

ANDRÉA MELLO DE ANDRADE

**Influência de variáveis metodológicas no valor da resistência de união material
adesivo / substrato dentinário e, no padrão de fratura
- ensaio de “micro” cisalhamento**

São Paulo

2010

Livros Grátis

<http://www.livrosgratis.com.br>

Milhares de livros grátis para download.

ANDRÉA MELLO DE ANDRADE

**Influência de variáveis metodológicas no valor da resistência de união material
adesivo / substrato dentinário e, no padrão de fratura
- ensaio de “micro” cisalhamento**

Tese apresentada à Faculdade de Odontologia da Universidade de São Paulo, para obter o título de Doutor, pelo Programa de Pós-Graduação em Odontologia.

Área de Concentração: Materiais Dentários

Orientadora: Prof^a. Dr^a. Rosa H. M. Grande

São Paulo

2010

FOLHA DE APROVAÇÃO

Andrade AM. Influência de variáveis metodológicas no valor da resistência de união material adesivo / substrato dentinário e, no padrão de fratura - ensaio de "micro" cisalhamento. Tese apresentada à Faculdade de Odontologia da Universidade de São Paulo para obtenção do título de Doutor em Odontologia.

São Paulo, / /2010

Banca Examinadora

Prof(a). Dr(a). _____ Instituição: _____

Julgamento: _____ Assinatura: _____

Prof(a). Dr(a). _____ Instituição: _____

Julgamento: _____ Assinatura: _____

Prof(a). Dr(a). _____ Instituição: _____

Julgamento: _____ Assinatura: _____

Prof(a). Dr(a). _____ Instituição: _____

Julgamento: _____ Assinatura: _____

Prof(a). Dr(a). _____ Instituição: _____

Julgamento: _____ Assinatura: _____

DEDICATÓRIA

Dedico esse trabalho aos meus queridos pais, **Mário e Marlize**, à minha irmã, **Amanda**, ao meu marido, **Thiago** e aos meus avós, **Mário e Neyde** (*in memoriam*), que me ensinaram que sem amor não se vive, sempre me apoiaram, compreenderam, incentivaram e me amaram incondicionalmente.

Aos meus sobrinhos amados, **Ana Luísa e Adalberto Neto**, por me deixarem sentir um pouco do “gostinho” de ser mãe.

Muito obrigada!

AGRADECIMENTO ESPECIAL

À **Profa. Rosa**, ou **tia Rosa** como ela gosta de ser chamada, muito obrigada por sempre ter acreditado em mim, por não medir esforços para me ajudar, por sofrer comigo quando quase nada dava certo, por vibrar com os pequenos acertos e com todas, absolutamente todas, as conquistas, obrigada pelo colo e ombro amigo em todos os momentos em que precisei, enfim, obrigada pela nossa amizade. Sou sua admiradora incondicional!

"Se vi mais longe foi por estar de pé sobre ombros de gigantes."
Isaac Newton

AGRADECIMENTOS

A **Deus**, por sempre me encorajar e me guiar.

Aos meus **avós, tios e primos** por todo o apoio e torcida que sempre me deram, mesmo que para isso precisássemos ficar há quilômetros de distância. Amo vocês!

À família **Bustamante**, minha segunda família, muito obrigada por me acolherem como se eu fosse uma filha, pela vibração em todas as minhas conquistas pessoais e profissionais e pelos deliciosos almoços de domingo, que sempre me rememoram aos da minha casa em Manaus.

Aos Professores queridos **Alessandra Reis e Alessandro Loguercio**. Conhecer e trabalhar com vocês para mim foi uma das coisas mais honrosa e extremamente enriquecedora, que aconteceu em toda a pós-graduação. Vocês são verdadeiros exemplos para todos que fazem pesquisa no Brasil, quiçá no mundo. Extremamente acessíveis, amigos, acolhedores, batalhadores, educadores, competentes, dedicados, inteligentes, inovadores, enfim, poderia descrever em infinitas páginas o quão foi e é gratificante trabalhar com esses dois “gigantes” da Odontologia. Muito obrigada por todo o carinho e atenção com que sempre fui recebida na casa de vocês, pela ajuda em todas as fases de realização deste trabalho, em especial ao Alê, por toda a paciência e prontidão com que sempre me ajudou durante toda a análise estatística. Sou fã de carteirinha de vocês dois!

À querida Professora e amiga **Sandra Kiss Moura**, ou melhor, à “Sakimo”. Nunca me esquecerei do dia em que nos conhecemos, eu estava na sala da tia Rosa a espera de sua ex-orientada, a “Sakimo”, que naquele dia me passaria todo o seu conhecimento sobre o mundo micrométrico do teste de cisalhamento e preparo de amostras para MEV. Psicologicamente já tinha me preparado para conhecer a mais séria e reservada pesquisadora japonesa, que eu poderia encontrar. Sakimo, você me recebeu como se eu fosse sua irmã mais nova e, com toda certeza, você é uma das pessoas mais simpática e alto astral que eu pude conhecer na pós. Sempre

disposta a me ajudar, mesmo que para isso ela precisasse acordar às 5h ou viajar até Campinas para que a microscopia eletrônica dos trabalhos ficasse pronta. San, como já escrevi algumas vezes nos nossos emails: “I Love you, chuchu!”

Ao meu amigo argentino **Eugênio**. Sua preciosa amizade e ajuda fizeram toda a diferença em todas as fases de realização desta tese. Muito obrigada pelas infinitas risadas no laboratório, pela disposição e interesse em me ajudar, pelo ombro amigo quando eu já estava cansando e quando as coisas não davam certo. Admiro muito você!

Aos meus **amigos do curso de pós-graduação em Materiais Dentários** pela amizade, risadas e experiências compartilhadas durante toda esta caminhada. Sem vocês, certamente, o caminho seria mais longo e cheio de obstáculos. Às queridas amigas **Soso, Dri, Teca e “Flapiro”** o que seria de mim sem a amizade de vocês no início de tudo. Aos meus queridos amigos **André e Maico**, os retornos para casa, muitas vezes após um dia de laboratório em que nada tinha dado certo, não seriam tão reconfortantes e muito engraçados se não fosse a companhia de vocês. Aos amigos e vizinhos de cidade **Breno e Helena**, pela amizade. Ouvir o sotaque de vocês de certa forma matava um pouco a saudade que sinto da terrinha. **Breno “Duran”**, muitíssimo obrigada por me ajudar com algumas fotos da tese, os “ensaios fotográficos”, além de excelentes, eram sempre muito divertidos com você. À **Thaty**, para mim a perseverança personificada, muito obrigada pelas longas conversas sobre o ensaio de microcisalhamento. À **Carol**, pela companhia e pelas conversas sempre muito divertidas no “aquário”. Ao **Maurício** pelas divertidas conversas após “horário de expediente” do laboratório. À dupla dinâmica **Flavinha e Letícia**, vocês são imbatíveis no quesito *paper machine*.

A todos os **Professores do Departamento de Materiais Dentários** pela convivência.

À **secretária do departamento Rosa**, a nossa querida Rosinha, e aos técnicos **Antônio e Sílvio**, muitíssimo obrigada por sempre me ajudarem com tanta

competência, fazendo sempre o melhor por mim. Sem a ajuda de vocês muita coisa não teria dado tão certo.

A todos os **Professores da Universidade Federal do Amazonas**. Pelo incansável incentivo e por sempre nos fazerem acreditar que tudo é possível, quando se tem vontade de vencer. Em especial à **Profa. Dra. Maria Fulgência Costa Lima Bandeira**, por fazer despertar em mim a vontade de fazer pós-graduação através da iniciação científica.

Aos meus amigos e Professores do Hospital de Reabilitação de Anomalias Craniofaciais (HRAC-USP). Com certeza, sou outra pessoa após a experiência pessoal e profissional vivida durante toda a residência neste hospital. “**Claudete**”, **Flávia**, “**Camilete e Pepita**”, jamais esquecerei as infinitas conversas, comilanças e risadas no “apê” do Solar Cristiane. Às Professoras, **Lilian Matsunaga** e **Cecília Veronezi**, muito obrigada por toda a dedicação e paciência em nos ensinar. Sinto muita saudade de vocês!

Aos meus “amigos-irmãos” **Lulu, Drica** e **Gustavo**. Ficar longe de casa sem vocês seria muito mais difícil. Lulu, posso dizer sem medo de errar que sua contribuição foi essencial para todo o meu crescimento profissional e pessoal, de Maués–AM a Bauru-SP você foi meu maior ombro amigo. **Drica** e **Gustavo**, espero um dia poder retribuir pelo menos uma parte de tudo o que já fizeram por mim.

Às amigas **Renatinha, Karinna** e **Bebel**, muito obrigada pela amizade sincera, por sempre matarem minha saudade nos encontros de férias e feriados quando estou em Manaus. Amo vocês!

Ao **Prof. Dr. Leandro Martins**, meu amigo, “cunhado”, padrinho e mais novo “manauara”, suas idéias, cuidado e disposição em me ajudar com as fotos fez toda a diferença. Admiro muito você!

Aos “amigos que vestem o azul” por me ajudarem sempre, desde os tempos de aspirante até hoje. Em especial, **a Ceci** e **a Vanessa**, minhas “amigas de

combate”, muito obrigada pela amizade sincera, pelos horários trocados sempre que precisei, em função das atividades acadêmicas, e por toda a torcida que fazem por mim. Vocês moram no meu coração!

Aos amigos **Maia e Gustavo, Ana e Marcel, Ana e João**, muito obrigada por me receberem de braços abertos logo que cheguei em São Paulo, pelos finais de semana divertidos e pela companhia sempre muito animada nas viagens. Sem a amizade de vocês tudo poderia ser mais difícil.

Às “**meninas MEV**” **Mari e Liz**, passar um dia inteiro em frente ao microscópio com vocês era sempre muito divertido e proveitoso. As fotos ficaram lindas. Muito obrigada!

Ao **prof. Dr. Ricardo Marins de Carvalho** e à amiga **Adriana Manso**, muito obrigada pela amizade e por disponibilizarem a máquina de cisalhamento.

Ao **Prof. Dr. Mário Fernando de Góes**, muito obrigada pela atenção e esclarecimento de algumas dúvidas no início do trabalho quando íamos até Piracicaba.

Ao **SDO** pela revisão da tese.

Estudo realizado com apoio do **Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico** (Proc. 141412/2008-09) e **CAPES/PROAP**.

"Só uma coisa torna um sonho impossível: o medo de fracassar."

Paulo Coelho

RESUMO

Andrade AM. Influência de variáveis metodológicas no valor da resistência de união material adesivo / substrato dentinário e, no padrão de fratura - ensaio de “micro” cisalhamento. [tese]. São Paulo: Universidade de São Paulo, Faculdade de Odontologia; 2010

A influência de variáveis metodológicas no valor da resistência de união e no padrão de fratura, por ensaio de “micro”cisalhamento, foi verificada em dentina planificada de molares humanos e estudada em quatro diferentes experimentos, nos quais dois sistemas adesivos foram utilizados (Adper Single Bond 2 e XP Bond) e uma resina composta (Filtek Z250). Foram eles: Experimento 1- momento de fotoativação do adesivo: antes ou após o posicionamento das cânulas sobre o substrato dentinário; Experimento 2- tempo de armazenagem: 10min, 24 horas, 48 horas e 7 dias em água destilada a 37°C; Experimento 3- área de secção transversal dos corpos de prova: 0,44mm², 0,82mm², 1,98mm² e 4,44mm²; Experimento 4- momento de fotoativação da resina / remoção da cânula para o ensaio. Os dados obtidos de resistência de união, em MPa, foram tratados por métodos de ANOVA. Os corpos de prova resultantes de todos os experimentos foram observados em microscopia eletrônica de varredura e analisados de forma qualitativa quanto ao modo de fratura. Houve diferença significativa no Experimento 1, sendo que os valores médios de resistência de união foram mais altos quando os adesivos foram fotoativados antes de posicionar as cânulas. Não houve diferença estatisticamente significativa para as variáveis tempo de armazenagem e sistema adesivo (Experimento 2), e nem para as variáveis área de secção transversal e sistema adesivo estudadas (Experimento 3). Para o Experimento 4, houve diferença estatisticamente significativa para a condição experimental “resina fotoativada e remoção da cânula” quando previamente realizada à adesão ao substrato e entre os adesivos. Em todos os experimentos o modo de fratura foi predominantemente adesivo/misto. Concluiu-se que algumas variáveis do método são fundamentais para sua padronização, pois com base nos resultados deste estudo elas influenciam os valores médios da resistência de união.

Palavras-Chave: Dentina. Sistema adesivo. Cisalhamento. Resistência de união.
Padrão de fratura. Microscopia eletrônica de varredura.

ABSTRACT

Andrade AM. Methodological variables influence on bonding of adhesive material/dentin substrate and fracture pattern – micro shear test [thesis]. São Paulo: Universidade de São Paulo, Faculdade de Odontologia; 2010.

The effect of methodological variables on the microshear bond strength and fracture pattern was assessed in flat human molars dentin in four different experiments using two adhesive systems (Adper Single Bond 2 and XP Bond) and a composite resin (Filtek Z250). The experiments were: 1. Adhesive light activation moment – prior or after mold positioning on dentin; 2. Storage period – 10 min, 24h, 48h or 7 days in distilled water at 37°C; 3. Mold transversal section area – 0.44mm², 0.82mm², 1.98mm² and 4.44mm²; 4. Resin light activation moment with or without mold removal prior to testing. Mean data values (MPa) were subjected to ANOVA's methods. All fractured specimens were qualitatively analyzed in SEM to verify the fracture mode. Regarding Experiment 1 a significative difference was shown for the main factor Adhesive Light Activation Moment; higher bond strength values were achieved with adhesive system lighth activated before mold positioning. No significant differences were found for storage period or section area analyzed on Experiments 2 and 3, respectively. The main factor Resin Light Activation Moment presented differences when the resin composite was previously light activated and mold was removed prior to bonding the resin with the adhesive systems. In all experiments, mode of failure was predominantly adhesive/mixed. The conclusion is that some variables of the method are essential for its standardization, given that they influence the bond strength values.

Keywords: Dentin. Adhesive system. Shear. Bond strength. Failure mode. Scanning electron microcopy.

