface in primary and permanent teeth. **Pediatr Dent**, Chicago, v.19, n.4, p.246-252, May/June 1997.
- NÖR, J.R. *et al.* Dentin bonding: SEM comparison of the resin-dentin interface in primary and permanent teeth. **J Dent Res**, Washington, v.75, n.6, p.1396-1403, June 1996.
- NUNES, M.F.; SWIFT JR, E.J.; PERDIGÃO, J. Effects of adhesive composition on microtensile bond strength to human dentin. **Am J Dent**, San Antonio, v.14, n.6, p.340-343, Dec. 2001.

- OLMEZ, A. *et al.* Comparison of the resin-dentin interface in primary and permanent teeth. **J Clin Pediatr Dent**, Chicago, v.22, n.4, p.293-298, Summer 1998.
- PASHLEY, D.H. *et al.* Adhesion testing of dentin bonding agents: A review. **Dent Mater**, Washington, v.11, n.2, p.117-125, Mar. 1995.
- PASHLEY, D.H. *et al.* The microtensile bond test: A review. **J Adhesive Dent**, Berlin, v.1, n.4, p.299-309, Winter. 2001.
- PASHLEY, D.H.; CARVALHO. R.M. Dentin permeability and dentin adhesion. **J Dent**, Oxford, v.25, n.5, p.355-372, Sept. 1997.
- PERDIGÃO, J. *et al.* An ultra-morphological characterization of collagen-depleted etched dentin. **Am J Dent**, San Antonio, v.12, n.5, p.250-255, Oct. 1999.
- PERDIGÃO, J. *et al.* Effect of calcium removal on dentin bond strengths. **Quintessence Int**, Berlin, v.32, n.2, p.142-146, Feb. 2001.
- PERDIGÃO, J. *et al.* *In vitro* bond strengths and SEM evaluation of dentin bonding systems to different dentin substrates. **J Dent Res**, Washington, v.73, n.1, p.44-55, Jan. 1994.
- PERDIGÃO, J. *et al.* The effect of depth of dentin desmineralization on bond strength and morphology of the hybrid layer. **Oper Dent**, Seattle, v.25, n.5, p.186-194, Sept/Oct. 2000.
- PERDIGÃO, J.; LOPES, M. Dentin bonding - state of art 1999. **Compend Contin Educ Dent**, Jamesburg, v.20, n.12, p.1151-1158, Dec. 1999.
- PHRUKANNON, S. *et al.* The influence of the modification of etched bovine dentin on bond strengths. **Dent Mater**, Washington, v.16, n.4, p.255-265, July. 2000.

- PIOCH, T. *et al.* Influence of different etching times on hybrid layer formation and tensile bond strength. **Am J Dent**, San Antonio, v.11, n.5, p.202-206, Oct. 1998.
- PUPPIN-RONTANI, R.M. *et al.* Effect of etching agent on dentinal adhesive interface in primary teeth. **J Clin Pediatr Dent**, Chicago, v.24, n.3, p.205-209, 2000.
- RETIEF, H. Standardizing laboratory adhesion tests. **Am J Dent**, San Antonio, v.4, n.5, p.231-236, Oct. 1991.
- RUEGGERBERG, F.A. Substrate for adhesion testing to tooth structure - Review of the literature. **Dent Mater**, Washington, v.7, n.1, p.2-10, Jan. 1991.
- SALAMA, F.S. Gluma bond strength to the dentin of primary molars. **J Clin Pediatr Dent**, Chicago, v.19, n.1, p.35-40, Fall 1994.
- SALAMA, F.S.; TAO, L. Comparison of Gluma bond strength to primary vs permanent teeth. **Pediatr Dent**, Chicago, v.13, n.3, p.163-166, May/June 1991.
- SANO, H. *et al.* Relationship between surface area for adhesion and tensile bond strength - Evaluation of a micro-tensile bond test. **Dent Mater**, Washington, v.10, n.4, p.236-240, July 1994.
- TAGAMI, J.; TAO, L.; PASHLEY, D.H. Correlation among dentin depth, permeability, and bond strength of adhesive resins. **Dent Mater**, Washington, v.6, n.1/2, p.45-50, Jan. 1990.
- TANUMIHARJA, M.; BURROW, M.F.; TYAS, M.J. Microtensile bond strengths of seven dentin adhesive systems. **Dent Mater**, Washington, v.16, n.3, p.180-187, May. 2000.

TAY, F.R. *et al.* Bonding of a self-etching primer to non-cariou cervical sclerotic dentin: interfacial ultrastructure and microtensile bond strength evaluation. **J Adhesive Dent**, Berlin, v.2, n.1, p.9-328, Spring 2000.

TAY, F.R.; GWINNETT, J.A.; WEI, S.H.Y. Microcorphological spectrum form overdrying to overwetting acid-conditioned dentin in water-dree, acetone-based, single-bottle primer/adhesives. **Dent Mater**, Washington, v.12, n.4, p.236-244, July 1996.

TITLEY, K.C. *et al.* The effect of various storage methods and media on shear-bond strengths of dental composite resin to bovine dentine. **Arch oral Biol**, Oxford, v.43, n.11, p.305-311, 1998.

VAN MEERBEEK, B. *et al.* Morphological characterization of the interface between resin and sclerotic dentine. **J Dent**, Chicago, v.22, n.3, p.141-146, June 1994.

ZHENG, L. *et al.* Relationship between adhesive thickness and microtensile bond strength. **Oper Dent**, Seattle, v.26, n.1, p.97-104, Jan/Feb. 2001.

# ANEXOS

## ANEXO 1



**COMITÊ DE ÉTICA EM PESQUISA**  
**UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS**  
**FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE PIRACICABA**  
**CERTIFICADO**

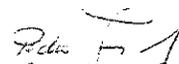


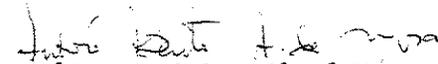
Certificamos que o Projeto de pesquisa intitulado "Efeito da resistência ao cisalhamento e da Interface resina/dentina em função do tempo de condicionamento ácido e diferentes sistemas adesivos, em dentes decíduos", sob o protocolo nº **051/2001**, da Pesquisadora **Angela Scarparo Caldo-Teixeira**, sob a responsabilidade da Profa. Dra. **Regina Maria Puppim Romani**, está de acordo com a Resolução 196/96 do Conselho Nacional de Saúde/MS, de 10/10/96, tendo sido aprovado pelo Comitê de Ética em Pesquisa – FOP.

Piracicaba, 12 de setembro de 2001.

We certify that the research project with title "Effect of etching time on the shear bond strength and resin/dentin interface of adhesive systems in primary teeth", protocol nº **051/2001**, by Researcher **Angela Scarparo Caldo-Teixeira**, responsibility by Prof. Dr. **Regina Maria Puppim Romani**, is in agreement with the Resolution 196/96 from National Committee of Health/Health Department (BR) and was approved by the Ethical Committee in Research at the Piracicaba Dentistry School/UNICAMP (State University of Campinas).

Piracicaba, SP, Brazil, September 12 2001

  
**Prof. Dr. Pedro Luiz Rosalen**  
Secretário  
CEP/FOP/UNICAMP

  
**Prof. Dr. Antonio Bento Alves de Moraes**  
Coordenador  
CEP/FOP/UNICAMP

## ANEXO 2

**TABELA 6** - Valores obtidos da mensuração das dimensões dos corpos-de-prova para o G1.

Nº Corpo-de-prova	Espessura (mm)	Largura (mm)	Área (mm <sup>2</sup> )	Área (cm <sup>2</sup> )
1	0,87	0,82	0,7134	0,007134
2	1,14	0,82	0,9348	0,009348
3	0,77	0,88	0,6776	0,006776
4	0,75	0,86	0,645	0,00645
5	0,88	0,63	0,5418	0,005418
6	0,73	0,65	0,4745	0,004745
7	0,76	0,69	0,5244	0,005244
8	1,19	0,92	1,0948	0,010948
9	1,00	0,66	0,66	0,0066
10	1,14	0,73	0,8322	0,008322
11	0,83	0,88	0,7304	0,007304
12	0,77	0,76	0,5852	0,005852
13	1,03	0,76	0,7828	0,007828
14	0,83	0,80	0,664	0,00664
15	1,16	0,93	1,0788	0,010788
16	1,02	0,73	0,7446	0,007446
17	0,70	0,90	0,63	0,0063
18	0,51	0,70	0,357	0,00357
19	0,42	0,76	0,3192	0,003192
20	0,63	0,92	0,5796	0,005796

**TABELA 7** - Valores obtidos da mensuração das dimensões dos corpos-de-prova para o G2.

Nº Corpo-de-prova	Espessura (mm)	Largura (mm)	Área (mm <sup>2</sup> )	Área (cm <sup>2</sup> )
21	0,94	0,79	0,7426	0,007426
22	0,86	0,60	0,516	0,00516
23	0,88	0,84	0,7392	0,007392
24	0,87	0,54	0,4698	0,004698
25	0,87	0,88	0,7656	0,007656
26	0,95	0,90	0,855	0,00855
27	0,49	0,93	0,4557	0,004557
28	0,84	1,00	0,84	0,0084
29	0,63	0,80	0,504	0,00504
30	0,90	0,57	0,513	0,00513
31	0,86	0,83	0,7138	0,007138
32	0,96	0,87	0,8352	0,008352
33	0,49	0,86	0,4214	0,004214
34	0,84	0,74	0,6216	0,006216
35	1,28	0,98	1,2544	0,012544
36	0,70	0,96	0,672	0,00672
37	0,97	0,85	0,8245	0,008245
38	0,49	0,73	0,3577	0,003577
39	0,49	0,84	0,4116	0,004116
40	0,87	0,86	0,7482	0,007482

**TABELA 8** - Valores obtidos da mensuração das dimensões dos corpos-de-prova para o G3.

Nº Corpo-de-prova	Espessura (mm)	Largura (mm)	Área (mm <sup>2</sup> )	Área (cm <sup>2</sup> )
41	1,15	0,87	1,005	0,01005
42	1,15	0,98	1,127	0,01127
43	0,66	0,53	0,3498	0,003498
44	1,01	0,86	0,8686	0,008686
45	1,12	0,77	0,8701	0,008701
46	0,81	0,51	0,4131	0,004131
47	1,16	0,83	0,9628	0,009628
48	0,94	0,67	0,6298	0,006298
49	0,96	0,53	0,5088	0,005088
50	0,94	0,68	0,6392	0,006392
51	0,93	0,71	0,6603	0,006603
52	1,01	0,96	0,9696	0,009696
53	1,15	0,94	1,081	0,01081
54	0,65	0,92	0,598	0,00598
55	0,85	0,66	0,561	0,00561
56	0,78	0,72	0,5616	0,005616
57	0,82	1,02	0,8364	0,008364
58	0,89	0,52	0,4628	0,004628
59	1,03	0,92	0,9476	0,009476
60	0,85	0,53	0,4505	0,004505

**TABELA 9** - Valores obtidos da mensuração das dimensões dos corpos-de-prova para o G4.

Nº Corpo-de-prova	Espessura (mm)	Largura (mm)	Área (mm <sup>2</sup> )	Área (cm <sup>2</sup> )
61	0,89	0,63	0,5607	0,005607
62	0,73	0,77	0,5621	0,005621
63	0,73	0,76	0,5548	0,005548
64	0,70	0,91	0,637	0,00637
65	0,66	0,69	0,4554	0,004554
66	0,72	0,84	0,6048	0,006048
67	0,92	0,74	0,6808	0,006808
68	0,85	0,66	0,561	0,00561
69	0,70	0,71	0,497	0,00497
70	0,77	0,74	0,5698	0,005698
71	0,89	0,74	0,6586	0,006586
72	0,89	0,85	0,7565	0,007565
73	0,80	0,78	0,624	0,00624
74	0,74	0,66	0,4884	0,004884
75	0,70	0,71	0,497	0,00497
76	0,80	0,73	0,584	0,00584
77	0,73	0,69	0,5037	0,005037
78	0,74	0,88	0,6512	0,006512
79	0,75	0,78	0,585	0,00585
80	0,78	0,71	0,5538	0,005538

**TABELA 10** - Valores obtidos da mensuração das dimensões dos corpos-de-prova para o G5.

Nº Corpo-de-prova	Espessura (mm)	Largura (mm)	Área (mm <sup>2</sup> )	Área (cm <sup>2</sup> )
81	0,84	0,81	0,6804	0,006804
82	0,85	0,63	0,5355	0,005355
83	0,84	0,83	0,6972	0,006972
84	0,48	0,80	0,384	0,00384
85	0,69	0,69	0,4761	0,004761
86	0,61	0,85	0,5185	0,005185
87	0,84	0,71	0,5964	0,005964
88	0,71	0,83	0,5893	0,005893
89	0,79	0,56	0,4424	0,004424
90	0,93	0,81	0,7533	0,007533
91	0,92	0,58	0,5336	0,005336
92	0,81	0,95	0,7695	0,007695
93	0,49	0,77	0,3773	0,003773
94	0,82	0,51	0,4182	0,004182
95	0,56	0,49	0,2744	0,002744
96	0,95	0,54	0,513	0,00513
97	0,76	0,81	0,6156	0,006156
98	0,92	0,78	0,7176	0,007176
99	0,83	0,54	0,4482	0,004482
100	0,87	0,63	0,5481	0,005481