LISTA DE FIGURAS

Figura 2.1- Desenho esquemático garra Shimada	27
Figura 4.1- a) cânula de polietileno; b) dispositivo de corte para obtenção dos “moldes” com 1 mm de altura; c) corte do tubo com auxílio de lâmina de barbear; d) “moldes” para confecção dos corpos de prova	35
Figura 4.2- Sequência de obtenção dos cp: a) aplicação do sistema adesivo; b) fotoativação do sistema adesivo; c) posicionamento das cânulas e preenchimento com resina composta; d) fotoativação da resina composta.....	36
Figura 4.3- a) disco de dentina com os cp após 24h de armazenagem; b) remoção das cânulas com lâmina de bisturi; c) cp identificados por cor.....	37
Figura 4.4 - a) Disco de dentina contendo cp fixado com cera pegajosa no tubo de PVC; b) posicionamento do conjunto no dispositivo da máquina para MIC; c) ensaio dos cp.....	37
Figura 4.5- Cânulas de diferentes diâmetros.....	39

LISTA DE QUADROS

Quadro 4.1- Delineamento Experimental	32
Quadro 4.2- Informações dos fabricantes sobre o material utilizado nos procedimento adesivo-restaurador e modo de aplicação	34
Quadro 4.3- Resumo dos grupos do Experimento 4	41

LISTA DE TABELAS

- Tabela 5.1- Valores médios \pm desvios padrões (MPa) de RU, por condição experimental, considerando o momento de fotoativação do adesivo, incluindo ou não os cp perdidos (cpP), e número total de cp (cpT).....44
- Tabela 5.2- Corpos de prova (%) distribuídos de acordo com o padrão de fratura, por condição experimental, considerando o momento de fotoativação do adesivo.....44
- Tabela 5.3- Corpos de prova (%) distribuídos de acordo com o padrão de fratura, por condição experimental, considerando o tempo de armazenagem e cp perdidos.....46
- Tabela 5.4- Valores médios \pm desvios padrões (MPa) de RU quanto ao tempo de armazenagem por condição experimental, incluindo ou não os cp perdidos (*)......47
- Tabela 5.5- Corpos de prova (%) distribuídos de acordo com o padrão de fratura, por condição experimental, considerando a área de secção transversal e cp perdidos.....48
- Tabela 5.6- Médias e desvios padrões (MPa) da RU obtida segundo a área de união do cp.....49
- Tabela 5.7- Percentual de cp (%) do SB e do XP distribuídos de acordo com o padrão de fratura, assim como cp que fraturaram precocemente.....51
- Tabela 5.8- Média e desvio padrão (MPa) da RU obtida segundo a condição experimental (*)......53

LISTA DE ABREVIATURA E SIGLAS

ANOVA	Análise de variância
cp	corpo de prova e/ou corpos de prova
MIC	microcisalhamento
MIT	microtração
mm	milímetro
MPa	megaPascal
mW/cm ²	miliWatt por centímetro quadrado
RU	resistência de união
SB	Adper Single Bond 2
XP	XP Bond

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	18
2 REVISÃO DA LITERATURA	20
2.1 ESTUDOS CLÍNICOS X LABORATORIAIS	20
2.2 TESTES DE RESISTÊNCIA DE UNIÃO (RU).....	22
2.2.1 Introdução dos “micro” testes	23
2.2.1.1 Teste de MIT	23
2.2.1.2 Teste de “Micro”cisalhamento (MIC)	26
3 PROPOSIÇÃO	30
4 MATERIAL E MÉTODOS	31
4.1 OBTENÇÃO DAS FATIAS DE DENTINA.....	33
4.2 PROCEDIMENTO ADESIVO/RESTAURADOR.....	33
4.3 EXPERIMENTOS DE MIC	35
4.3.1 Experimento 1: Momento de fotoativação - Adesivo	35
4.3.2 Experimento 2:Tempo de armazenagem	38
4.3.3. Experimento 3: Influência da área de secção transversal dos cp	38
4.3.4 Experimento 4: Influência do momento de fotoativação da resina / remoção da cânula	39
4.4 PADRÃO DE FRATURA	41
4.5 ANÁLISE ESTATÍSTICA	42
5 RESULTADOS	43
5.1 EXPERIMENTO 1	43
5.2 EXPERIMENTO 2	46
5.3 EXPERIMENTO 3	47
5.4 EXPERIMENTO 4	49
6 DISCUSSÃO	54
7 CONCLUSÕES	62
REFERÊNCIAS	63

1 INTRODUÇÃO

Há muito que a doença cárie causa ao ser humano sério comprometimento da saúde e transtornos como perda da função, da estética, envolvendo queda da autoestima e, muita dor. Nos primórdios, buscava-se eliminar a dor por meio da extração do elemento dental, uma fase radical e mutiladora. Posteriormente, foram se desenvolvendo técnicas e instrumentos que permitiam a manutenção do elemento dental, à custa de grande perda da estrutura sadia para obedecer ao “princípio da retenção”. Apesar de profissionais pesquisadores nos idos de 1900 já visualizarem que apenas a ação cirúrgico-restauradora não seria capaz de erradicar a doença, o caráter filosófico dessa fase ainda não foi totalmente esquecido e, muitos dentistas continuam sendo formados voltados apenas à ação profissional, num determinado momento, num dado elemento.

No entanto, a máxima conservação da estrutura sadia do elemento dental tornou-se viável após a introdução do condicionamento ácido do esmalte, por Buonocore na década de 50 do século passado. A partir de então, o emprego de técnicas e material com base nos princípios adesivos modificou expressivamente os conceitos restauradores na Odontologia, chegando nos dias atuais às terapias mini-invasivas..

A crescente demanda por estética globalizada e maior longevidade dos procedimentos clínicos requer constante renovação, busca e inovação das indústrias. Assim, novos produtos ganham o mercado todos os anos, em especial para vencer um dos grandes e persistentes desafios: a adesão à dentina.

Essa corrida contra o relógio em busca do “ovo de Colombo” tem como contraponto o lançamento de produtos não testados por ensaios clínicos multicêntricos, randomizados e, de longa duração, o que muitas vezes leva ao fracasso quando usados pelos dentistas, trazendo danos à saúde da população e comprometendo a credibilidade da profissão. Ou seja, os estudos clínicos seriam fundamentais, se não fossem demorados, dispendiosos, de difícil controle de variáveis e eticamente complicados.

Desta maneira, ensaios mecânicos como de cisalhamento, tração ou flexão e suas variações são usados para avaliar a resistência de união ao dente. Os “micro”testes são mais versáteis do que os “macro”, pois com planejamento experimental balanceado se pode eliminar a dependência da amostra e reduzir a variabilidade. No entanto, ainda há desafios a considerar como a heterogeneidade do substrato, presença de fluido dentinário e simulação do ambiente bucal.

O teste de “micro”cisalhamento surgiu como opção ao de “micro”tração, uma vez que é de mais simples realização, também permite obter vários corpos de prova por dente sem os danos e tensões geradas nos seccionamentos seriados, e nos estudos de longevidade o contacto com o meio de armazenagem ocorre em distância muito curta. No entanto, a remoção do molde, ou cânula, pode concentrar esforços e causar falhas, o filme de adesivo presente além da cânula ou área mais espessa na região interna de mesma dependendo do momento da fotoativação, são aspectos de confundimento.

Sabe-se que os resultados entre estudos laboratoriais similares, realizados por vários centros e pesquisadores, apresentam variação média de 35%. Ainda não há consenso e padronização na Odontologia para os testes de resistência de união, pois os valores deverão ser consistentes para serem confiáveis. Mesmo assim, tais ensaios permanecem sendo úteis e necessários para o *screening* de novos produtos. Portanto, a análise de variáveis inerentes à metodologia do ensaio de “micro”cisalhamento em si nos parece muito pertinente no momento atual.

2 REVISÃO DA LITERATURA

2.1 ESTUDOS CLÍNICOS X LABORATORIAIS

O desenvolvimento e aplicação dos sistemas adesivos influenciaram sobremaneira a prática da Odontologia. O primeiro grande salto na era adesiva foi dado em 1955, a partir da proposta do condicionamento ácido em esmalte por Buonocore¹. No entanto, o desempenho clínico dos sistemas adesivos pode ser diferente dependendo do substrato em que são aplicados².

O esmalte, um tecido altamente mineralizado, de origem epitelial, é composto em peso por 97% de carbonato-hidroxiapatita, um mineral com estrutura cristalina, 2% de água, e 1% de substância orgânica de natureza protéica, além de carboidratos e lipídeos³.

Em contrapartida, a dentina menos mineralizada, de natureza conjuntiva e mais heterogênea que o esmalte. Compõe-se, em peso, basicamente de 20% de material orgânico, onde o colágeno tipo I corresponde a 85% e 10% de água. As fibrilas de colágeno funcionam como uma matriz que envolve os cristais de hidroxiapatita. Ela é formada por numerosos túbulos e canalículos em toda sua extensão, sendo esta característica que lhe confere permeabilidade e elasticidade, suportando assim o esmalte, que é mais friável³. Há que se considerar ainda, a questão da proximidade com a polpa, o fluxo do fluido tissular⁴, a área ocupada pelos túbulos dependendo da altura da parede pulpar ou axial do preparo cavitário, a presença dos prolongamentos dos odontoblastos, a presença de esclerose dentinária ou de processo de desmineralização⁵.

Diante dessas diferenças morfológicas entre os substratos, a adesão ao esmalte apresenta uma tendência de ser considerada mais efetiva^{2,6}, e à dentina ser bem mais complexa, constituindo-se em um grande desafio, por suas características intrínsecas e heterogêneas, associadas à presença da *smear layer*⁷.

Atualmente, os sistemas adesivos pertencem a um de dois grupos, que diferem na sua estratégia de ação no substrato⁸.

1) *etch&rinse* ou convencionais: sistemas adesivos que utilizam o condicionamento com ácido fosfórico (30 a 40%). Podem ser aplicados em três etapas (condicionamento ácido/ *primer*/ adesivo) ou, mais recentemente, em duas etapas (condicionamento ácido e *primer*/ adesivo)^{8,9}.

2) *self-etch* ou autocondicionantes: adesivos que não requerem etapa separada para o condicionamento ácido do substrato, pois a característica acídica dos componentes do *primer* desempenha função similar a do ácido fosfórico dos sistemas anteriores. Os sistemas adesivos autocondicionantes podem ser aplicados em duas etapas (ácido e *primer*/ adesivo), ou em apenas uma (ácido + *primer* + adesivo) também denominados *all-in-one*⁸⁻¹⁰.

Avanços rápidos e contínuos na tecnologia adesiva em esmalte e dentina têm desafiado os profissionais nos últimos anos¹¹. Com isso, a determinação do sucesso clínico dos sistemas adesivos tem sido primordial.

Os estudos *in vivo* ou clínicos são considerados a forma definitiva de avaliar o desempenho do material restaurador. Porém, o tempo necessário para sua execução e obtenção dos resultados, o elevado custo, os aspectos éticos envolvidos, os profissionais calibrados requeridos, a aderência dos sujeitos da pesquisa ao longo período de acompanhamento, são aspectos relevantes que terminam por tornar escassas as pesquisas clínicas. Já os testes laboratoriais são vantajosos, pois são mais fáceis e rápidos de serem realizados, possibilitam melhor controle de variáveis, e ainda são relativamente mais baratos. Tais considerações fazem com que os fabricantes e, mesmo, os profissionais se baseiem nos ensaios laboratoriais para comparar novos produtos com os disponíveis no mercado^{2,8}.

Se por um lado, nos estudos clínicos a influência simultânea de variáveis inúmeras e de cada participante individualmente dificulta o isolamento do fator preponderante na ocorrência de determinada falha, por outro lado, é neste ambiente real e não padronizado que os produtos e as técnicas deverão mostrar sua performance final. No entanto, num primeiro momento, a realização de um estudo clínico resultaria num caos de confundimento para o pesquisador avaliar os

resultados obtidos. Por isso, na realidade o objetivo precípua dos ensaios laboratoriais deve ser a previsão do comportamento *in vivo*, onde o desempenho ruim *in vitro* não levasse ao bom desempenho clínico, mas ainda existe controvérsia na literatura relativa a esta correlação considerada ideal^{8,12-15}.

2.2 TESTES DE RESISTÊNCIA DE UNIÃO (RU)

Tradicionalmente para a realização de ensaios de RU um único corpo de prova (cp) é confeccionado sobre a superfície do dente a ser testada, o qual é carregado por tração ou cisalhamento até sua fratura ou falha. Atualmente, existe uma nova abordagem desses testes já introduzida na Odontologia, onde múltiplos corpos de prova (cp) de tamanho reduzido são confeccionados sobre uma mesma superfície a ser testada. A primeira referência de um “micro”teste de RU, o de microtração (MIT), data de 1970 e foi descrito por Okuno¹⁶.

Entretanto, ainda não existe um consenso na comunidade científica quanto ao uso e interpretação dos testes de RU, segundo alguns pesquisadores¹⁶ é preciso identificar importantes parâmetros do teste, e os editores de revista devem exigir relatórios detalhados de tais parâmetros para que as interpretações, críticas e considerações significativas possam ser alcançadas¹⁶. Essa não padronização metodológica dos testes é, sem dúvida, a principal dificuldade encontrada pelos pesquisadores e estudiosos quando tentam comparar resultados provenientes dos centros de pesquisa. A necessidade de padronizar métodos para ensaios, tópico amplamente aclamado, encontra poucos esforços realmente desenvolvidos para isso^{12,17}.

Em 1991, a *International Organization for Standardization* desenvolveu uma norma específica para os “macro” testes de adesão à estrutura dental com o objetivo de padronizá-los. Neste documento vários tipos de testes são descritos, como, por exemplo, o de microinfiltração e o de RU, dentre os testes de RU está o teste de tração e o de cisalhamento¹⁸. Além do delineamento do ensaio mecânico

propriamente dito descrito nesta norma, o preparo das amostras, a armazenagem dos cp, tratamento estatístico dos resultados, o nível de experiência do operador e até mesmo a correlação de resultados entre laboratórios devem ser considerados e padronizados¹⁹.

Sabe-se que os dados obtidos em estudos de RU assim como o modo de fratura dos cp dependem principalmente de fatores experimentais como, por exemplo, o tipo de resina empregada (híbrida, com alto módulo de elasticidade, ou *flow*, com baixo módulo de elasticidade)¹², a geometria e o tamanho do cp^{16,20}, as dimensões da área aderida²⁰, o tipo de carregamento^{16,21}, as falhas existentes no interior ou entre os materiais e o tamanho da amostra¹⁶. Alguns estudos apontam ainda outros fatores além dos já citados, que podem exercer influência marcante sobre os valores de RU, como por exemplo, o tipo e face do dente utilizada, tempo de armazenagem, meio de imersão, o preparo da superfície²² e até mesmo a espessura de dentina remanescente no cp¹⁷. No entanto, as forças exercidas clinicamente sobre as restaurações ou sobre o dente são de natureza complexas e nem tração ou cisalhamento simulam as forças intraorais. Quando uma resina composta unida a uma superfície plana é carregada em tração ou cisalhamento, a distribuição na interface de união é extremamente irregular^{2,22-24}.

2.2.1 Introdução dos “micro” testes

2.2.1.1 Teste de MIT

Dentre a grande variedade de estudos que avaliam a RU de sistemas adesivos ao substrato dental, os testes de tração e de cisalhamento já foram os mais utilizados. Com o evoluir dos sistemas adesivos, capazes de alcançar valores de RU muito superiores (acima de 20-25 MPa) àqueles de seus antecessores, os testes convencionais, comumente usados, passaram a apresentar alta incidência de

fraturas coesivas no substrato dentinário durante o ensaio^{16,25,26}. Segundo algumas pesquisas^{12,27}, esse fato está associado a distribuição não uniforme de tensões pela interface adesiva. Em 1994, pesquisadores na tentativa de minimizar esse inconveniente, introduziram o teste de MIT na Odontologia, onde o tamanho reduzido do espécime é a característica principal do teste²⁰.

No estudo pioneiro de MIT, nesta área do conhecimento, realizado em 1994²⁰, dentes foram restaurados e seccionados em diversas fatias, cuja espessura variava entre 0,5 mm e 3,0 mm. Essas fatias eram desgastadas na interface adesiva com auxílio de uma ponta de diamante, originando cp em formato de ampulheta, com áreas de união que variavam entre 0,5 x 0,5mm a 3,0 x 3,0mm.

Após essa pesquisa, alguns autores perceberam que a RU é dependente da área de adesão, estabelecendo-se uma relação inversa entre RU e a área aderida, ou seja, quanto menor a área, maiores serão os valores de resistência obtidos²⁸. Outro achado relevante encontrado foi a ocorrência de fraturas coesivas em cp com área de união maior que 7,17mm². Nos cp com áreas entre 2,31 e 7,17mm² as fraturas foram coesivas e adesivas. Entretanto, nos cp com área de união menor que 2,31mm² todas as fraturas foram adesivas. Segundo os pesquisadores, o efeito da presença de defeitos e/ou concentradores de estresse na interface ou no substrato pode ser o responsável por tais fenômenos²⁸.