**TABELA 11** - Valores obtidos da mensuração das dimensões dos corpos-de-prova para o G6.

Nº Corpo-de-prova	Espessura (mm)	Largura (mm)	Área (mm <sup>2</sup> )	Área (cm <sup>2</sup> )
101	0,96	0,74	0,7104	0,007104
102	0,75	0,79	0,5925	0,005925
103	0,79	0,79	0,6241	0,006241
104	1,00	0,75	0,75	0,0075
105	0,96	0,80	0,768	0,00768
106	0,78	0,75	0,585	0,00585
107	0,79	0,49	0,3871	0,003871
108	0,99	0,76	0,7524	0,007524
109	0,79	0,89	0,7031	0,007031
110	0,74	0,75	0,555	0,00555
111	0,80	0,65	0,52	0,0052
112	0,45	0,66	0,297	0,00297
113	0,49	0,77	0,3773	0,003773
114	0,49	0,76	0,3724	0,003724
115	0,80	0,50	0,4	0,004
116	1,34	0,65	0,871	0,00871
117	0,96	0,44	0,4224	0,004224
118	0,75	0,77	0,5775	0,005775
119	0,44	0,98	0,4312	0,004312
120	0,87	0,89	0,7743	0,007743

**TABELA 12** - Valores obtidos da mensuração das dimensões dos corpos-de-prova para o G7.

Nº Corpo-de-prova	Espessura (mm)	Largura (mm)	Área (mm <sup>2</sup> )	Área (cm <sup>2</sup> )
121	0,66	1,03	0,6703	0,006703
122	0,90	1,00	0,9	0,009
123	0,85	0,97	0,8245	0,008245
124	1,10	0,63	0,693	0,00693
125	0,85	0,76	0,646	0,00646
126	0,79	0,60	0,474	0,00474
127	1,03	0,82	0,8446	0,008446
128	1,02	0,96	0,9792	0,009792
129	0,61	0,50	0,305	0,00305
130	0,88	0,87	0,7656	0,007656
131	1,02	0,38	0,3876	0,003876
132	0,87	0,69	0,6003	0,006003
133	0,38	0,92	0,3496	0,003496
134	0,87	0,96	0,8352	0,008352
135	0,63	0,85	0,5355	0,005355
136	0,89	0,55	0,4895	0,004895
137	0,59	0,97	0,5723	0,005723
138	0,89	0,63	0,5607	0,005607
139	0,99	0,97	0,9603	0,009603
140	0,86	0,78	0,6708	0,006708

**TABELA 13** - Valores obtidos da mensuração das dimensões dos corpos-de-prova para o G8.

Nº Corpo-de-prova	Espessura (mm)	Largura (mm)	Área (mm <sup>2</sup> )	Área (cm <sup>2</sup> )
141	0,82	0,74	0,6068	0,006068
142	0,81	0,71	0,5751	0,005751
143	0,87	0,74	0,6438	0,006438
144	0,85	0,74	0,629	0,00629
145	0,79	0,89	0,7031	0,007031
146	1,01	0,97	0,9797	0,009797
147	0,83	0,68	0,5644	0,005644
148	0,73	0,71	0,5183	0,005183
149	0,93	0,67	0,6231	0,006231
150	0,95	0,75	0,7125	0,007125
151	0,76	0,68	0,5168	0,005168
152	0,75	0,69	0,5175	0,005175
153	1,16	0,93	1,0788	0,010788
154	1,17	0,81	0,9477	0,009477
155	0,98	0,73	0,7154	0,007154
156	1,16	0,72	0,8352	0,008352
157	1,00	0,75	0,75	0,0075
158	1,14	0,97	1,1058	0,011058
159	0,76	0,72	0,5472	0,005472
160	0,96	0,70	0,672	0,00672

**TABELA 14** - Valores obtidos da mensuração das dimensões dos corpos-de-prova para o G9.

Nº Corpo-de-prova	Espessura (mm)	Largura (mm)	Área (mm <sup>2</sup> )	Área (cm <sup>2</sup> )
161	0,84	1,21	1,0164	0,010164
162	1,32	0,63	0,8316	0,008316
163	1,05	0,93	0,9765	0,009765
164	1,35	0,89	1,2015	0,012015
165	0,92	0,91	0,8372	0,008372
166	0,99	0,63	0,6237	0,006237
167	0,93	0,93	0,8649	0,008649
168	1,00	0,80	0,8	0,008
169	1,36	1,00	1,36	0,0136
170	1,31	0,81	1,0611	0,010611
171	1,38	0,64	0,8832	0,008832
172	0,90	0,74	0,666	0,00666
173	1,33	0,75	0,9975	0,009975
174	1,25	0,75	0,9375	0,009375
175	1,39	0,82	1,1398	0,011398
176	1,00	0,76	0,76	0,0076
177	1,22	0,64	0,7808	0,007808
178	1,30	0,87	1,131	0,01131
179	1,03	1,20	1,236	0,01236
180	1,00	0,97	0,97	0,0097

**TABELA 15** - Valores obtidos da mensuração das dimensões dos corpos-de-prova para o G10.

Nº Corpo-de-prova	Espessura (mm)	Largura (mm)	Área (mm <sup>2</sup> )	Área (cm <sup>2</sup> )
181	0,72	1,00	0,6798	0,006798
182	0,50	0,96	0,9	0,009
183	1,23	0,56	0,8245	0,008245
184	0,72	0,71	0,693	0,00693
185	0,49	0,92	0,646	0,00646
186	1,05	0,96	0,474	0,00474
187	1,05	0,69	0,8446	0,008446
188	0,97	0,95	0,9792	0,009792
189	0,58	0,69	0,305	0,00305
190	0,96	0,61	0,7656	0,007656
191	0,94	0,48	0,3876	0,003876
192	0,73	0,67	0,6003	0,006003
193	0,97	0,48	0,3496	0,003496
194	1,00	0,93	0,8352	0,008352
195	0,68	0,57	0,5355	0,005355
196	0,70	0,96	0,4895	0,004895
197	0,97	0,72	0,5723	0,005723
198	0,69	0,49	0,5607	0,005607
199	1,00	0,48	0,9603	0,009603
200	0,85	0,92	0,6708	0,006708

**TABELA 16** - Valores obtidos da mensuração das dimensões dos corpos-de-prova para o G11.

Nº Corpo-de-prova	Espessura (mm)	Largura (mm)	Área (mm <sup>2</sup> )	Área (cm <sup>2</sup> )
201	0,95	0,81	0,7695	0,007695
202	0,89	0,79	0,7031	0,007031
203	0,91	0,63	0,5733	0,005733
204	0,88	0,66	0,5808	0,005808
205	0,90	1,22	1,098	0,01098
206	1,04	1,31	1,3624	0,013624
207	0,82	1,30	1,066	0,01066
208	1,02	0,54	0,5508	0,005508
209	0,83	0,77	0,6391	0,006391
210	0,91	0,55	0,5005	0,005005
211	0,82	0,81	0,6642	0,006642
212	0,91	0,74	0,6734	0,006734
213	1,00	0,80	0,8	0,008
214	1,05	0,64	0,672	0,00672
215	0,88	0,64	0,5632	0,005632
216	1,31	0,51	0,6681	0,006681
217	0,66	0,51	0,3366	0,003366
218	0,82	0,50	0,41	0,0041
219	1,31	0,87	1,1397	0,011397
220	1,01	0,70	0,707	0,00707