De acordo com a teoria de Griffith, quando o material dito frágil é submetido à determinada tensão, a resistência à tração se mostra diminuída, conforme o tamanho do espécime é aumentado. Esse fenômeno ocorre devido à distribuição dos defeitos no material, uma vez que cp ou amostras de maior tamanho tendem a conter mais defeitos e, com isso há maior concentração de tensão, quando comparados aos menores. Desta maneira, durante o carregamento do cp a concentração de tensão nesses defeitos inicia a formação e propagação de trincas, resultando na ruptura sob baixos valores de carga. Apesar da teoria de Griffith ter sido idealizada para material frágil, ela pode ser aplicada nos testes de adesão, reforçando a relação inversa encontrada no estudo de 1994²⁰.

A partir de tal estudo²⁰, considerado um marco, algumas pesquisas comparativas, da RU de sistemas adesivos ao substrato dentinário, foram realizadas

por meio de MIT, tração e cisalhamento convencionais. Comparações surgidas entre os três ensaios em substrato dentinário, verificaram que todos os testes ranquearam os adesivos na mesma ordem e, somente para o teste de MIT não foram encontradas diferenças estatisticamente significantes entre três sistemas adesivos testados²⁹. No mesmo ano desse estudo, pesquisadores avaliaram a RU de cinco sistemas adesivos em substrato dentinário, comprovando a superioridade dos valores obtidos em MIT sobre os do cisalhamento³⁰.

Apesar do teste de MIT ter sofrido inúmeras modificações^{26,31,32} desde sua introdução ainda existem diversos fatores que podem influenciar nos resultados obtidos e que ainda não foram estudados¹⁶. Segundo um estudo de 2010¹⁶, após uma revisão empregando as informações contidas no PUBMED, entre os meses de Janeiro a Julho de 2009, com a palavra-chave *microtensile*, somente 10%, dos mais de 90 trabalhos indexados, descreve em detalhes a metodologia utilizada, ou seja, tipo de garra usada na fixação do cp, o método de fixação do cp, as propriedades mecânicas do adesivo. E sabe-se que diferentes resultados podem ser obtidos com qualquer mudança em uma dessas variáveis do teste.

Na tentativa de padronizar o teste de MIT, o efeito de alguns parâmetros metodológicos foram analisados^{17,33-35}, como^{33,34} a influência de diferentes velocidades do corte dos espécimes, e do tempo de armazenagem nos valores de RU. Concluíram que somente a velocidade de corte e o tempo de armazenagem podem afetar os valores de RU³⁴. Outros pesquisadores³⁵ afirmam ainda que a velocidade de corte afeta os valores de RU e também a integridade do cp, tornando-se um importante fator a ser considerado, principalmente quando o substrato utilizado para a confecção do cp for esmalte.

Outros seis parâmetros metodológicos do teste de MIT também foram analisados¹⁷ em substrato dentinário, sendo eles: modo de fixação e geometria do cp, a superfície do cp que é fixada no dispositivo, a espessura de dentina remanescente do cp, o procedimento empregado para fixar o cp no dispositivo, e a velocidade de corte para obtenção do cp. Os autores concluíram que apenas o fator velocidade de corte não influenciou nos valores de RU, os demais parâmetros, influenciaram significativamente os resultados no teste de MIT, sugerindo então que

maior atenção deve ser dada para tais parâmetros no que diz respeito à confiabilidade e reprodutibilidade do teste.

2.1.2.2 Teste de “Micro”cisalhamento (MIC)

Com o surgimento do teste de MIT muitos “micro” testes têm sido executados, principalmente utilizando métodos de tracionamento⁸. Uma modificação deste método é o teste de MIC, idealizado por pesquisadores 1999³⁶.

Por um lado, esse teste vem sendo considerado mais vantajoso para estudos de RU, especialmente em esmalte, quando comparado ao MIT³⁷. As principais vantagens do MIC seriam: 1) facilidade de preparo dos cp; 2) área de adesão delimitada pelo uso de um tubo de diâmetro conhecido³⁷; 3) tensões geradas mais próximas da realidade clínica²⁹; 4) redução da ocorrência de fraturas coesivas em esmalte, devido à fragilidade inerente ao substrato, que não absorveria parte das tensões geradas durante a obtenção dos cp para MIT, quando do secionamento nos eixos “x” e “y”. Mas ainda há poucos estudos com o método³⁷⁻⁴¹.

Ao contrário da quantidade de estudos, que se pode encontrar na literatura, que avaliaram a influência de parâmetros do teste de MIT nos valores de RU^{17,33-35}, para o teste de MIC poucos estudos avaliaram a influência de variáveis sobre a RU^{36,37}. Os que foram realizados, o foram principalmente pela simplicidade na técnica⁴¹. Dentre os recentemente realizados, apenas 7% utilizaram o método para medir a RU de sistemas adesivos ao substrato dental⁴².

Um estudo que empregou os ensaios de MIT e MIC para avaliar o efeito de resinas compostas e de sistemas adesivos sobre os valores médios da resistência de união, em esmalte, observou correlação positiva entre ambos os testes. (em fase de publicação)*.

Conforme descrita pela primeira vez, a metodologia do teste de MIC consiste, basicamente, na obtenção de uma superfície plana de substrato dental, a

* Andrade AM, Moura SK, Reis A, Loguercio AD, Garcia EJ, Grande RHM. Evaluating resin-enamel bonds by microshear and microtensile bond strength tests: effects of composite resin. Aceito para publicação - Journal Applied of Oral Science.

qual recebe um tratamento adesivo. O adesivo é fotoativado e tubos de polietileno, com aproximadamente 0,7mm de diâmetro interno e 0,4mm de altura, são posicionados sobre o substrato dental e preenchidos com uma resina de baixa viscosidade, que é, em seguida, fotoativada. Subsequentemente, os tubos de polietileno são removidos e os cp armazenados a 37°C por 24h³⁶.

Para a realização do teste mecânico de MIC propriamente dito, conforme modelo proposto em 1999³⁶, os cp são posicionados em um dispositivo da máquina para ensaio, de forma alinhada em relação à célula de carga. Um fio para amarrilho ortodôntico, de aproximadamente 0,20mm de espessura, é passado ao redor do cp, o mais próximo possível da interface adesiva, e em seguida é tracionado a uma velocidade 0,5mm/min (figura 2.1).

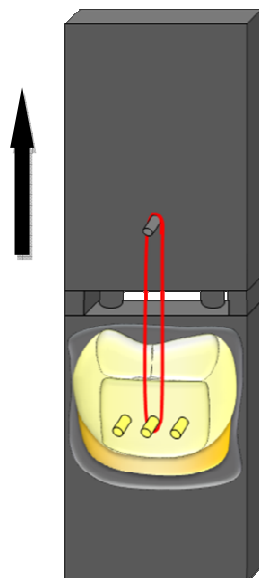


Figura 2.1- Desenho esquemático garra Shimada

Entretanto, outros testes de MIC têm utilizado como dispositivo para aplicar a força no cp uma lâmina ao invés do fio ortodôntico³⁷. Estudiosos compararam a RU de quatro sistemas adesivos aplicados em esmalte, por meio de ambos os métodos, fio ortodôntico e lâmina, e concluíram que os resultados do ensaio de RU por MIC

podem ser significativamente afetados pelo dispositivo utilizado para aplicar a força no cp³⁷.

Especificamente nos estudos de MIC que utilizaram tubos de polietileno para obtenção dos cp, observa-se uma discrepância na literatura no que diz respeito ao momento de fotoativação do sistema adesivo, se antes ou após o posicionamento desses tubos no substrato dental^{36,43,44}. Num estudo em que o sistema adesivo foi aplicado sobre a superfície de esmalte, fotoativado, e em seguida tubos de polietileno foram posicionados, preenchidos com resina composta e esta foi fotoativada o valor de RU para o sistema adesivo Clearfil SE foi de 37,9 MPa⁴³. Enquanto, para estudos que fotoativaram o mesmo sistema adesivo após o posicionamento dos tubos de polietileno sobre o esmalte, os valores de RU foram de 47,6 MPa⁴⁴ e 42,9 MPa⁴⁵.

Essa falta de consenso na metodologia do teste de MIC é a provável responsável pela discrepância de valores de RU encontrada para um mesmo material entre diferentes estudos, e dificilmente os pesquisadores chegarão a um acordo. Ainda para o sistema adesivo Clearfil SE, por exemplo, observam-se na literatura diferentes valores de RU até mesmo entre estudos de um mesmo centro de pesquisa⁴³⁻⁴⁶.

Outra discrepância encontrada nos estudos de MIC diz respeito ao tipo de resina empregada para preencher o tubo na confecção dos cp. Nesta etapa metodológica alguns autores utilizam resina tipo *flow*⁴⁷⁻⁴⁹ pela facilidade que esta resina pode apresentar na etapa de preenchimento dos tubos, enquanto outros utilizam compósitos microhíbridos⁵⁰⁻⁵². Entretanto, no estudo preliminar^{**} citado anteriormente, onde foi avaliado o efeito de resinas (*flow* e microhíbrida) e adesivos nos valores médios de RU em esmalte, o tipo de resina foi o único fator diferencial e significativo nos valores de RU observados, tendo a microhíbrida apresentado os valores mais elevados.

Ao contrário da quantidade de estudos, que se pode encontrar na literatura, que avaliaram a influência de parâmetros do teste de MIT nos valores de RU^{17,33-35},

^{**} Andrade AM, Moura SK, Reis A, Loguercio AD, Garcia EJ, Grande RHM. Evaluating resin-enamel bonds by microshear and microtensile bond strength tests: effects of composite resin. Aceito para publicação - Journal Applied of Oral Science.

para o teste de MIC poucos estudos avaliaram a influência de variáveis sobre a RU^{36,37}. Apesar da preocupação de pesquisadores em padronizar as etapas metodológicas do teste de MIC, algumas ainda não foram estudadas. Dependendo do quão influente os parâmetros metodológicos do teste de MIC possam ser sobre os resultados, a mensuração da RU pode ter representatividade variável. Conseqüentemente, tal fato pode ser uma possível causa para as discrepâncias encontradas entre os achados de diferentes estudos. Assim, alguns parâmetros foram selecionados com intuito de serem estudados nesta pesquisa.

3 PROPOSIÇÃO

Verificar a influência das seguintes variáveis metodológicas no valor da resistência de união de dois sistemas adesivos aplicados em dentina, e no padrão de fratura, por ensaio de “micro”cisalhamento:

1. Momento de fotoativação do sistema adesivo;
2. Tempo de armazenagem do corpo de prova;
3. Área de secção transversal do corpo de prova;
4. Momento de fotoativação da resina / remoção da cânula para o ensaio.

4 MATERIAL E MÉTODOS

A pesquisa realizada e aqui apresentada foi aprovada pelo Comitê de Ética em Pesquisa da Faculdade de Odontologia da Universidade de São Paulo, sob o protocolo de número 193/06 (Anexo A). Os terceiros molares humanos foram doados pelo Banco de Dentes Humanos Permanentes da FOUSP.

O delineamento da pesquisa, apresentado no (quadro 4.1), mostra os quatro experimentos reunidos, onde foram empregados: dois momentos de fotoativação (antes e depois da colocação da cânula) dos sistemas adesivos (Adper Single Bond 2[SB] e XP Bond [XP]); quatro tempos de armazenagem antes de realizar o ensaio mecânico (10min, 24h, 48h, 7 dias); quatro áreas de seção transversal ($1=0,44\text{mm}^2$; $2=0,82\text{mm}^2$; $3=1,98\text{mm}^2$; $4=4,44\text{mm}^2$); momentos de fotoativação da resina (prévio ao posicionamento da cânula na dentina; após posicionar cânula na dentina) e de remoção da cânula (removida antes da união à dentina; removida após armazenagem; não removida).

Cabe lembrar que nas diferentes situações os ensaios mecânicos foram acompanhados por análises em microscopia eletrônica de varredura (MEV) para identificação dos modos de fratura.

Experimento 1	Experimento 2	Experimento 3	Experimento 4
Momento de Fotoativação - Adesivo	Tempo de Armazenagem	Área de Seção Transversal	Momento de Fotoativação Resina/ Remoção da cânula
Fan / SB	T 1 / SB	Ar 1 / SB	P / RcAn / SB
Fap / SB	T 2 / SB	Ar 2 / SB	P / 24 / SB
Fan / XP	T 3 / SB	Ar 3 / SB	Ap / 24 / SB
Fap / XP	T 4 / SB	Ar 4 / SB	P / N / SB
	T 1 / XP	Ar 1 / XP	Ap / N / SB
	T 2 / XP	Ar 2 / XP	P / RcAn / XP
	T 3 / XP	Ar 3 / XP	P / 24 / XP
	T 4 / XP	Ar 4 / XP	Ap / 24 / XP
			P / N / XP
			Ap / N / XP

SB = Adper Single Bond 2; XP = XP Bond

Fan = fotoativação antes de posicionar a cânula; Fap = fotoativação após posicionar a cânula

T = tempo de armazenagem: 1= 10 minutos; 2= 24 horas; 3= 48 horas; 4= 7 dias

Ar = área de seção transversal: 1= 0,44mm²; 2= 0,82mm²; 3= 1,98mm²; 4= 4,44mm².

P = fotoativação da resina prévia ao posicionamento da cânula na dentina

Ap = fotoativação da resina após posicionar cânula na dentina

RcAn = remoção da cânula antes da união à dentina; N= não remoção da cânula para ensaio

24 = após 24h de armazenagem

Quadro 4.1- Delineamento Experimental

4.1 OBTENÇÃO DAS FATIAS DE DENTINA

Os dentes foram imersos em cloramina 0,5% e armazenados a 4°C por 7 dias⁵³. Após a remoção de debris com auxílio de curetas periodontais, eles permaneceram armazenados em água deionizada a 4°C até o início dos experimentos, quando foi realizada profilaxia com suspensão aquosa de pedrapomes e lavagem abundante em água corrente.

Para remover o terço oclusal do esmalte, sob refrigeração, expondo superfície plana de dentina, cada dente foi fixado com cera pegajosa (Asfer, São Caetano do Sul, SP, Brasil) em tubo de PVC previamente preenchido com resina acrílica quimicamente ativada (JET Clássico[®], São Paulo, SP, Brasil). Após a fixação, o conjunto era acoplado à máquina de corte (Isomet, Buehler, Lake Bluff, IL, USA) de maneira que o longo eixo do dente estivesse perpendicularmente disposto ao disco de diamante (Diamond Wafering Blade Series 15HC, Lake Bluff, IL, USA) para o primeiro corte. Em seguida, um novo corte paralelo ao primeiro era realizado na região cervical da coroa, obtendo-se discos de dentina com aproximadamente 1,5 mm de espessura.

As superfícies de dentina da porção mais externa foram então examinadas em esteromicroscópio (Olympus SZ61, Shinjuku, TYO, Japan) com 20X de aumento para assegurar a ausência de esmalte remanescente. Essas superfícies foram então planificadas com lixas d'água de carbetto de silício de granulação #600 por 60 segundos de modo a padronizar a camada de esfregaço.

4.2 PROCEDIMENTO ADESIVO/RESTAURADOR

Para a realização desta etapa dois sistemas adesivos de condicionamento ácido total Adper Single Bond 2 (3M ESPE, St. Paul, MN, USA) e XP Bond (Dentsply DeTrey GmbH, Konstanz, BW, Germany), bem como uma resina microhíbrida Filtek

Z250 (3M ESPE, St. Paul, MN, USA) foram selecionados para os experimentos abaixo descritos (quadro 4.2).

O material foi sempre manipulado por um único operador e de acordo com as orientações dos fabricantes. A etapa de fotoativação foi realizada pelo tempo recomendado por cada fabricante, empregando aparelho Optilux 500 (Kerr Corp, Orange, CA, USA), com intensidade luminosa de 600 mW/cm².

Material e lote	Composição	Modo de aplicação
Scotchbond 5ET	35% ácido fosfórico	a
Adper Single Bond 2 7MR	Adesivo – Bis-GMA, HEMA, dimetacrilatos, ácido polialcenóico, iniciadores, água e etanol	a, b, b', c
XP Bond 0710004024	Resina TCB, PENTA, UDMA, TEGDMA, HEMA, estabilizadores, etil 4-dimetilaminobenzoato, canforoquinona, sílica amorfa funcionalizada, t-butanol	a, b, b', b'', c
Filtek Z250 7WN	Bis-GMA, UDMA e Bis-EMA. Conteúdo adicional: estabilizadores, catalisadores e pigmentos. Carga: ~83% em peso; tamanho da partícula (\emptyset médio: 0,6[0,01-3,5] μ m)	d

Bis-GMA: bisfenol-glicidil metacrilato; HEMA: 2- hidroxí etil metacrilato; UDMA: uretano dimetacrilato; TEGDMA: Trietilenoglicol dimetacrilato; Bis-EMA: Bisfeno-etoxi metacrilato polietilenoglicol diéterdimetacrilato;

a – aplicação por 15s + lavagem por 30s; **b** - aplicação do sistema adesivo; **b'**-secagem por 5s ; **b''** - repouso por 20s; **c** - fotoativação (10s/600mW/cm²); **d** - fotoativação (40s/600mW/cm²)

Quadro 4.2- Informações dos fabricantes sobre o material utilizado nos procedimento adesivo-restaurador e modo de aplicação

4.3 EXPERIMENTOS DE MIC

4.3.1 Experimento 1: Momento de fotoativação - Adesivo

Vinte discos de dentina foram aleatoriamente selecionados e divididos em quatro grupos experimentais de acordo com o momento de fotoativação dos sistemas adesivos, antes ou após a colocação das cânulas de polietileno.

Cânulas de polietileno com 0,76mm de diâmetro interno (54-HL /Tygon[®] Medical Tubing Saint Gobain, Akron, OH, USA), a serem utilizadas como “moldes” para confecção de cp cilíndricos, com altura de 1mm, foram obtidos conforme mostra a figura 4.1.

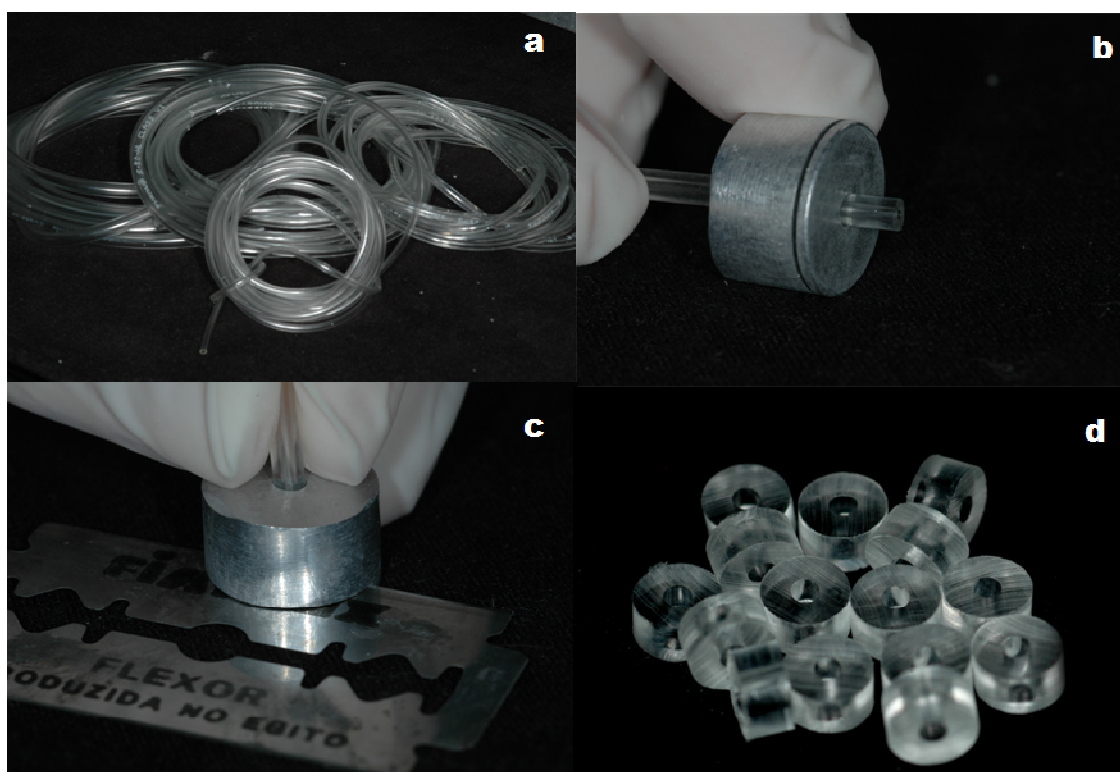


Figura 4. 1 -a) cânula de polietileno; b) dispositivo de corte para obtenção dos “moldes” com 1 mm de altura; c) corte do tubo com auxílio de lâmina de barbear; d) “moldes” para confecção dos corpos de prova

- Grupo Fan/SB: na superfície de dentina previamente condicionada foi aplicado e fotoativado o adesivo SB; as cânulas foram posicionadas e preenchidas com a resina. Todos os cp foram recobertos com tira de poliéster sob leve pressão de uma lamínula de vidro, e os conjuntos fotoativados (figura 4.2).

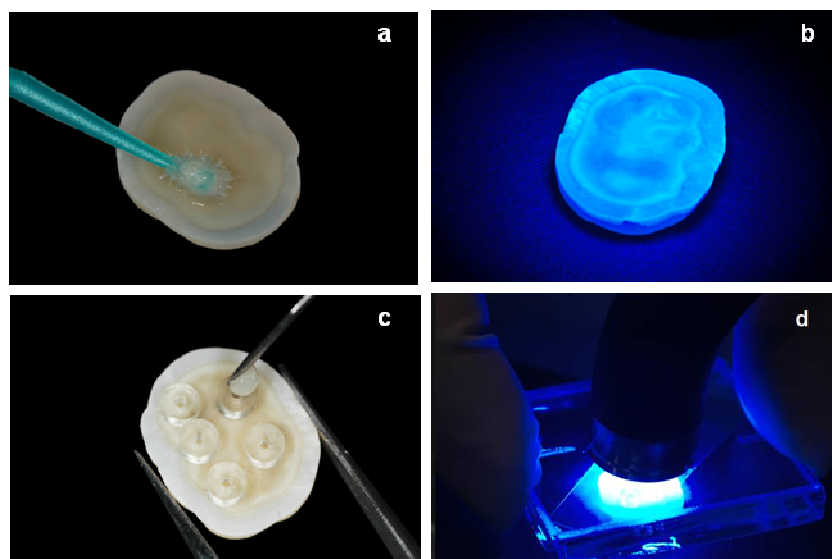


Figura 4.2- Sequência de obtenção dos cp: a) aplicação do sistema adesivo; b) fotoativação do sistema adesivo; c) posicionamento das cânulas e preenchimento com resina composta; d) fotoativação da resina composta

- Grupo Fap/SB: na superfície de dentina previamente condicionada foi aplicado o sistema adesivo SB; as cânulas foram posicionadas e houve a fotoativação. Os demais passos seguiram os descritos para o Grupo Fan/SB.
- Grupo Fan/XP: mesmos procedimentos descritos para o Grupo Fan/SB, com o adesivo XP.
- Grupo Fap/XP: mesmos procedimentos descritos para o Grupo Fap/SB 2, com o adesivo XP.

Em seguida às 24 horas de armazenamento em água deionizada a 37°C, as cânulas foram removidas com auxílio de uma lâmina de bisturi número 11,

originando cp em formato de cilindro com área de seção transversal de $0,44\text{mm}^2$. Cada fatia de dentina comportava de quatro a seis cp, os quais foram analisados em estereomicroscópio (10x) para descartar os que apresentassem bolhas. Em seguida, eles foram identificados por cor com objetivo de facilitar a identificação na análise em MEV (figura 4.3).

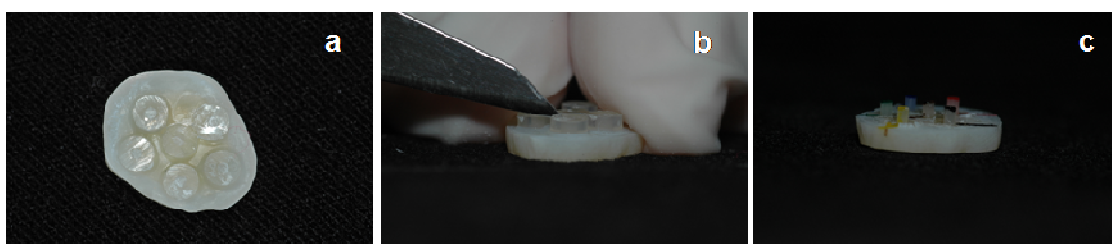


Figura 4.3- a) disco de dentina com os cp após 24h de armazenagem; b) remoção das cânulas com lâmina de bisturi; c) cp identificados por cor

Para a realização do MIC cada disco de dentina com os cp foi fixado com cera pegajosa a um tubo de PVC, previamente preenchido com resina acrílica quimicamente ativada (JET Clássico[®], São Paulo, SP, Brasil). O conjunto foi acoplado no dispositivo da *Bisco Shear Bond Tester* (Bisco Inc, Schaumburg, IL, USA) e cada cp ensaiado a 1mm/min (figura 4.4). O valor da carga de ruptura em Newton foi dividido pela área de união e forneceu dados em MPa. Cada disco de dentina e os cp foram armazenados e catalogados para posterior análise do padrão de fratura em MEV.

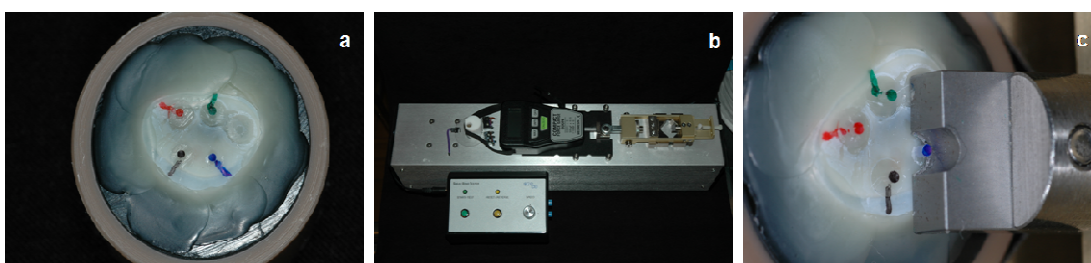


Figura 4.4- a) Disco de dentina contendo cp fixado com cera pegajosa no tubo de PVC; b) posicionamento do conjunto no dispositivo da máquina para MIC; c) ensaio dos cp.

4.3.2 Experimento 2: Tempo de armazenagem

Nesse experimento, quarenta discos de dentina foram aleatoriamente selecionados e divididos em oito grupos experimentais de acordo com o sistema adesivo aplicado (SB ou XP) e com os tempos de armazenagem de 10 min, 24h, 48h e 7 dias.

Baseado em resultados preliminares do experimento 1, as etapas de preparo do substrato dentinário, aplicação dos sistemas adesivos, assim como a etapa de confecção dos cp cilíndricos foram semelhantes às já descritas nos grupos Fan/SB e Fan/XP Experimento 1, ou seja, a fotoativação do sistema adesivo foi realizada antes do posicionamento das cânulas.

Após os períodos de armazenagem de 10min, 24h, 48h e 7 dias em água deionizada a 37°C, o ensaio mecânico de MIC foi realizado de maneira semelhante à descrita para o Experimento 1.

4.3.3. Experimento 3: Influência da área de secção transversal dos cp

Para este experimento quarenta discos de dentina foram aleatoriamente selecionados e divididos em oito grupos experimentais de acordo com o sistema adesivo aplicado (SB ou XP) e com as áreas de secção transversal de: 0,44mm², 0,82mm², 1,98mm² e 4,44mm².

As etapas de preparo do substrato dentinário e aplicação dos sistemas adesivos foram semelhantes às já descritas nos grupos FAn/SB e FAn/XP do Experimento 1. Entretanto, para a etapa de confecção dos cp, cânulas (TYGON® Medical Tubing Formulations 54-HL, Saint Gobain Performance Plastics, Akron, OH, USA) de três diâmetros internos (1,02mm, 2,38mm e 1,59mm) (figura 4.5) foram

selecionadas para dar origem a cp com tamanhos de área de secção transversal, respectivamente de: $0,82\text{mm}^2$, $1,98\text{mm}^2$ e $4,44\text{mm}^2$.

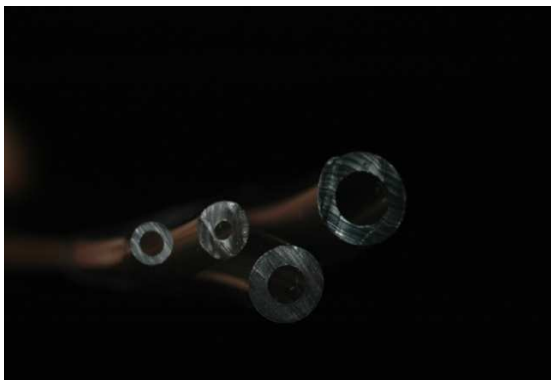


Figura 4.5- Cênulas de diferentes diâmetros

Todos os cp foram armazenados em água deionizada a 37°C por 24h e as etapas seguintes foram similares as descritas para o Experimento 1.

4.3.4 Experimento 4: Influência do momento de fotoativação da resina / remoção da cênula

Para este experimento foram utilizados cinquenta discos de dentina selecionados aleatoriamente e divididos em dez grupos experimentais de acordo com o sistema adesivo aplicado (SB ou XP), com o momento de fotoativação da resina composta / remoção da cênula.

Após a etapa de condicionamento com ácido fosfórico, os dois sistemas adesivos (SB ou XP) foram aplicados na superfície de dentina, de acordo com a condição experimental do grupo (quadro 4.1), ou seja, para o:

- Grupos P/RcAn/SB e P/RcAn/XP: sobre uma placa de vidro, cânulas com diâmetro interno e altura de aproximadamente 0,7mm e 1mm, foram preenchidas com a resina composta Filtek Z250, recobertas com tira de poliéster, levemente pressionadas por uma lamínula de vidro, e a resina foi fotoativada. As cânulas foram retiradas das cânulas com auxílio de uma sonda exploradora, originando cp em formato de cilindros, os quais foram posicionados sobre a dentina tratada por um dos sistemas adesivos, e em seguida realizada a fotoativação.
- Grupos P/24/SB e P/24/XP: o preenchimento das cânulas e fotoativação da resina composta foram realizados (vide descrição anterior). O conjunto foi posicionado sobre a dentina tratada por um dos sistemas adesivos, e em seguida realizada a fotoativação. Após 24h de armazenagem as cânulas foram removidas, conforme já descrito, para realização do ensaio mecânico.
- Grupos Ap/24/SB e Ap/24/XP: as etapas de aplicação, fotoativação dos sistemas adesivos e confecção dos cp foram realizadas como para os grupos Fan/SB e Fan/XP do Experimento 1. Após 24h de armazenagem as cânulas foram removidas para realização do ensaio mecânico.
- Grupos P/N/SB e P/N/XP: a confecção dos cp seguiu aquela para os grupos P/24/SB e P/24/XP, com exceção da remoção da cânula, a qual após 24h de armazenagem, não foi removida para realização do ensaio mecânico.
- Grupos Ap/N/SB e Ap/N/XP: a confecção dos cp foi realizada da mesma maneira descrita para os grupos Ap/24/SB e Ap/24/XP, entretanto as cânulas não foram removidas para realização do ensaio mecânico.