**TABELA 17** - Valores obtidos da mensuração das dimensões dos corpos-de-prova para o G12.

Nº Corpo-de-prova	Espessura (mm)	Largura (mm)	Área (mm <sup>2</sup> )	Área (cm <sup>2</sup> )
221	0,63	0,95	0,5985	0,005985
222	1,08	0,68	0,7344	0,007344
223	1,03	0,98	1,0094	0,010094
224	1,00	0,84	0,84	0,0084
225	0,63	0,54	0,3402	0,003402
226	0,39	1,03	0,4017	0,004017
227	1,54	0,60	0,924	0,00924
228	0,96	0,59	0,5664	0,005664
229	0,63	0,60	0,378	0,00378
230	1,01	0,57	0,5757	0,005757
231	1,01	0,59	0,5959	0,005959
232	1,06	0,35	0,371	0,00371
233	1,57	0,36	0,5652	0,005652
234	1,42	1,01	1,4342	0,014342
235	0,61	0,29	0,1769	0,001769
236	0,82	0,61	0,5002	0,005002
237	0,75	0,78	0,585	0,00585
238	0,91	0,77	0,7007	0,007007
239	0,96	0,58	0,5568	0,005568
240	0,87	0,91	0,7917	0,007917

## ANEXO 3

**TABELA 18 - Comparação de médias e medidas de dispersão de Material dentro dos níveis de Tempo através do teste de Tukey com nível de significância de 5% ( $\alpha=0,05$ ).**

Tempo	Material	n	Área (mm <sup>2</sup> )	Teste de Tukey	Desvio Padrão	Erro Padrão	Limites do intervalo de confiança (95%)	
							Superior	Inferior
7	CSE	20	0,0061	A	0,0020	0,0004	0,0070	0,0052
	OUP	20	0,0065	A	0,0020	0,0004	0,0075	0,0056
	PB	20	0,0058	A	0,0007	0,0002	0,0061	0,0054
	SB	20	0,0068	A	0,0020	0,0005	0,0077	0,0058
15	CSE	20	0,0072	A	0,0026	0,0006	0,0084	0,0060
	OUP	20	0,0071	A	0,0014	0,0004	0,0080	0,0062
	PB	20	0,0054	A	0,0013	0,0003	0,0061	0,0048
	SB	20	0,0066	A	0,0021	0,0005	0,0076	0,0056
20	CSE	18	0,0063	A	0,0028	0,0006	0,0076	0,0050
	OUP	20	0,0075	A	0,0019	0,0004	0,0084	0,0086
	PB	20	0,0057	A	0,0017	0,0004	0,0065	0,0050
	SB	20	0,0072	A	0,0024	0,0005	0,0084	0,0061

\* Média seguidas por letras iguais não diferem entre si para o teste de Tukey ( $p<0,05$ ).

## ANEXO 4

TABELA 19 - Valores obtidos através do ensaio de resistência da união à microtração para o G1.

Nº Corpo-de-prova	Valor da resistência em Kgf	Valor da resistência em MPa
1	1,511	21,61251
2	1,654	18,05472
3	2,862	43,09929
4	1,242	19,64879
5	2,876	54,16563
6	1,530	32,90252
7	3,404	66,23702
8	2,619	24,41039
9	2,246	34,7248
10	2,750	33,71933
11	2,355	32,90062
12	1,396	24,34193
13	1,327	17,29793
14	1,574	24,18859
15	2,481	23,46712
16	2,523	34,57547
17	1,828	29,60803
18	2,022	57,79455
19	1,198	38,29727
20	1,878	33,06291

**TABELA 20** - Valores obtidos através do ensaio de resistência da união à microtração para o G2.

Nº Corpo-de-prova	Valor da resistência em Kgf	Valor da resistência em MPa
21	2,228	30,61499
22	2,060	40,73723
23	2,432	33,57187
24	2,353	51,10729
25	1,717	22,88455
26	2,388	28,49982
27	2,310	51,72576
28	2,707	32,88387
29	2,518	50,97992
30	2,161	42,98445
31	1,765	25,23144
32	3,544	43,29893
33	2,360	57,14673
34	2,642	43,37063
35	2,446	19,89731
36	1,567	23,79434
37	2,499	30,92784
38	2,752	78,5061
39	1,932	47,89671
40	3,221	43,92856

**TABELA 21** - Valores obtidos através do ensaio de resistência da união à microtração para o G3.

Nº Corpo-de-prova	Valor da resistência em Kgf	Valor da resistência em MPa
41	2,729	27,83302
42	2,374	21,49467
43	1,215	35,44299
44	3,604	42,33883
45	2,294	26,90284
46	2,182	53,8981
47	3,582	37,96325
48	1,980	32,08016
49	1,926	38,6263
50	1,929	30,79423
51	1,546	28,89143
52	2,275	23,94213
53	1,636	15,44299
54	1,468	25,04948
55	1,788	32,5221
56	1,702	30,92476
57	2,121	25,8762
58	1,645	36,26991
59	2,373	25,55328
60	2,501	55,64907

**TABELA 22 - Valores obtidos através do ensaio de resistência da união à microtração para o G4.**

Nº Corpo-de-prova	Valor da resistência em Kgf	Valor da resistência em MPa
61	2,486	45,24228
62	2,834	51,44702
63	2,150	39,54358
64	2,221	35,57812
65	1,946	43,60374
66	2,619	44,18372
67	1,554	23,29193
68	1,478	26,88348
69	1,753	35,99146
70	1,816	32,52126
71	1,809	28,02791
72	1,978	26,68034
73	2,112	34,53689
74	2,125	44,39737
75	2,015	41,37067
76	1,613	28,18353
77	1,797	36,40408
78	1,490	23,34779
79	1,874	32,68795
80	1,666	30,697

**TABELA 23** - Valores obtidos através do ensaio de resistência da união à microtração para o G5.

Nº Corpo-de-prova	Valor da resistência em Kgf	Valor da resistência em MPa
81	1,893	28,38966
82	1,971	37,55788
83	1,363	19,9486
84	1,868	49,63861
85	1,232	26,40502
86	1,393	27,41424
87	1,072	18,34134
88	1,421	24,60546
89	1,338	30,86135
90	1,539	20,84705
91	1,307	24,99388
92	1,212	16,07193
93	1,170	31,64266
94	1,763	43,01721
95	1,569	58,34622
96	1,309	26,037302
97	1,271	21,06788
98	1,512	21,50024
99	1,362	31,00839
100	1,401	26,08268

**TABELA 24** - Valores obtidos através do ensaio de resistência da união à microtração para o G6.

Nº Corpo-de-prova	Valor da resistência em Kgf	Valor da resistência em MPa
101	1,137	16,3317
102	1,038	17,87652
103	2,217	36,24812
104	2,028	27,59184
105	1,387	18,42847
106	1,890	32,96703
107	1,230	32,4232
108	0,959	13,006
109	1,797	26,07984
110	0,753	13,84446
111	0,834	16,36578
112	0,591	20,30509
113	0,775	20,95988
114	0,813	22,2769
115	1,368	34,89796
116	1,531	17,93622
117	0,896	21,64502
118	1,392	24,59581
119	1,160	27,45068
120	1,465	19,30644

**TABELA 25** - Valores obtidos através do ensaio de resistência da união à microtração para o G7.

Nº Corpo-de-prova	Valor da resistência em Kgf	Valor da resistência em MPa
121	1,658	24,88727
122	1,185	13,43537
123	2,595	32,11594
124	5,034	7,412316
125	1,450	22,9039
126	0,503	10,19978
127	1,450	18,4727
128	0,473	20,11221
129	1,529	29,72901
130	1,930	11,70084
131	0,888	29,85405
132	0,877	31,85482
133	1,134	50,29071
134	1,874	25,49799
135	1,723	18,92757
136	2,087	22,90967
137	0,993	16,58542
138	1,009	13,26512
139	0,930	24,66279
140	0,728	18,96913

**TABELA 26** - Valores obtidos através do ensaio de resistência da união à microtração para o G8.

Nº Corpo-de-prova	Valor da resistência em Kgf	Valor da resistência em MPa
141	0,970	16,32014
142	2,572	45,63536
143	1,871	29,65492
144	1,328	21,54375
145	1,627	23,61263
146	0,838	9,779129
147	0,421	7,620518
148	0,767	15,29333
149	1,217	19,92997
150	2,781	39,82814
151	1,599	31,57184
152	1,264	24,92359
153	0,700	6,627735
154	2,040	21,9651
155	1,923	27,42864
156	2,054	25,09481
157	1,197	16,28571
158	2,042	18,84313
159	0,554	10,33089
160	0,578	8,784317

**TABELA 27** - Valores obtidos através do ensaio de resistência da união à microtração para o G9.

Nº Corpo-de-prova	Valor da resistência em Kgf	Valor da resistência em MPa
161	1,803	18,1011
162	1,660	20,3689
163	1,597	16,68809
164	1,736	14,74348
165	1,620	19,74512
166	1,114	18,22566
167	1,753	20,68188
168	1,811	23,09949
169	2,432	18,2473
170	1,323	12,72265
171	1,376	15,89766
172	1,409	21,58791
173	1,499	25,33425
174	1,462	15,91293
175	2,217	19,84774
176	1,477	19,83083
177	1,772	23,15783
178	1,867	16,8444
179	1,927	15,90879
180	1,756	18,47254

**TABELA 28** - Valores obtidos através do ensaio de resistência da união à microtração para o G10.

Nº Corpo-de-prova	Valor da resistência em Kgf	Valor da resistência em MPa
181	3,807	53,95408
182	3,503	74,46854
183	3,161	46,82796
184	1,141	22,77554
185	2,521	57,06409
186	3,587	36,31155
187	2,863	40,32338
188	3,511	38,87849
189	3,489	88,96062
190	1,401	24,41243
191	2,472	55,90534
192	1,456	30,37649
193	2,216	48,56582
194	1,911	20,96774
195	3,636	95,7225
196	1,773	26,92238
197	1,765	25,78781
198	1,672	50,46207
199	2,703	57,46173
200	3,683	48,05835

**TABELA 29** - Valores obtidos através do ensaio de resistência da união à microtração para o G11.

Nº Corpo-de-prova	Valor da resistência em Kgf	Valor da resistência em MPa
201	1,132	15,01107
202	1,354	19,65059
203	1,815	32,30492
204	3,527	61,9659
205	2,936	27,28523
206	1,266	9,482066
207	3,070	29,38699
208	2,867	53,11384
209	2,032	32,44358
210	3,399	69,29805
211	2,609	40,08198
212	2,158	32,70034
213	2,639	33,66071
214	2,438	37,02017
215	2,672	48,41141
216	1,910	29,17197
217	2,613	79,2135
218	2,225	55,37581
219	2,922	26,16156
220	3,030	43,73178

**TABELA 30** - Valores obtidos através do ensaio de resistência da união à microtração para o G12.

Nº Corpo-de-prova	Valor da resistência em Kgf	Valor da resistência em MPa
221	1,710	29,15452
222	3,513	48,81119
223	3,680	37,20133
224	3,710	45,06803
225	1,734	52,01022
226	1,894	48,11185
227	2,536	28,00601
228	3,382	60,92903
229	1,321	35,6603
230	2,666	47,25392
231	2,813	48,16929
232	2,404	66,12025
233	2,740	49,46777
234	2,050	14,58539
235	3,116	17,97395
236	1,992	40,63681
237	2,378	41,47916
238	2,623	38,19795
239	2,815	51,58852
240	3,310	42,66201

## ANEXO 5

### ESTUDO DE SUPOSIÇÕES

Preliminarmente à análise de variância deve ser efetuado um estudo que visa garantir a validade dos resultados obtidos através dela. Sendo assim, devem ser testadas as suposições que embasam a análise de variância e isto é feito através de uma série de medidas estatísticas usadas para esta finalidade.

Em seguida, um primeiro resultado do estudo de suposições é apresentado e comentado:

```
C.ANGELA
OBSERVATIONS (N=240): all
ANALYSIS: Multiple regression and ANOVA
RESPONSE: rmpa
FACTORS: tempo mat
CLASSES: mat tempo
Model: MAT, TEMPO, TEMPO*MAT
USER-EXCLUDED OBSERVATIONS: none
ASSUMPTIONS VIOLATED:
  Response scaling
  Outliers
  Constant variance
  Influential observations
```

No primeiro estudo de suposições observam-se violações a 4 suposições que embasam a técnica de análise de variância: escala da "variável

de resposta", "ausência de valores discrepantes", "homogeneidade de variâncias" e "ausência de observações excessivamente influentes".

A violação a estas suposições prejudica a confiança que teríamos nos resultados da análise de variância, sendo assim, deve-se procurar algum mecanismo para que as violações sejam corrigidas.

Parte-se, então, para um estudo de transformação de dados seguindo a metodologia de BOX-COX<sup>1</sup> que nos estima uma potência capaz de maximizar a verossimilhança tornando mais fácil a modelagem dos dados.

O estudo de transformação de dados tem seus resultados listados e comentados em seguida:

+LAB: Optimal Power Transformation-----+	
Specify powers: [-0.5 TO 1.5 BY 0.1	]
	Recalculate
	Power
	Optimal: 0.3
	To be used: [0.3 ]
-----+	
Optimal Power Transformation	
The optimal power transformation analysis suggests that the power 0.3 of rmpa may be more easily modeled.	

<sup>1</sup> BOX,G.E.P., HUNTER,W.G. and HUNTER,J.S. (1978), *Statistics for Experimenters*, New York: John Wiley & Sons, Inc.

O estudo de potência ótima revela indícios de que a potência 0,3 pode permitir uma melhor modelagem dos dados.