Sistema Adesivo	Momento de Fotoativação da Resina	Remoção cânula
SB	Previa (P)	Antes união à dentina (P/RcAn)
	Previa (P)	Armaz 24h (24)
	Após (Ap)	
	Previa (P)	Não remove (N)
Após (Ap)		
XP	Previa (P)	Antes união à dentina (P/RcAn)
	Previa (P)	Armaz 24h (24)
	Após (Ap)	
	Previa (P)	Não remove (N)
Após (Ap)		

Quadro 4.3- Resumo dos grupos do Experimento 4

As etapas seguintes, para o ensaio de MIC, foram realizadas de maneira semelhante à descrita no Experimento 1 para todos os grupos do Experimento 4.

4.4 PADRÃO DE FRATURA

Para análise do padrão de fratura da interface, três dos cinco discos de dentina de cada grupo de todos os experimentos, juntamente com os cilindros fraturados foram aleatoriamente selecionados. Os modos de fratura foram observados com 110X de aumento, e classificados em: coesivo (fratura em dentina/resina, exclusivamente), adesivo (separação da interface resina/dentina) e misto (presença de dentina e/ou resina adjacentes à interface, respectivamente).

As amostras foram fixadas em *stubs* de alumínio com cola à base de cianocrilato e recobertas com grafite (MED020 Bal-Tec, Balzers, Liechtenstein). As imagens das superfícies fraturadas foram obtidas em microscópio eletrônico de varredura (Stereoscan 440, LEO, Cambridge, UK).

4.5 ANÁLISE ESTATÍSTICA

Para cada experimento foi feita uma análise de variância dos dados de RU obtidos e uma análise qualitativa do modo de fratura. Os valores médios de RU/dente foram tratados por métodos de ANOVA para medidas repetidas, sendo considerada a dependência dos valores individuais obtidos em cada unidade experimental (dente)⁵⁴.

5 RESULTADOS

Para a análise da RU por ensaio de MIC foram empregadas 5 unidades experimentais por condição. Para fins de tratamento estatístico dos dados foi empregada a média dos valores obtidos dos cp em cada unidade (fatia de dentina ou dente)⁵⁵ com e sem a inclusão dos cp perdidos no cálculo da média. No caso da inclusão, foi anotado o número de cp perdidos durante o preparo e/ou teste e, a cada um foi imputado valor igual a “zero”.

As análises prévias realizadas para cada Experimento (dados não demonstrados) indicaram normalidade e homocedasticidade dos dados. A análise estatística específica para cada Experimento está apresentada a seguir. No que diz respeito aos padrões de fratura, estes foram avaliados do ponto de vista qualitativo, e assim tratados e discutidos.

5.1 EXPERIMENTO 1

Os dados de RU com e sem a inclusão de cp perdidos foram submetidos à análise de variância de 2 fatores (adesivo vs. momento da fotoativação) e teste de *Tukey* para contraste entre médias ($\alpha= 0,05$). A tabela da análise de variância poderá ser visualizada no Anexo B. Para o padrão de fratura relativo a cada fator foram empregados o teste Exato de Fisher e o Qui-Quadrado ($\alpha= 0,05$).

Os resultados da análise de variância, tabela 5.1Tabela 5.1, indicam que com e sem a inclusão dos cp perdidos, os valores para os sistemas adesivos foram semelhantes ($p>0,05$), e apontam diferença significativa apenas para o momento de fotoativação ($p<0,05$). Verifica-se que o número de cp perdidos foi maior quando os adesivos foram ativados após posicionar a cânula no substrato dentinário.

Tabela 5.1- Valores médios \pm desvios padrões (MPa) de RU, por condição experimental, considerando o momento de fotoativação do adesivo, incluindo ou não os cp perdidos (cpP), e número total de cp (cpT)

Adesivo	cpP	Momento de Fotoativação do Adesivo			
		FAn ^(A)	cpP/cpT	FAp ^(B)	cpP/cpT
SB	Incluído	18,8 \pm 4,3	6/37	11,5 \pm 4,6	15/40
	Excluído	21,6 \pm 6,7		17,4 \pm 3,3	
XP	Incluído	21,2 \pm 4,1	1/30	10,2 \pm 4,3	8/26
	Excluído	21,9 \pm 3,1		14,8 \pm 7,3	

(*) letras diferentes indicam diferença significativa para o fator Momento de Fotoativação do Adesivo

Para o material houve maior número de cp perdidos para o adesivo SB (21 [27,3%]) em relação ao XP (9 [16,1%]). Quando se compara o momento de fotoativação, mais cp foram perdidos quando os adesivos foram ativados após o posicionamento da cânula (23 [34,8%]) do que quando os adesivos foram ativados antes (7 [10,4%]).

Tabela 5.2- Corpos de prova (%) distribuídos de acordo com o padrão de fratura, por condição experimental, considerando o momento de fotoativação do adesivo

Adesivo	Momento de Fotoativação do Adesivo	Padrão de fratura				cpP
		Adesiva	Mista	Coesiva		
				Resina	Dentina	
SB	FAn	21 (56,8)	10 (27,0)	0	0	6 (16,2)
	FAp	17 (42,5)	8 (20,0)	0	0	15 (37,5)
XP	FAn	17 (56,7)	12 (40,0)	0	0	1 (3,3)
	FAp	13 (50,0)	5 (19,2)	0	0	8 (30,8)

Os resultados do padrão de fratura estão demonstrados na tabela 5.2. Pode-se verificar que não foi observado padrão de fratura coesiva (resina ou dentina) em nenhuma condição, mas sim o padrão de fratura adesiva ou mista, com predominância do tipo adesivo. Exemplos dos padrões observados estão demonstrados na figura 5.1.

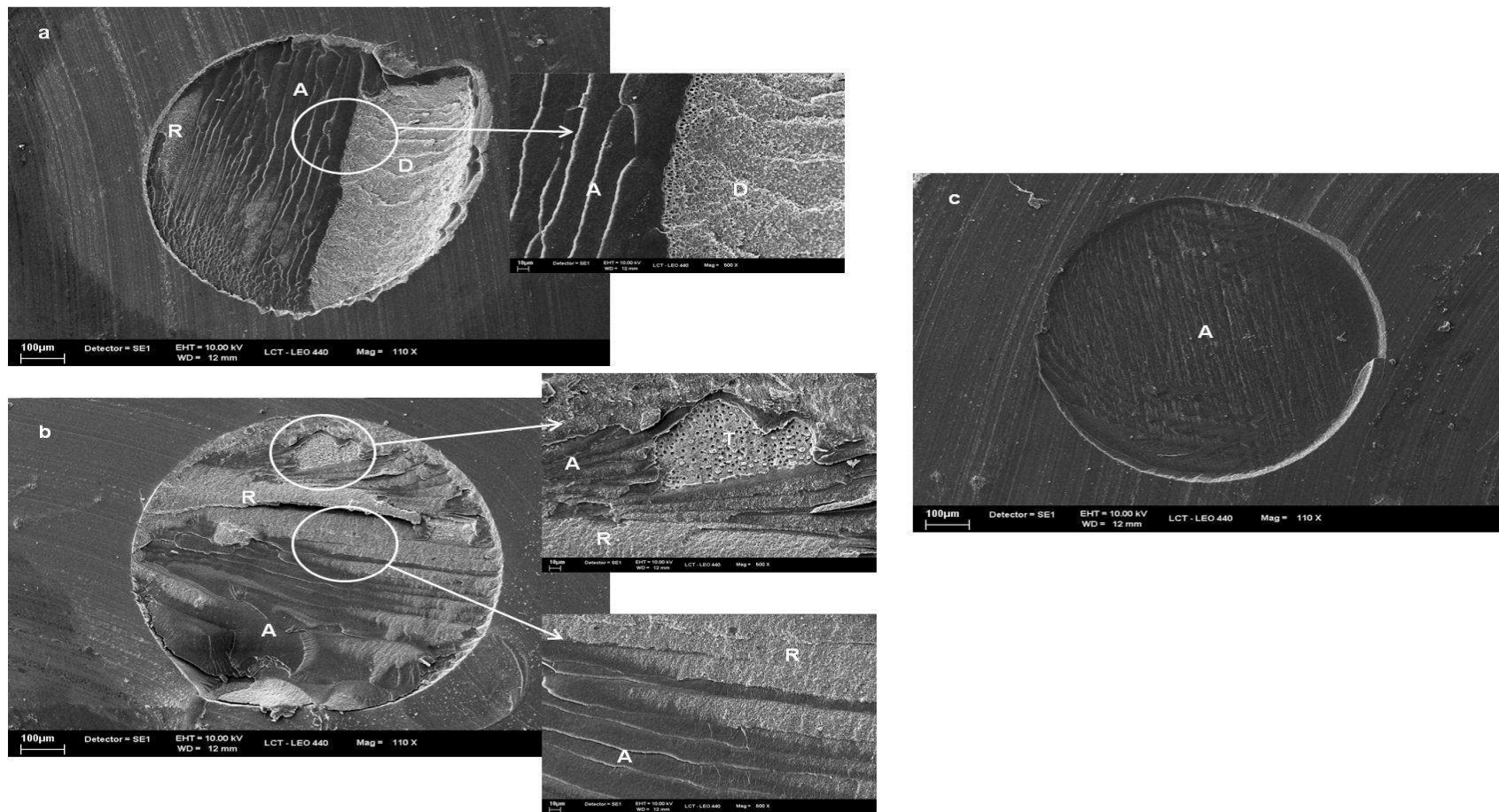


Figura 5.1- Microscopia Eletrônica de Varredura. Fotomicrografias a) e b) fratura do tipo mista e em c) fratura tipo adesiva. Legenda: A= adesivo; R= resina composta; D= dentina e T= tags

5.2 EXPERIMENTO 2

Os dados de RU com e sem a inclusão de cp perdidos foram submetidos à análise de variância de 2 fatores (adesivo vs. tempo de armazenagem) e teste de *Tukey* para contraste entre médias ($\alpha=0,05$). A tabela da análise de variância poderá ser visualizada no Anexo B. Para o padrão de fratura relativo a cada fator foram empregados o teste Exato de Fisher e o Qui-Quadrado ($\alpha=0,05$).

Os resultados do padrão de fratura estão demonstrados na tabela 5.3. Pode-se verificar que não foi observado padrão de fratura do tipo coesiva (resina ou dentina), sendo, em geral, o padrão de fratura adesiva ou mista. Exemplos dos padrões observados estão demonstrados na figura 5.1.

Tabela 5.3- Corpos de prova (%) distribuídos de acordo com o padrão de fratura, por condição experimental, considerando o tempo de armazenagem e cp perdidos

Sistema Adesivo	Tempo de Armazenagem	Padrão de Fratura				cpP
		Adesiva	Mista	Coesiva		
				Resina	Dentina	
SB	10min	22 (62,9)	11 (31,4)	0	0	2 (5,7)
	24h	23 (59,0)	11 (28,2)	0	0	5 (12,8)
	48h	25 (69,5)	8 (22,2)	0	0	3 (8,3)
	7 dias	8 (28,6)	18 (64,3)	0	0	2 (7,1)
XP	10min	13 (44,8)	15 (51,7)	0	0	1 (3,5)
	24h	19 (55,9)	13 (38,2)	0	0	2 (5,9)
	48h	14 (45,2)	16 (51,6)	0	0	1 (3,2)
	7 dias	21 (75,0)	3 (10,7)	0	0	4 (14,3)

Para o material observou-se maior número de cp perdidos para o sistema adesivo SB (12 [9,52%] em relação ao XP 8 [7,01%]). Houve maior número de cp perdidos para o adesivo SB quando armazenado por 10min, 24h e 48h (2 [5,7%]; 5 [12,8%]; 3 [8,3%], respectivamente) quando comparado ao adesivo XP (1 [3,5%]; 2 [5,9%]; 1 [3,2%]); entretanto, no período de 7 dias o

adesivo XP apresentou maior número de cp perdidos (4 [14,3%]) que o adesivo SB (2 [7,1%]).

Os resultados da análise de variância, tabela 5.4, não indicam diferença significativa nem para a interação e nem para os fatores principais ($p > 0,05$), com e sem a inclusão dos cp perdidos. Para o SB a maior média numérica para RU pode ser observada quando o tempo de armazenagem dos cp foi de 7 dias. Para o XP maiores valores foram encontrados nos tempos de 10min e 24h de armazenagem.

Tabela 5.4- Valores médios \pm desvios padrões (MPa) de RU quanto ao tempo de armazenagem por condição experimental, incluindo ou não os cp perdidos (*)

Sistema Adesivo	cpP	Tempo de Armazenagem			
		10min	24h	48h	7 dias
SB	Incluído	19,1 \pm 3,1	19,3 \pm 4,2	16,9 \pm 4,4	21,7 \pm 5,3
	Excluído	21,1 \pm 3,9	22,3 \pm 7,7	17,8 \pm 3,7	24,3 \pm 4,8
XP	Incluído	24,9 \pm 4,5	21,5 \pm 3,7	19,8 \pm 3,9	16,4 \pm 3,9
	Excluído	25,9 \pm 5,0	22,3 \pm 2,5	20,4 \pm 2,9	19,5 \pm 3,1

(*) Não houve diferença significativa para os fatores e interações.

5.3 EXPERIMENTO 3

Os dados de RU com e sem a inclusão de cp perdidos foram submetidos a uma análise de variância de 2 fatores (adesivo vs. área de secção transversal) e teste de *Tukey* para o contraste entre médias ($\alpha = 0,05$). A tabela da análise de variância poderá ser visualizada no Anexo B. Para o padrão de fratura os dados de cada fator também foram submetidos ao teste Exato de Fisher e Qui-quadrado, com um nível de significância de 0,05 (α).

Novamente o padrão de fratura predominante foi adesivo/misto (tabela 5.5). Exemplos dos padrões de fratura observados estão demonstrados na figura 5.1. Maior número de cp perdidos foi observado quando o sistema adesivo SB foi utilizado (6 [5,0%]), enquanto que para o sistema adesivo XP observou-se um menor número (3 [3,0%]). Levando-se em consideração a área de união, maior número de cp perdidos foi observado quando a área de união era de 0,44mm² e 4,44mm² e quando o sistema adesivo SB foi aplicado (4 [10,5%]; 2 [10,0%], respectivamente), ao passo que para o adesivo XP o número de cp perdidos foi menor para essas áreas (1 [2,9%]; 0 [0%], respectivamente). Quando a área de união do cp foi 0,82mm² maior número de cp perdidos foi observado para o adesivo XP (2 [6,7%]), enquanto que para o adesivo SB não houve perda de cp (0 [0%]). Para a área de união de 1,98mm² ambos os sistemas adesivos, SB e XP, não apresentaram perda no número de cp.

Tabela 5.5- Corpos de prova (%) distribuídos de acordo com o padrão de fratura, por condição experimental, considerando a área de secção transversal e cp perdidos

Sistema Adesivo	Área	Padrão de Fratura				cpP
		Adesiva	Mista	Coesiva		
				Resina	Dentina	
SB	0,44mm ²	25 (65,8)	9 (23,7)	0	0	4 (10,5)
	0,82mm ²	4 (12,5)	28 (87,5)	0	0	0 (0)
	1,98mm ²	10 (50,0)	10 (50,0)	0	0	0 (0)
	4,44mm ²	5 (25,0)	13 (65,0)	0	0	2 (10)
XP	0,44mm ²	20 (57,1)	14 (40,0)	0	0	1 (2,9)
	0,82mm ²	5 (16,6)	23 (76,7)	0	0	2 (6,7)
	1,98mm ²	5 (25,0)	15 (75,0)	0	0	0 (0)
	4,44mm ²	2 (14,3)	12 (85,7)	0	0	0 (0)

A análise de variância não demonstrou diferença significativa nem para a interação e nem para os fatores principais área e sistema adesivo ($p>0,05$). Os resultados de RU estão demonstrados na tabela 5.6. Maiores valores de RU podem ser observados quando os cp perdidos foram excluídos das médias.

Para o sistema adesivo SB a maior média de RU pode ser observada quando área de secção transversal do cp foi de 1,98mm² (27,7 MPa), para o adesivo XP maior média foi observada quando os cp tinha área de 4,44mm² (25,9 MPa).

Tabela 5.6- Média e desvio padrão (MPa) da RU obtida segundo a área de união do cp

Sistema Adesivo	cpP	Área de União (mm ²)			
		0,44	0,82	1,98	4,44
SB	Incluído	19,2 ± 2,9	24,7 ± 9,6	27,7 ± 3,3	17,1 ± 4,3
	Excluído	21,4 ± 2,4	24,7 ± 9,6	27,7 ± 3,3	17,1 ± 4,3
XP	Incluído	23,6 ± 3,5	22,2 ± 3,1	24,7 ± 4,7	25,9 ± 3,8
	Excluído	24,5 ± 1,5	23,6 ± 2,6	24,7 ± 4,7	25,9 ± 3,8

(*) Não houve diferença significativa para as condições testadas ($p > 0,05$).

5.4 EXPERIMENTO 4

Os dados do padrão de fratura de cada fator foram submetidos ao teste Exato de Fisher e Qui-quadrado, com um nível de significância de 0,05 (α). Os dados de RU com e sem a inclusão de cp perdidos foram submetidos a uma análise de variância de 2 fatores (adesivo vs. modo de preparo do cp) e teste de *Tukey* para o contraste entre médias ($\alpha = 0,05$).

O padrão de fratura predominante foi adesivo/misto tabela 5.7. Exemplos dos padrões de fratura observados estão demonstrados na Figura 5.1. Maior número de cp perdidos foi observado para o sistema adesivo XP (11 [7,85%]), e um menor número para o sistema adesivo SB (10 [7,81%]). Considerando o momento de fotoativação da resina/remoção da cânula, para ambos os adesivos, SB e XP, o maior número de cp perdidos foi observado

quando o cilindro de resina foi fotoativado fora da área de adesão e a cânula removida após armazenagem de 24h (6 [24%] para SB e para XP (8 [30,8%]). Para ambos os adesivos, nos grupos em que previamente a resina foi fotoativada / cânula removida (P/RcAn), e resina fotoativada após posicionada na área aderida e cânula não removida (Ap/N) não houve perda de cp.

Tabela 5.7- Percentual de cp (%) do SB e do XP distribuídos de acordo com o padrão de fratura, assim como cp que fraturaram precocemente

Sistema Adesivo	Momento de Fotoativação da Resina	Remoção cânula	Padrão de Fratura				cpP
			Adesiva	Mista	Coesiva Resina	Coesiva Dentina	
SB	Previa	Antes união à dentina	15 (50,0)	15 (50,0)	0	0	0 (0)
	Previa	Armaz 24h	14 (56,0)	5 (20,0)	0	0	6 (24,0)
	Após		24 (68,57)	7 (20,0)	0	0	4 (11,43)
	Previa	Não remove	22 (91,7)	2 (8,3)	0	0	0 (0)
	Após		20 (83,3)	4 (16,7)	0	0	0 (0)
	XP	Previa	Antes união à dentina	22 (73,3)	8 (26,7)	0	0
Previa		Armaz 24h	18 (69,2)	0	0	0	8 (30,8)
Após			17 (54,8)	13 (41,9)	0	0	1 (3,3)
Previa		Não remove	26 (92,9)	0	0	0	2 (7,1)
Após			22 (88,0)	3 (12,0)	0	0	0 (0)

A análise de variância demonstrou diferença significativa para a interação e para o fator momento de fotoativação/remoção da cânula ($p < 0,05$); tabela da análise de variância poderá ser visualizada no (Anexo B). Os resultados de RU estão demonstrados na tabela 5.8.

Houve diferença estatisticamente significativa, para a condição experimental resina composta fotoativada e remoção da cânula fora da área de união resina/adesivo (P/RcAn), entre os adesivos, sendo o maior valor médio de RU alcançado quando o adesivo SB foi empregado (37,7 MPa). Considerando o adesivo SB, houve diferença significativa entre o grupo em que previamente a resina foi fotoativada e a cânula removida (P/RcAn/SB) e os demais grupos experimentais. Para o adesivo XP essa diferença estatisticamente significativa também pode ser observada, exceto quando comparado aos grupos em que a resina foi fotoativa após posicionamento na área de união e a cânula foi removida ou não (Ap/24/XP e Ap/N/XP).

Valores médios superiores de RU podem ser observados quando os cp perdidos foram excluídos das médias, e neste caso, houve uma modificação significativa na categorização das médias. Esses valores mais elevados foram observados para os grupos P/RcAn/SB e P/RcAn/XP, nos quais a resina foi fotoativada e a remoção da cânula foi feita previamente o contato da resina com a área de união resina/adesivo, sendo de 37,7 MPa para o adesivo SB e 26,0 MPa para o XP. Para ambos adesivos, SB e XP, a média mais baixa de RU foi observada nos grupos em que a resina foi fotoativada previamente (fora da área de união resina/adesivo), sendo para o adesivo SB no grupo P/24/SB (14,8 MPa) e XP no grupo P/N/XP (10,5 MPa).

Tabela 5.8- Média e desvio padrão (MPa) da RU obtida segundo a condição experimental (*)

Adesivo	Momento de Fotoativação da Resina	Remoção da cânula	cpP	
			Incluído	Excluído
SB	Previa	Antes da união à dentina	37,7 ± 9,7 ^a	37,7 ± 9,7 ^A
	Previa	Após armazenagem de 24h	11,0 ± 5,7 ^c	14,8 ± 3,1 ^{C,D}
	Após		11,1 ± 4,2 ^c	17,5 ± 2,9 ^{C,D}
	Previa	Não remove	16,1 ± 3,6 ^{b,c}	16,1 ± 3,6 ^{C,D}
	Após		18,9 ± 4,8 ^{b,c}	18,9 ± 4,8 ^{C,D}
	XP	Previa	Antes da união à dentina	23,4 ± 2,8 ^b
Previa		Após armazenagem de 24h	11,7 ± 4,2 ^c	16,2 ± 3,98 ^{C,D}
Após			21,2 ± 4,2 ^b	21,9 ± 3,1 ^{B,C}
Previa		Não remove	9,7 ± 1,6 ^c	10,5 ± 1,1 ^D
Após	24,0 ± 1,6 ^b		24,0 ± 1,6 ^{B,C}	

(*) Letras minúsculas semelhantes indicam similaridade estatística quando os cp foram incluídos na média. Letras maiúsculas semelhantes indicam similaridade estatística quando os cp foram excluídos da média.

6 DISCUSSÃO

O teste de MIC foi desenvolvido permitindo uma preparação direta do cp no substrato¹⁶, sem que haja necessidade de cortes seqüenciais para obtenção deste, o que conseqüentemente contribui para uma redução na ocorrência de fraturas coesivas principalmente quando o substrato utilizado for esmalte, além disso, fornece resultados precisos com desvios padrões relativamente baixos⁴⁴⁻⁴⁹.

Durante a etapa de preparo do cp para o ensaio de MIC a maioria dos estudos utiliza uma cânula de diâmetro conhecido, a qual é posicionada sobre o substrato dental tratado com sistema adesivo e preenchida com uma resina^{38,44,45,48,50}. Nesta etapa metodológica, pode-se perceber algumas discrepâncias entre trabalhos que utilizaram o método, no que diz respeito ao tipo de resina utilizada para preenchimento da cânula e ao momento de fotoativação do sistema adesivo^{44,47-52}.

No estudo preliminar^{***} se verificou a influência de dois tipos de resina para a etapa de preenchimento das cânulas, sendo uma *flow* e uma microhíbrida de média viscosidade, nos valores de RU por ensaio de MIC e MIT. Concluiu-se que os valores de RU podem ser influenciados pelo tipo de resina empregado, onde menores valores de RU e maior número de fraturas coesivas de resina foram observados quando a resina tipo *flow* foi empregada. Em algumas situações clínicas e laboratoriais essa alta fluidez da resina composta tipo *flow* pode ser favorável, e isso pode explicar o porquê de alguns autores elegerem uma resina mais fluida⁴⁷⁻⁴⁹ ao invés de um compósito microhíbrido convencional de média viscosidade⁵⁰ para preenchimento das cânulas utilizadas na confecção dos cp. Foi baseado nos achados desse estudo preliminar*, que neste trabalho elegeram-se uma resina microhíbrida de média viscosidade para confecção dos cp. Para a seleção dos sistemas adesivos a serem utilizados nesta tese, optou-se por sistemas adesivos convencionais de duas etapas, neste caso SB e XP, cujo desempenho em testes de RU já é conhecido na literatura⁵⁶⁻⁶⁰.

*** Andrade AM, Moura SK, Reis A, Loguercio AD, Garcia EJ, Grande RHM. Evaluating resin-enamel bonds by microshear and microtensile bond strength tests: effects of composite resin. Aceito para publicação - Journal Applied of Oral Science.

Em relação momento de fotoativação do sistema adesivo, alguns autores discordam desse momento, se antes ou após o posicionamento da cânula no substrato a ser testado⁴⁷⁻⁵². Entretanto, não se sabe se isso corresponde a uma variável metodológica capaz de influenciar nos valores de RU. Ao utilizar o esmalte como substrato testado em um estudo de RU por MIC⁴³, o sistema adesivo Clearfil SE foi aplicado, fotoativado, e as cânulas utilizadas para confecção dos cp foram posicionadas no substrato após essa fotoativação, o valor médio de RU para este adesivo foi de 37,9 MPa. Entretanto, para outros autores^{45,44} os valores médios de RU para este mesmo adesivo também aplicado em esmalte, porém fotoativado após o posicionamento das cânulas no substrato foi de 42,9 MPa e 47,6 MPa, respectivamente.

Frente à falta de concordância observada na literatura quanto ao momento de fotoativação do sistema adesivo, e à discrepância de valores encontrada para o mesmo material quando o momento de fotoativação é variado no substrato de esmalte, que se decidiu observar a influência dos dois momentos de fotoativação do sistema adesivo aplicado em dentina nos valores de RU em MIC.

No Experimento 1 desta pesquisa, quando os adesivos SB e XP foram fotoativados antes do posicionamento das cânulas no substrato dentinário dois fatos merecem destaque: 1. maiores valores médios de RU foram obtidos e; 2. menor número de cp foi perdido.

Durante a confecção dos cp, ao posicionar as cânulas no substrato dentinário tratado com sistema adesivo antes que este fosse fotoativado, pode-se perceber o preenchimento parcial das cânulas com o adesivo testado, ou seja, o material penetrava por capilaridade tanto internamente (parede interna da cânula), quanto na parede externa das cânulas, dificultando posteriormente a remoção com a lâmina de bisturi. Sugere-se então, que esse tenha sido o motivo pelo qual mais cp foram perdidos nesses grupos, já que eles apresentaram maior dificuldade para remoção das cânulas, devido elas estarem fixadas pelo adesivo tanto na sua parede interna quanto na externa, com isso maior tensão era exigida no momento de corte com a lâmina de bisturi. Os baixos valores de RU para este grupo também podem ser explicados por este mesmo motivo, supõe-se que trincas possam ter sido iniciadas ao longo do cp devido à maior tensão exercida para removê-las, e ao

serem submetidos ao estresse do ensaio mecânico, tais trincas podem ter se propagado fazendo com que a interface adesiva rompesse com uma carga inferior.

Conforme relatado na revisão de literatura, quando o material é sujeito a tensões, a resistência à tração é diminuída devido à distribuição de defeitos no material. Com isso, durante o carregamento do cp a concentração de tensão nesses defeitos inicia a formação e propagação de trincas resultando na ruptura sob baixos valores de carga²⁰.

Na maioria dos estudos com cisalhamento convencional para delimitar a área de união uma fita adesiva dupla face com um orifício de diâmetro conhecido é colada no substrato a ser testado. O sistema adesivo é então aplicado e fotoativado, e em seguida o molde, que na maioria das vezes pode ser de Teflon, é posicionado sobre a superfície tratada com adesivo, preenchido com resina composta e fotoativada. Posteriormente fita adesiva e molde são removidos, finalizando a confecção do cp⁶¹.

Para alguns autores¹⁶, nesse ensaio de cisalhamento convencional (dados não publicados) um *flash* de adesivo estará presente ao redor do cp sempre que este for fotoativado antes da colocação do molde para obter o cp. Se por um lado houver no interior do molde uma união molde/adesivo a chance de formar uma camada de adesivo não uniforme nessa região é alta, gerando falhas na borda do cp. Segundo eles, o método de confecção dos cp deve ser cuidadosamente observado, pois pode afetar significativamente os resultados.

Ainda analisando os cp confeccionados nos grupos em que os sistemas adesivos foram fotoativados após a colocação das cânulas no substrato dentinário, pode-se dizer que foi possível verificar a formação do *flash* descrita pelos autores no estudo com ensaio de cisalhamento¹⁶.

Nos estudos de RU com sistemas adesivos o ensaio mecânico propriamente dito comumente é realizado 24h após a realização dos procedimentos adesivos³⁴. Entretanto, se os cp pudessem ser testados imediatamente após sua confecção sem que houvesse comprometimento da efetividade dos resultados obtidos, particularmente no ensaio de MIC, o pesquisador poderia otimizar seus experimentos e tempo laboratorial. Em vista disso, no Experimento 2 (tempo de armazenagem), selecionamos 4 tempos de armazenagem, sendo eles de 10min, 24h, 48h e 7 dias para ensaiar os cp. Os resultados apresentados na tabela 5.3 não

demonstraram diferença estatisticamente significativa entre os valores médios de RU.

Altos valores de RU são desejados, no intuito de resistir ao estresse causado pela contração de polimerização e para evitar o descolamento da restauração em decorrência das forças mastigatórias³⁴. Para alguns autores⁶², a RU inicial é considerada importante já que a maior contração e estresse de polimerização ocorrem imediatamente após a fotoativação dos compósitos. Alguns trabalhos já avaliaram a diferença nos valores de carga frente a diferentes tempos de armazenagem^{34,40,51,63-65}.