Uma vez detectada a potência ótima, parte-se para um estudo de suposições dos dados transformados, a fim de se avaliar a eficácia da aplicação desta transformação sobre os resultados da análise, sendo assim, um novo estudo de suposições será apresentado, desta feita com os dados transformados.

```
C.ANGELA
OBSERVATIONS (N=240): all
ANALYSIS: Multiple regression and ANOVA
RESPONSE: rmpa**0.3
FACTORS: tempo mat
CLASSES: mat tempo
Model: MAT, TEMPO, TEMPO*MAT
USER-EXCLUDED OBSERVATIONS: none
ASSUMPTIONS VIOLATED:
  Outliers
  Constant variance
```

Neste novo estudo são detectados indícios da existência de valores discrepantes e de heterogeneidade de variâncias, ou seja, somente a transformação de dados não foi suficiente para resolver todos os problemas detectados. Diante do exposto e em vista do risco decorrente da análise de variância de dados heterocedásticos (sem homogeneidade de variâncias).

Parte-se então para uma avaliação dos dados potencialmente discrepantes, denunciados pela estatística resíduo estudentizado:

Potential outlier observations: Prob < 0.05					
Observation number	rmpa	Tempo de condicionamento (s)	Tratamento	Studentized residual without current obs	P-value for outlier test
53	0.80965	20	CSE	-6.95755	.000000009
55	4.74671	20	CSE	5.13167	.000147880
Outliers					
2 observations qualify as outliers by exceeding a studentized residual value of +/-3.769841 with an overall significance level less than 0.05. Examine the data for correctness; consider a curvilinear model, a transformation, or deletion of the observation.					

Duas observações são detectadas como potencial de serem discrepantes a observação 53 e a observação 55. Ambas apresentam valores de resíduo estudentizado muito maiores que 2 em valores absolutos.

Como um valor é muito menor que -2 e outro é muito maior que 2, sugere-se que os dois valores sejam excluídos e que uma nova análise de suposições verifique a eficácia desta atitude.

```

C.ANGELA
OBSERVATIONS (N=240): all
  238 observations were used in the analysis
  2 outliers were excluded by the user
ANALYSIS: Multiple regression and ANOVA
RESPONSE: rmpa**0.3
FACTORS: tempo mat
CLASSES: mat tempo
Model: MAT, TEMPO, TEMPO*MAT
USER-EXCLUDED OBSERVATIONS
  Outliers: #53, #55
ASSUMPTIONS VIOLATED:
  Constant variance

```



```
C.ANGELA
OBSERVATIONS (N=240): all
  238 observations were used in the analysis
  2 outliers were excluded by the user
ANALYSIS: Multiple regression and ANOVA
RESPONSE: LOG10(rmpa)
FACTORS: tempo mat
CLASSES: mat tempo
Model: MAT, TEMPO, TEMPO*MAT
USER-EXCLUDED OBSERVATIONS
  Outliers: #53, #55
ASSUMPTIONS VIOLATED: none
```

Observa-se que não há novas violações às suposições que embasam a análise de variância e, com isto, parte-se para este estudo sem a necessidade de novas medidas para correção dos dados.

## ANEXO 6

**QUADRO 5** - Padrão de fratura dos corpos-de-prova do G1 submetidos ao ensaio de resistência da união à microtração.

Nº Corpo-de-prova	Padrão de fratura	Nº Corpo-de-prova	Padrão de fratura
1	Mista	11	Mista
2	-	12	-
3	Adesiva	13	Adesiva
4	Mista	14	Mista
5	Adesiva	15	-
6	Mista	16	-
7	Mista	17	-
8	Adesiva	18	Mista
9	Mista	19	-
10	Adesiva	20	Adesiva

**QUADRO 6** - Padrão de fratura dos corpos-de-prova do G2 submetidos ao ensaio de resistência da união à microtração.

Nº Corpo-de-prova	Padrão de fratura	Nº Corpo-de-prova	Padrão de fratura
21	Adesiva	31	-
22	Coesiva em compósito	32	-
23	Adesiva	33	Adesiva
24	Adesiva	34	-
25	-	35	Adesiva
26	Mista	36	-
27	Coesiva em compósito	37	Adesiva
28	-	38	-
29	Coesiva em compósito	39	Adesiva
30	Adesiva	40	Coesiva em compósito

**QUADRO 7 - Padrão de fratura dos corpos-de-prova do G3 submetidos ao ensaio de resistência da união à microtração.**

Nº Corpo-de-prova	Padrão de fratura	Nº Corpo-de-prova	Padrão de fratura
41	Mista	51	Adesiva
42	Adesiva	52	Adesiva
43	Coesiva em compósito	53	-
44	-	54	-
45	-	55	-
46	-	56	-
47	Mista	57	-
48	Adesiva	58	-
49	Mista	59	Mista
50	-	60	-

**QUADRO 8 - Padrão de fratura dos corpos-de-prova do G4 submetidos ao ensaio de resistência da união à microtração.**

Nº Corpo-de-prova	Padrão de fratura	Nº Corpo-de-prova	Padrão de fratura
61	Adesiva	71	Coesiva em compósito
62	Adesiva	72	-
63	-	73	-
64	Adesiva	74	Adesiva
65	Coesiva em compósito	75	Adesiva
66	Coesiva em compósito	76	Adesiva
67	Coesiva em dentina	77	-
68	Adesiva	78	-
69	Coesiva em dentina	79	Mista
70	Adesiva	80	-

**QUADRO 9 - Padrão de fratura dos corpos-de-prova do G5 submetidos ao ensaio de resistência da união à microtração.**

Nº Corpo-de-prova	Padrão de fratura	Nº Corpo-de-prova	Padrão de fratura
81	Coesiva em compósito	91	Adesiva
82	Adesiva	92	Adesiva
83	Adesiva	93	Coesiva em dentina
84	Adesiva	94	Adesiva
85	Adesiva	95	-
86	Adesiva	96	Coesiva em compósito
87	-	97	-
88	Mista	98	-
89	Adesiva	99	-
90	Adesiva	100	-

**QUADRO 10 - Padrão de fratura dos corpos-de-prova do G6 submetidos ao ensaio de resistência da união à microtração.**

Nº Corpo-de-prova	Padrão de fratura	Nº Corpo-de-prova	Padrão de fratura
101	Coesiva em dentina	111	Adesiva
102	-	112	Adesiva
103	Mista	113	Adesiva
104	Adesiva	114	Adesiva
105	Adesiva	115	-
106	Coesiva em compósito	116	-
107	-	117	Adesiva
108	Coesiva em dentina	118	-
109	Coesiva em compósito	119	-
110	Adesiva	120	-

**QUADRO 11** - Padrão de fratura dos corpos-de-prova do G7 submetidos ao ensaio de resistência da união à microtração.

Nº Corpo-de-prova	Padrão de fratura	Nº Corpo-de-prova	Padrão de fratura
121	Mista	131	-
122	Adesiva	132	Mista
123	Adesiva	133	-
124	Adesiva	134	-
125	Coesiva em compósito	135	Coesiva em compósito
126	-	136	-
127	Mista	137	-
128	-	138	Coesiva em compósito
129	Coesiva em compósito	139	Coesiva em dentina
130	-	140	Coesiva em compósito