Burrow e colaboradores⁶⁵ reportaram diferenças nos valores de RU quando os cp foram testados 1min, 10min e 24h após a fotoativação do compósito, e valores mais altos de RU foram encontrados quando o ensaio mecânico foi realizado 24h após a fotoativação do compósito. Em outro estudo³³ que utilizou ensaio de MIT para avaliar a influência dos tempos de armazenagem de 10min, 24h e 1 semana e da velocidade do teste (0,5; 1,6 e 2,6 m/s) na RU do adesivo SB em dentina, observou-se que maiores valores de RU foram obtidos quando os cp foram armazenados por 1 semana e testado a uma velocidade 2,6m/s. Para os autores deste estudo³³ o aumento no valor de RU com o aumento do tempo de armazenagem foi atribuído a polimerização adicional que acontece na resina composta mesmo depois de cessada sua fotoativação.

No presente estudo, numericamente maiores valores de RU foram obtidos para o sistema adesivo SB, quando os cp foram testados após 7 dias de armazenagem e, para o adesivo XP maiores valores foram encontrados para os cp armazenados por 10min. Esse aumento na RU em cp armazenados acima de um curto período de tempo é muitas vezes atribuído a polimerização adicional que acontece na interface⁶⁴⁻⁶⁶.

Em contrapartida, uma diminuição numérica nos valores médios significante na RU após curto período de armazenagem também pode ser observada e essa redução pode ser decorrência da degradação de componentes da interface, principalmente compósito e/ou colágeno, por hidrólise^{32,67-71}. A própria etapa de condicionamento com ácido fosfórico dos sistemas adesivos *total-etch* pode privar quase que totalmente o colágeno de hidroxiapatita. Por conseguinte, a adequada infiltração, molhamento e interação molecular com as fibras colágenas pelos

monômeros resinosos tornam-se um desafio⁷². Qualquer falha numa das etapas pode resultar em hibridização incompleta, deixando o colágeno desprotegido e vulnerável à degradação hidrolítica⁷³. Além disso, alguns autores⁶⁸ afirmam ainda que os sistemas adesivos de dois passos e de condicionamento ácido total são mais suscetíveis à degradação hidrolítica do que os de três passos.

Para outros⁷⁴, a performance da RU dentina/resina frente à degradação hidrolítica parece ser ainda material dependente. Talvez isso explique o fato de que os dois sistemas adesivos, de mesma estratégia de ação, utilizados nos experimentos desta pesquisa, apresentaram valores de RU diferentes frente aos tempos de armazenagem aqui estudados.

O sistema adesivo SB tem mostrado performance favorável em alguns estudos *in vitro*⁵⁸⁻⁶⁰. Por ser à base de 2-hidroxietil metacrilato e etanol ele é capaz de molhar a superfície dentinária, mantendo as fibrilas de colágeno em condição expandida após a evaporação do solvente, proporcionando uma melhor infiltração dos monômeros⁶⁸, o que pode favorecer seu bom desempenho nos estudos de RU. Devido a esses resultados conflitantes, a variável tempo de armazenagem deveria ser padronizada em estudos laboratoriais, para alguns estudiosos³⁴.

No que diz respeito ao Experimento 3, vários tamanhos de cânulas foram utilizados para obter cilindros de resina com diferentes áreas. Conforme tabela 5.6, não se verificou diferença estatisticamente significativa entre os valores médios de RU para as condições analisadas, Considerando a área de 1,98mm², não houve cp perdidos prematuramente e, numericamente os sistemas adesivos mostraram valores médios mais elevados ou bem próximos.

Em relação ao tamanho da cânula utilizada para confeccionar os cp para ensaios em MIC, a maioria dos estudos encontrados na literatura utilizou cânulas de diâmetro interno de aproximadamente 0,7mm^{36,44,45,48,52}. Um deles avaliou a influência de variáveis no ensaio de MIC e dentre elas, a área de união¹⁹. Estes autores não observaram diferença estatisticamente significativa entre os diâmetros de 2, 3, 4 e 5 mm, somente houve diferença significativa entre os diâmetros de 1 e 6mm¹⁹.

Segundo alguns estudos^{20,28} realizados com MIT, existe uma forte correlação entre valor de RU e área do cp, onde a RU é inversamente proporcional à área de união do cp. Entretanto, neste experimento com MIC, os resultados não permitem

inferir o mesmo raciocínio utilizado no ensaio de MIT. Talvez isso possa ser explicado pela diferença existente desde obtenção dos cp para os testes mecânicos de MIC e MIT. Como já mencionado anteriormente, a grande vantagem do MIC é a possibilidade de preparo direto do cp sobre o substrato a ser testado, sem que haja necessidade de cortes sequenciais¹⁶. Assim, a possibilidade de eliminar qualquer defeito existente entre um micro e um macro cp pode ser a mesma. Além disso, como no teste de cisalhamento o cp sofre pré-estresse somente no momento de remoção do molde¹⁶, talvez tal tensão não seja tão pronunciada a ponto de causar ou propagar uma microtrinca, por exemplo.

Diante da facilidade técnica na confecção dos cp e dos resultados apresentados no Experimento 3, se a variável for considerada de forma isolada, qualquer área pode ser empregada. No entanto, uma das principais vantagens descrita para o MIT é a de obter vários cp num mesmo elemento dental. Portanto, cabe ao pesquisador definir a relação tamanho da amostra disponível/facilidade de obtenção dos cp, que mais se ajustar a cada situação em particular.

Sobre o Experimento 4 tentou-se reunir as possíveis variáveis relacionadas ao momento de fotoativação da resina / remoção da cânula. É certo que não se buscou traçar uma correlação com a realidade clínica, em vista das etapas de preparo do cp; entretanto, para atingir o objetivo final de estudar variáveis do teste fez-se necessário a inserção de alguns grupos com a finalidade de sanar dúvidas das etapas laboratoriais.

Com base nas considerações anteriores e nos resultados obtidos nos grupos do Experimento 1, principalmente naqueles em que os sistemas adesivos foram fotoativados após o posicionamento das cânulas, um segundo questionamento surgiu: será que ao eliminar a etapa de corte da cânula para remoção os valores de RU aumentariam?

Pensando nesses achados¹⁶ é que se pode tentar justificar a diferença estatisticamente significativa encontrada para a condição experimental resina composta fotoativada previamente, e remoção da cânula antes da adesão resina/adesivo entre os adesivos (P/RcAn).

Para ambos os sistemas adesivos, nos grupos em que o cilindro de resina foi confeccionado sobre uma placa de vidro e fotoativado previamente ao seu posicionamento no substrato dentinário, certamente, traçando-se um paralelo com a

realidade clínica de uma restauração indireta, estes grupos exigiriam a presença de um cimento resinoso para cimentar o cilindro de resina “pré-fabricado” (resina fotoativada previamente). No entanto, mais uma variável seria agregada ao estudo e algumas comparações não poderiam ser feitas com os demais grupos. Acredita-se que ao eliminar a etapa de preenchimento e corte da cânula sobre o substrato dentinário, diminuiu-se parte das tensões geradas na interface resina/adesivo, o que conseqüente pode ter contribuído para a significativa diminuição no número de cp com falha prematura.

Ao posicionar somente o cilindro de resina “pré-fabricado”, sem a presença da cânula, no substrato dentinário tratado com o sistema adesivo e previamente sua fotoativação, pode-se observar a presença do *flash* de adesivo ao redor do cilindro de resina. Supõe-se que a presença de adesivo não fotoativado tenha penetrado por capilaridade na resina ao redor da base do cilindro. Outra vantagem de se confeccionar o cp desta maneira seria a possibilidade de se observar a integridade do cilindro de resina em todas as suas faces, quanto à presença de bolhas. Todos esses fatores podem ter contribuído para o bom desempenho desses grupos.

Do mesmo modo, para os dois sistemas adesivos, baixos valores médios de RU foram observados nos grupos em que a resina foi fotoativada previamente ao seu posicionamento no substrato dentinário e cânula removida após período de armazenagem, sendo para o adesivo SB no grupo P/24/SB (14,8 MPa) e para XP no grupo P/24/XP (16,2MPa). Esse achado pode reforçar a hipótese de que a etapa de remoção da cânula influencia nos valores de RU, entretanto, não podemos esquecer que a variável fotoativação prévia da resina também pode ter contribuído para isso, já que com o cilindro “pré-fabricado” e sem a utilização de um agente cimentante resinoso a união resina/adesivo não acontece de maneira efetiva.

Resumindo os resultados observados nas tabelas 5.7 e 5.8 temos que: 1. A prévia fotoativação da resina e remoção da cânula (P/RcAn) para realizar o teste permitiram que não fosse observada a perda prematura de cp; 2. a fotoativação prévia da resina e a remoção da cânula (P/24) acarretam em baixos valores de RU.

Por fim, a análise do modo de fratura de todos os experimentos merece destaque nesta pesquisa, já que em todos eles o tipo de fratura predominante foi adesiva/mista. Como já mencionado anteriormente, isso pode ser explicado de um lado por uma das vantagens do próprio teste de MIC, de não exigir cortes

sequenciais para preparo do cp, o que diminui sobremaneira a ocorrência de fraturas tipo coesiva de substrato^{16,45}, e por outro lado pela escolha do tipo de resina para preenchimento da cânula, resinas de baixa viscosidade tendem a contribuir para a ocorrência de fraturas coesivas de resina****.

A realização do estudo deixa em aberto alguns questionamentos relacionados às variáveis do ensaio de MIC. Sabe-se que cada variável pode exercer forte influência sobre os resultados obtidos em um determinado estudo. Por isso, aconselha-se que sejam feitos relatórios contendo uma completa descrição de todas as etapas exigidas para a realização do teste, já que isso futuramente poderá facilitar possíveis comparações entre diferentes estudos e centros de pesquisa.

**** Andrade AM, Moura SK, Reis A, Loguercio AD, Garcia EJ, Grande RHM. Evaluating resin-enamel bonds by microshear and microtensile bond strength tests: effects of composite resin. Aceito para publicação - Journal Applied of Oral Science.

7 CONCLUSÕES

Dentro das limitações desse estudo e com base nos resultados obtidos, se pode concluir sobre as variáveis metodológicas estudadas que:

1. O momento de fotoativação dos sistemas adesivos pode influenciar nos valores de resistência de união;
2. O tempo de armazenagem não influencia nos valores de resistência de união;
3. A área de secção transversal do corpo de prova não influencia nos valores de resistência de união;
4. O momento de fotoativação da resina/remoção da cânula pode influenciar nos valores de resistência de união.

REFERÊNCIAS¹

1. Buonocore MG. A simple method of increasing the adhesion of acrylic filling materials to enamel surfaces. *J Dent Res.* 1955 Dec;34(6):849-53.
2. Swift EJ Jr, Perdigão J, Heymann HO. Bonding to enamel and dentin: a brief history and state of the art. *Quintessence Int.* 1995 Feb;26(2):95-110.
3. Arana V, Katchburian E. *Histologia e Embriologia Oral – texto, atlas, correlações clínicas.* 2a ed. São Paulo: Guanabara Koogan; 2004. 388 p.
4. Marshall GW Jr, Marshall SJ, Kinney JH, Balooch M. The dentin substrate: structure and properties related to bonding. *J Dent.* 1997 Nov;25(6):441-58.
5. Prati C, Chersoni S, Mongiorgi R, Montanari G, Pashley DH. Thickness and morphology of resin-infiltrated dentin layer in young, old, and sclerotic dentin. *Oper Dent.* 1999 Mar-Apr;24(2):66-72.
6. Lopes GC, Baratieri LN, de Andrada MA, Vieira LC. Dental adhesion: present state of the art and future perspectives. *Quintessence Int.* 2002 Mar;33(3):213-24.
7. Pashley DH, Carvalho RM. Dentine permeability and dentine adhesion. *J Dent.* 1997 Sep;25(5):355-72
8. Van Meerbeek B, De Munck J, Yoshida Y, Inoue S, Vargas M, Vijay P, et al. Buonocore memorial lecture. Adhesion to enamel and dentin: current status and future challenges. *Oper Dent.* 2003 May-Jun;28(3):215-35.
9. Perdigão J, Geraldeli S. Bonding characteristics of self-etching adhesives to intact versus prepared enamel surfaces. *J Esthet Restor Dent.* 2003;15(1):32-41;discussion 42.
10. Hashimoto M, Ohno H, Yoshida E, Hori M, Sano H, Kaga M, et al. Resin-enamel bonds made with self-etching primers on ground enamel. *Eur J Oral Sci.* 2003;111(5):447-53.
11. Tyas MJ, Burrow MF. Adhesive restorative materials: a review. *Aust Dent J.* 2004 Sep;49(3):112-21.

¹ De acordo com Estilo Vancouver.

12. Van Noort R, Noroozi S, Howard IC, Cardew G. A critique of bond strength measurements. *J Dent.* 1989 Apr;17(2):61-7.
13. Söderholm KJ. Correlation of in vivo and in vitro performance of adhesive restorative materials: a report of the ASC MD156 task group on test methods for the adhesion of restorative materials. *Dent Mater.* 1991 Apr;7(2):74-83.
14. Rueggeberg FA. Substrate for adhesion testing to tooth structure - review of the literature. *Dent Mater.* 1991 Jan;7(1):2-10.
15. Versluis A, Tantbirojn D, Douglas WH. Why do shear bond tests pull out dentin? *J Dent Res.* 1997 Jun;76(6):1298-307.
16. Armstrong S, Geraldeli S, Maia R, Raposo LH, Soares CJ, Yamagawa J. Adhesion to tooth structure: a critical review of "micro" bond strength test methods. *Dent Mater.* 2010 Feb;26(2):50-62.
17. Poitevin A, De Munck J, Van Landuyt K, Coutinho E, Peumans M, Lambrechts P, Van Meerbeek B. Critical analysis of the influence of different parameters on the microtensile bond strength of adhesives to dentin. *J Adhes Dent.* 2008 Feb;10(1):7-16.
18. International Organization for Standardization. Guidance on testing of adhesion to tooth structure. ISO/TC106/SC 1 N236, Resolution 6 1. - CD TR 11405, Trieste, October, 1991.
19. Watanabe LG, Marshall GW, Marshall SJ. Variables influence on shear bond strength testing to dentin. *Advanced Adhesive Dentistry 3rd International Kuraray Symposium Kuraray Co Ttd; 1999 Dec 3-4; Granada, Espanha. Cirimido: Jungi Tagami, Manuel Toledano, Carlo Prati; 1999.75-90.*
20. Sano H, Shono T, Sonoda H, Takatsu T, Ciucchi B, Carvalho R, et al. Relationship between surface area for adhesion and tensile bond strength--evaluation of a micro-tensile bond test. *Dent Mater.* 1994 Jul;10(4):236-40.
21. Sinhoreti MA, Consani S, De Goes MF, Sobrinho LC, Knowles JC. Influence of loading types on the shear strength of the dentin-resin interface bonding. *J Mater Sci Mater Med.* 2001 Jan;12(1):39-44.