**QUADRO 12** - Padrão de fratura dos corpos-de-prova do G8 submetidos ao ensaio de resistência da união à microtração.

Nº Corpo-de-prova	Padrão de fratura	Nº Corpo-de-prova	Padrão de fratura
141	Adesiva	151	-
142	Mista	152	-
143	Mista	153	-
144	Mista	154	Coesiva em compósito
145	Coesiva em compósito	155	-
146	Adesiva	156	Coesiva em compósito
147	-	157	-
148	-	158	Mista
149	Coesiva em compósito	159	-
150	-	160	-

**QUADRO 13** - Padrão de fratura dos corpos-de-prova do G9 submetidos ao ensaio de resistência da união à microtração.

Nº Corpo-de-prova	Padrão de fratura	Nº Corpo-de-prova	Padrão de fratura
161	-	171	-
162	-	172	Mista
163	Coesiva em compósito	173	Mista
164	-	174	-
165	-	175	Adesiva
166	-	176	-
167	-	177	Mista
168	-	178	-
169	-	179	Mista
170	Mista	180	Mista

**QUADRO 14** - Padrão de fratura dos corpos-de-prova do G10 submetidos ao ensaio de resistência da união à microtração.

Nº Corpo-de-prova	Padrão de fratura	Nº Corpo-de-prova	Padrão de fratura
181	Adesiva	191	-
182	Mista	192	-
183	Coesiva em compósito	193	-
184	Mista	194	-
185	-	195	Adesiva
186	Mista	1976	Coesiva em compósito
187	Coesiva em compósito	197	Coesiva em compósito
188	Coesiva em compósito	198	Coesiva em compósito
189	Coesiva em compósito	199	-
190	Coesiva em compósito	200	-

**QUADRO 15** - Padrão de fratura dos corpos-de-prova do G11 submetidos ao ensaio de resistência da união à microtração.

Nº Corpo-de-prova	Padrão de fratura	Nº Corpo-de-prova	Padrão de fratura
201	Mista	211	-
202	Adesiva	212	-
203	Mista	213	-
204	Adesiva	214	-
205	Adesiva	215	Coesiva em compósito
206	-	216	-
207	Coesiva em compósito	217	Coesiva em compósito
208	-	218	-
209	Coesiva em dentina	219	-
210	-	220	Coesiva em compósito

**QUADRO 16** - Padrão de fratura dos corpos-de-prova do G12 submetidos ao ensaio de resistência da união à microtração.

Nº Corpo-de-prova	Padrão de fratura	Nº Corpo-de-prova	Padrão de fratura
221	Mista	231	-
222	Mista	232	-
223	Coesiva em compósito	233	-
224	Adesiva	234	-
225	Adesiva	235	-
226	-	236	-
227	-	237	-
228	Coesiva em compósito	238	-
229	-	239	Coesiva em compósito
230	-	240	-

## ANEXO 7

**TABELA 31** - Valores de espessura de camada híbrida ( $\mu\text{m}$ ) obtidos após mensuração das fotomicrografias para o G1.

Fotomicrografia	Espessura ( $\mu\text{m}$ )
1	2,00
2	2,30
3	2,46
4	2,61
5	2,38
6	2,30
7	2,50
8	2,42
9	2,10
10	2,25
11	2,18
12	2,44
13	2,32
14	2,27
15	2,05

**TABELA 32** - Valores de espessura de camada híbrida ( $\mu\text{m}$ ) obtidos após mensuração das fotomicrografias para o G2.

Fotomicrografia	Espessura ( $\mu\text{m}$ )
1	2,15
2	2,46
3	2,00
4	2,37
5	2,57
6	2,55
7	2,62
8	2,45
9	2,68
10	2,46
11	2,38
12	2,47
13	2,29
14	2,50
15	2,52

**TABELA 33 - Valores de espessura de camada híbrida ( $\mu\text{m}$ ) obtidos após mensuração das fotomicrografias para o G3.**

Fotomicrografia	Espessura ( $\mu\text{m}$ )
1	3,22
2	2,61
3	3,53
4	2,52
5	2,65
6	2,62
7	2,70
8	2,78
9	2,77
10	2,69
11	3,10
12	3,31
13	3,37
14	2,89
15	2,91

**TABELA 34 - Valores de espessura de camada híbrida ( $\mu\text{m}$ ) obtidos após mensuração das fotomicrografias para o G4.**

Fotomicrografia	Espessura ( $\mu\text{m}$ )
1	1,46
2	2,04
3	2,06
4	2,33
5	2,37
6	1,58
7	2,09
8	2,22
9	2,40
10	2,35
11	1,48
12	2,07
13	1,99
14	1,85
15	2,20

**TABELA 35 - Valores de espessura de camada híbrida ( $\mu\text{m}$ ) obtidos após mensuração das fotomicrografias para o G5.**

Fotomicrografia	Espessura ( $\mu\text{m}$ )
1	2,68
2	3,07
3	2,92
4	2,61
5	2,76
6	2,46
7	2,30
8	2,76
9	2,25
10	2,34
11	2,25
12	2,58
13	2,47
14	2,64
15	2,33

**TABELA 36 - Valores de espessura de camada híbrida ( $\mu\text{m}$ ) obtidos após mensuração das fotomicrografias para o G6.**

Fotomicrografia	Espessura ( $\mu\text{m}$ )
1	3,34
2	2,89
3	2,68
4	3,65
5	2,73
6	2,89
7	3,27
8	2,78
9	3,10
10	3,22
11	2,99
12	3,12
13	2,91
14	3,40
15	3,51

## ANEXO 8

Análise de variância da espessura de camada híbrida de SB e P&B2.1 para todos os tempos de condicionamento.

Causa de Variação	GL	SQ	QM	F	Valor-p
Material	1	0,0049878	0,0049878	0,1126	0.73877
Tempo	2	10,6478492	5,3239246	66,4297	0,00001*
Material*Tempo	2	0,9425690	0,4712845	5,8805	0,00510
Resíduo	56	4,4880487	0,0801437		
Total Corrigido	89	17,3239656			

\* diferença estatística significativa ( $p < 0,05$ )

\*\* coeficiente de variação (4,573%)

## TESTE DE TUKEY PARA MEDIAS DE MATERIAL

NUM. ORDEM	MUM. TRATA.	NOME	NUM. REPET.	MEDIAS	MEDIAS ORIGINAIS	5%	1%
1	2	P&B2.1	45	2,564222	2,564222	a	A
2	1	SB	45	2,549333	2,549333	a	A

\* Medias seguidas por letras distintas diferem entre si ao nível de significância indicado

## TESTE DE TUKEY PARA MEDIAS DE TEMPO

NUM. ORDEM	MUM. TRATA.	NOME	NUM. REPET.	MEDIAS	MEDIAS ORIGINAIS	5%	1%
1	3	20s	30	3,005000	3,005000	a	A
2	2	15s	30	2,496333	2,496333	b	B
3	1	7s	30	2,169000	2,169000	c	C

\* Medias seguidas por letras distintas diferem entre si ao nível de significância indicado

TESTE DE TUKEY PARA MEDIAS DE TEMPO  
DENTRO DO **SB** DO FATOR MATERIAL

NUM. ORDEM	MUM. TRATA.	NOME	NUM. REPET.	MEDIAS	MEDIAS ORIGINAIS	5%	1%
1	3	20s	15	2,911333	2,911333	a	A
2	2	15s	15	2,431330	2,431330	b	B
3	1	7s	15	2,305333	2,305333	b	B

\* Medias seguidas por letras distintas diferem entre si ao nível de significância indicado

TESTE DE TUKEY PARA MEDIAS DE TEMPO  
DENTRO DO **P&B2.1** DO FATOR MATERIAL

NUM. ORDEM	MUM. TRATA.	NOME	NUM. REPET.	MEDIAS	MEDIAS ORIGINAIS	5%	1%
1	3	20s	15	3,098667	3,098667	a	A
2	2	15s	15	2,561333	2,561333	b	B
3	1	7s	15	2,032667	2,032667	c	C

\* Medias seguidas por letras distintas diferem entre si ao nível de significância indicado

## ANEXO 9

QUADRO 17 - Escores obtidos pela análise qualitativa da união compósito/dentina

Fotomicrografia	Escore
1	3
2	3
3	3
4	3
5	3
6	3
7	3
8	3
9	3
10	3
11	3
12	3
13	3
14	3
15	3
16	3
17	3
18	3
19	3
20	3
21	3
22	3
23	3
24	3
25	3
26	3
27	3
28	3
29	3
30	3
31	3
32	3
33	3
34	3
35	3
36	3

Fotomicrografia	Escore
37	3
38	3
39	3
40	3
41	3
42	3
43	3
44	3
45	3
46	3
47	3
48	3
49	3
50	3
51	3
52	3
53	3
54	3
55	3
56	3
57	3
58	3
59	3
60	3
61	3
62	3
63	3
64	3
65	3
66	3
67	3
68	3
69	3
70	3
71	3
72	3

Fotomicrografia	Escore
73	3
74	3
75	3
76	3
77	3
78	3
79	3
80	3
81	3
82	3
83	3
84	3
85	3
86	3
87	3
88	3
89	3
90	3
91	1
92	1
93	1
94	1
95	1
96	1
97	1
98	1
99	1
100	1
101	1
102	1
103	1
104	1
105	1
106	1
107	1
108	1
109	1
110	1
111	1
112	1
113	1
114	1
115	1
116	1

Fotomicrografia	Escore
117	1
118	1
119	1
120	1
121	1
122	1
123	1
124	1
125	1
126	1
127	1
128	1
129	1
130	1
131	1
132	1
133	1
134	1
135	1
136	0
137	0
138	1
139	1
140	1
141	1
142	0
143	0
144	0
145	0
146	0
147	0
148	0
149	0
150	0
151	1
152	1
153	1
154	1
155	1
156	1
157	1
158	1
159	1
160	1

Fotomicrografia	Escore
161	1
162	1
163	1
164	1
165	1
166	0
167	0
168	0
169	0
170	1

Fotomicrografia	Escore
171	1
172	1
173	1
174	0
175	0
176	0
177	0
178	0
179	0
180	0

## ANEXO 10

QUADRO 18 - Resultados do teste de Kruskal-Wallis ( $p < 0,05$ )

	Resultados
H=	174.1227
Graus de Liberdade =	11
(p) Kruskal-Wallis=	0.0000
R1=	2047.5000
R2=	2047.5000
R3=	2047.5000
R4=	2047.5000
R5=	2047.5000
R6=	2047.5000
R7=	862.5000
R8=	862.5000
R9=	862.5000
R10=	374.0000
R11=	862.5000
R12=	362.0000
R1 (posto médio)=	136.5000
R2 (posto médio)=	136.5000
R3 (posto médio)=	136.5000
R4 (posto médio)=	136.5000
R5 (posto médio)=	136.5000
R6 (posto médio)=	136.5000
R7 (posto médio)=	57.5000
R8 (posto médio)=	57.5000
R9 (posto médio)=	57.5000
R10 (posto médio)=	23.3750
R11 (posto médio)=	57.5000
R12 (posto médio)=	24.1333
p (1 e 2)=	1.0000
p (1 e 3)=	1.0000
p (1 e 4)=	1.0000
p (1 e 5)=	1.0000
p (1 e 6)=	1.0000
p (1 e 7)=	0.0000
p (1 e 8)=	0.0000
p (1 e 9)=	0.0000
p (1 e 10)=	0.0000
p (1 e 11)=	0.0000
p (1 e 12)=	0.0000
p (2 e 3)=	1.0000
p (2 e 3)=	1.0000
p (2 e 4)=	1.0000
p (2 e 5)=	1.0000
p (2 e 6)=	1.0000

	Resultados
p (2 e 7)=	0.0000
p (2 e 8)=	0.0000
p (2 e 9)=	0.0000
p (2 e 10)=	0.0000
p (2 e 11)=	0.0000
p (2 e 12)=	0.0000
p (3 e 4)=	1.0000
p (3 e 5)=	1.0000
p (3 e 6)=	1.0000
p (3 e 7)=	0.0000
p (3 e 8)=	0.0000
p (3 e 9)=	0.0000
p (3 e 10)=	0.0000
p (3 e 11)=	0.0000
p (3 e 12)=	0.0000
p (4 e 5)=	1.0000
p (4 e 6)=	1.0000
p (4 e 7)=	0.0000
p (4 e 8)=	0.0000
p (4 e 9)=	0.0000
p (4 e 10)=	0.0000
p (4 e 11)=	0.0000
p (4 e 12)=	0.0000
p (5 e 6)=	1.0000
p (5 e 7)=	0.0000
p (5 e 8)=	0.0000
p (5 e 9)=	0.0000
p (5 e 10)=	0.0000
P (5 e 11)=	0.0000
P (5 e 12)=	0.0000
p (6 e 7)=	0.0000
p (6 e 8)=	0.0000
p (6 e 9)=	0.0000
p (6 e 10)=	0.0000
p (6 e 11)=	0.0000
p (6 e 12)=	0.0000
p (7 e 8)=	1.0000
p (7 e 9)=	1.0000
p (7 e 10)=	0.0700
p (7 e 11)=	1.0000
p (7 e 12)=	0.0812
p (8 e 9)=	1.0000
p (8 e 10)=	0.0700

	Resultados
p (8 e 11)=	1.0000
p (8 e 12)=	0.0812
p (9 e 10)=	0.0700
p (9 e 11)=	1.0000

	Resultados
p (9 e 12)=	0.0812
p (10 e 11)=	0.0700
p (10 e 12)=	0.9679
P (11 e 12)=	0.0812