22. Retief DH. Standardizing laboratory adhesion tests. *Am J Dent.* 1991 Oct;4(5):231-6.
23. Oilo G. Bond strength testing--what does it mean? *Int Dent J.* 1993 Oct;43(5):492-8.
24. Chappell RP, Eick JD. Shear bond strength and scanning electron microscopic observation of six current dentinal adhesives. *Quintessence Int.* 1994 May;25(5):359-68.
25. Pashley DH, Sano H, Ciucchi B, Yoshiyama M, Carvalho RM. Adhesion testing of dentin bonding agents: a review. *Dent Mater.* 1995 Mar;11(2):117-25.
26. Pashley DH, Carvalho RM, Sano H, Nakajima M, Yoshiyama M, Shono Y, et al. The microtensile bond test: a review. *J Adhes Dent.* 1999 Winter;1(4):299-309.
27. Van Noort R, Cardew GE, Howard IC, Noroozi S. The effect of local interfacial geometry on the measurement of the tensile bond strength to dentin. *J Dent Res.* 1991;70:889-93.
28. Phrukkanon S, Burrow MF, Tyas MJ. Effect of cross-sectional surface area on bond strengths between resin and dentin. *Dent Mater.* 1998 Mar;14(2):120-8.
29. Cardoso PE, Braga RR, Carrilho MR. Evaluation of micro-tensile, shear and tensile tests determining the bond strength of three adhesive systems. *Dent Mater.* 1998 Nov;14(6):394-8.
30. Schreiner RF, Chappell RP, Glaros AG, Eick JD. Microtensile testing of dentin adhesives. *Dent Mater.* 1998 Jun;14(3):194-201.
31. Bouillaguet S, Troesch S, Wataha JC, Krejci I, Meyer JM, Pashley DH. Microtensile bond strength between adhesive cements and root canal dentin. *Dent Mater.* 2003 May;19(3):199-205.
32. Shono Y, Terashita M, Shimada J, Kozono Y, Carvalho RM, Russell CM, et al. Durability of resin-dentin bonds. *J Adhes Dent.* 1999 Autumn;1(3):211-8.
33. Reis A, de Oliveira Bauer JR, Loguercio AD. Influence of crosshead speed on resin-dentin microtensile bond strength. *J Adhes Dent.* 2004 Winter;6(4):275-8.

34. Reis A, Rocha de Oliveira Carrilho M, Schroeder M, Tancredo LL, Loguercio AD. The influence of storage time and cutting speed on microtensile bond strength. *J Adhes Dent*. 2004 Spring;6(1):7-11.
35. Sadek FT, Cury AH, Monticelli F, Ferrari M, Cardoso PE. The influence of the cutting speed on bond strength and integrity of microtensile specimens. *Dent Mater*. 2005 Dec;21(12):1144-9.
36. Shimada Y, Antonucci JM, Schumacher GE, Mc Donough WG, Tagami J. Effects of regional tooth structure and sectioning orientation on micro-shear bond strength. . *Advanced Adhesive Dentistry 3rd International Kuraray Symposium Kuraray Co Ttd*; 1999 Dec 3-4; Granada, Espanha. Cirimido: Jungi Tagami, Manuel Toledano, Carlo Prati; 1999:91-103.
37. Foong J, Lee K, Nguyen C, Tang G, Austin D, Ch'ng C, Burrow MF, Thomas DL. Comparison of microshear bond strengths of four self-etching bonding systems to enamel using two test methods. *Aust Dent J* 2006;51:(3):252-7.
38. Toba S, Veerapravati W, Shimada Y, Nikaido T, Tagami J. Micro-shear bond strengths of adhesive resins to coronal dentin versus the floor of the pulp chamber. *Am J Dent* 2003;16(spec issue):51A-56A.
39. Senawongse P, Harnirattisai C, Shimada Y, Tagami J. Effective bond strength of current adhesive systems on deciduous and permanent dentin. *Oper Dent* 2004;29(2):196-202.
40. Sadr A, Ghasemi A, Shimada Y, Tagami J. Effects of storage time and temperature on the properties of two self-etching systems. *J Dent*. 2007;35(3):218-25.
41. Mc Donough WG, Antonucci JM, He J, Shimada Y, Chiang MYM, Schumacher GE, et al. A microshear test to measure bond strengths of dentin-polymer interfaces. *Biomaterials*. 2002;23(17):3603-8.
42. De Munck J, Mine A, Poitevin A, Van Ende A, Van Meerbeek G. Testing bond strength. A review of the literature. In: *Academy of Dental Materials 2009 Abstract*. 2009.
43. Wang H, Shimada Y, Tagami J. Bond strength of two adhesive systems to primary and permanent enamel. *Oper Dent*. 2004 Mar-Apr;29(2):168-75.

44. Ishikawa A, Shimada Y, Foxton RM, Tagami J. Micro-tensile and micro-shear bond strengths of current self-etch adhesives to enamel and dentin. *Am J Dent.* 2007 Jun;20(3):161-6.
45. Shimada Y, Senawongse P, Harnirattisai C, Burrow MF, Nakaoki Y, Tagami J. Bond strength of two adhesive systems to primary and permanent enamel. *Oper Dent.* 2002 Jul-Aug;27(4):403-9.
46. Roh OD, Chung JHSE. Micro-shear bond strength of five resin-based composites to dentin with five different dentin adhesives. *Am J Dent.* 2005 Dec;18(6):333-7.
47. Garcia RN, Reis AF, Giannini M. Effect of activation mode of dual-cured resin cements and low-viscosity composite liners on bond strength to dentin. *J Dent.* 2007;35:564-9.
48. Pivetta MR, Moura SK, Barroso LP, Lascala AC, Reis A, Loguercio AD, et al. Bond strength and etching pattern of adhesive systems to enamel: effects of conditioning time and enamel preparation. *J Esthet Restor Dent.* 2008;20(5):322-35; discussion 336.
49. Senawongse P, Sattabanasuk V, Shimada Y, Otsuki M, Tagami J. Bond strength of current adhesive systems on intact and ground enamel. *J Esthet Restor Dent.* 2004;16(2):107-15; discussion 116.
50. Carvalho CN, de Oliveira Bauer JR, Loguercio AD, Reis A. Effect of ZOE temporary restoration on resin-dentin bond strength using different adhesive strategies. *J Esthet Restor Dent.* 2007;19:144-52; discussion 153.
51. Garcia RN, de Goes MF, Giannini M. Effect of water storage on bond strength of self-etching adhesives to dentin. *J Contemp Dent Pract.* 2007 Nov 1;8(7):46-53.
52. Yoo HM, Oh TS, Pereira PN. Effect of saliva contamination on the microshear bond strength of one-step self-etching adhesive systems to dentin. *Oper Dent.* 2006;31:127-34.
53. De Wald JP. The use of extracted teeth for in vitro bonding studies: a review of infection control considerations. *Dent Mater* 1997;13:74-81.
54. Neter J, Kutner MH, Nachtsheim CJ, Wasserman W. *Applied Linear Statistical Models.* 4 ed. Chicago: Irwin; 1996.1410 p.

55. Loguercio AD, Barroso LP, Grande RH, Reis A. Comparison of intra- and intertooth resin-dentin bond strength variability. *J Adhes Dent.* 2005 Summer;7(2):151-8.
56. D'Arcangelo C, Vanini L, Prosperi GD, Di Bussolo G, De Angelis F, D'Amario M, et al. The influence of adhesive thickness on the microtensile bond strength of three adhesive systems. *J Adhes Dent.* 2009 Apr;11(2):109-15.
57. Saboia VP, Nato F, Mazzoni A, Orsini G, Putignano A, Giannini M, et al. Adhesion of a two-step etch-and-rinse adhesive on collagen-depleted dentin. *J Adhes Dent.* 2008 Dec;10(6):419-22.
58. Toledano M, Osorio R, Ceballos L, Fuentes V, Fernandez CAO, Tay FR, et al. Microtensile bond strength of several adhesive systems to different dentin depths. *Am J Dent.* 2003 Oct;16(5):292-8.
59. Osorio R, Erhardt MC, Pimenta LA, Osorio E, Toledano M. EDTA treatment of dentin improves resin-dentin bonds durability. *J Dent Res.* 2005 Aug;84(8):736-40.
60. Inai N, Kanemura N, Tagami J, Watanabe LG, Marshall SJ, Marshall GW. Adhesion between collagen depleted dentin and dentin adhesives. *Am J Dent.* 1998 Jun;11(3):123-7.
61. Tsuchiya H, Tsubota K, Iwasa M, Ando S, Miyazaki M, Platt JA. Influence of adhesive application time on enamel bond strength of single-step self-etch adhesive systems. *Oper Dent.* 2010 Jan-Feb;35(1):77-83.
62. Feilzer AJ, De Gee AJ, Davidson CL. Quantitative determination of stress reduction by flow in composite restorations. *Dent Mater.* 1990 Jul;6(3):167-71.
63. Ansari ZJ, Sadr A, Moezizadeh M, Aminian R, Ghasemi A, Shimada Y, et al. Effects of one-year storage in water on bond strength of self-etching adhesives to enamel and dentin. *Dent Mater J.* 2008 Mar;27(2):266-72.
64. Talic YF. Immediate and 24-hour bond strengths of two dental adhesive systems to three tooth substrates. *J Contemp Dent Pract.* 2003 Nov 15;4(4): 28-39.
65. Burrow MF, Tagami J, Negishi T, Nikaido T, Hosoda H. Early tensile bond strengths of several enamel and dentin bonding systems. *J Dent Res.* 1994 Feb;73(2):522-8.

66. Staninec M, Kawakami M. Adhesion and microleakage tests of a new dentin bonding system. *Dent Mater.* 1993 May;9(3): 204-8.
67. Kato G, Nakabayashi N. The durability of adhesion to phosphoric acid etched, wet dentin substrates. *Dent Mater.* 1998 Sep;14(5):347-52.
68. De Munck J, Van Meerbeek B, Yoshida Y, Inoue S, Vargas M, Suzuki K, et al. Four-year water degradation of total-etch adhesives bonded to dentin. *J Dent Res.* 2003 Feb;82(2):136-40
69. Giannini M, Seixas CAM, Reis AF, Pimenta LAF. Six-month storage-time evaluation of one-bottle adhesive systems to dentin. *J Esthet Rest Dent.* 2003;15(1):43-9.
70. Kitasako Y, Burrow MF, Nikaido T, Tagami J. The influence of storage solution on dentin bond durability of resin cement. *Dent Mater.* 2000 Jan;16(1):1-6
71. Meiers JC, Young D. Two-year composite/dentin bond stability. *Am J Dent.* 2001 Jun;14(3):141-4.
72. Van Meerbeek B, Yoshida Y, Lambrechts P, Vanherle G, Duke ES, Eick JD, Robinson SJ. A TEM study of two water-based adhesive systems bonded to dry and wet dentin. *J Dent Res.* 1998 Jan;77(1):50-9.
73. Hashimoto M, Ohno H, Kaga M, Endo K, Sano H, Oguchi H. In vivo degradation of resin-dentin bonds in humans over 1 to 3 years. *J Dent Res.* 2000 Jun;79(6):1385-91.
74. Osorio R, Pisani-Proenca J, Erhardt MC, Osorio E, Aguilera FS, Tay FR, Toledano M. Resistance of ten contemporary adhesives to resin-dentine bond degradation. *J Dent.* 2008 Feb;36(2):163-9.

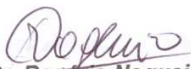
ANEXO A – Parecer do Comitê de Ética em Pesquisa

**UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO**
FACULDADE DE ODONTOLOGIA**PARECER DE APROVAÇÃO**
Protocolo 193/06

O Grupo de Trabalho indicado pelo Comitê de Ética em Pesquisa APROVOU o protocolo de pesquisa "**Estudo da resistência de união entre adesivos e esmalte, por meio do microcissalhamento e microtração, e avaliação em MEV**", de responsabilidade da Pesquisadora **Andréa Mello de Andrade**, sob orientação da Professora Doutora **Rosa Helena Miranda Grande**.

Tendo em vista a legislação vigente, devem ser encaminhados a este Comitê relatórios anuais referentes ao andamento da pesquisa e ao término cópia do trabalho em "cd". Qualquer emenda do projeto original deve ser apresentada a este CEP para apreciação, de forma clara e sucinta, identificando a parte do protocolo a ser modificada e suas justificativas.

São Paulo, 05 de dezembro de 2006


Prof. Dr. Rogério Nogueira de Oliveira
Coordenador do CEP-FOUSP

ANEXO B – Tabelas Análise de Variância dos experimentos e Teste de *Tukey*

Tabela A: Análise de variância experimento 1 incluindo os cp perdidos

Summary of all Effects; design: (foto.sta)							
1-ADES 2-FOTO							
	df	MS	df	MS	F	p-level	
	Effect	Effect	Error	Error			
1		1 3,368367	18	17,93224	0,187839	0,669870973	
2		1 480,3414	18	17,93224	26,78647	6,35911E-05	
12		1 13,891	18	17,93224	0,774639	0,390385747	

Tabela B: Teste de *Tukey*

Probabilities for Post Hoc Tests			
MAIN EFFECT: FOTO			
		{1}	{2}
		20,02917	10,64500
....	1 {1}		0,000213
....	2 {2}	0,000213	

Tabela C: Análise de variância experimento 1 excluindo cp perdidos

Summary of all Effects; design: (foto)							
1-ADES, 2-FOTO							
	df	MS	df	MS	F	p-level	
	Effect	Effect	Error	Error			
1		1 8,063186	18	28,71091	0,28084	0,602627218	
2		1 169,3787	18	28,71091	5,899453	0,02584549	
12		1 11,11503	18	28,71091	0,387136	0,541610718	

Tabela D: Teste de *Tukey*

Probabilities for Post Hoc Tests			
MAIN EFFECT: FOTO			
		{1}	{2}
		21,73417	16,16167
....	1 {1}		0,025455
....	2 {2}	0,025455	

Tabela E: Análise de variância experimento 2 incluindo os cp perdidos

Summary of all Effects; design: (foto.sta)							
1-ADES1, 2-TEMP_ARM							
	df	MS	df	MS			
	Effect	Effect	Error	Error	F		p-level
1	1	10,00152	36	18,37153	0,544403		0,465396
2	3	19,58207	36	18,37153	1,065892		0,375672
12	3	57,92298	36	18,37153	3,152867		0,076547

Tabela F: Análise de variância do experimento 2 excluindo os cp perdidos

Summary of all Effects; design: (foto.sta)							
1-ADES 2-TEMPO							
	df	MS	df	MS			
	Effect	Effect	Error	Error	F		p-level
1	1	0,000485	36	23,7655	2,04E-05		0,996421
2	3	17,61081	36	23,7655	0,741024		0,534592
12	3	42,62051	36	23,7655	1,793377		0,165877

Tabela G: Análise de variância do experimento 03 incluindo os cp perdidos

Summary of all Effects; design: (foto.sta)							
1-ADES 2-AREA							
	df	MS	df	MS			
	Effect	Effect	Error	Error	F		p-level
1	1	97,344	32	23,53175	4,136709		0,050323
2	3	16,591	32	23,53175	0,705047		0,556052
12	3	57,18867	32	23,53175	2,430277		0,083277

Tabela H: Análise de variância do experimento 03 excluindo os cp perdidos

Summary of all Effects; design: (foto.sta)							
1-ADES2, 2-AREA							
	df	MS	df	MS			
	Effect	Effect	Error	Error	F		p-level
1	1	98,91025	32	21,6475	4,56913		0,050292
2	3	14,45292	32	21,6475	0,667648		0,578119
12	3	43,74292	32	21,6475	2,020691		0,130737

Tabela I: Análise de variância do experimento 04 incluindo os cp perdidos

Summary of all Effects; design: (foto.sta)							
1-ADES 2-RES							
	df	MS	df	MS			
	Effect	Effect	Error	Error	F		p-level
1	1	13,2096	40	23,12482	0,57123		0,45419848
2	4	599,7688	40	23,12482	25,93615		1,19637E-10
12	4	231,5828	40	23,12482	10,01447		1,03466E-05

Tabela J: Análise de variância do experimento 04 excluindo os cp perdidos

Summary of all Effects; design: (foto.sta)							
1-ADES 2-RES							
	df	MS	df	MS			
	Effect	Effect	Error	Error	F		p-level
1	1	23,68588	40	19,81579	1,195303		0,28080308
2	4	515,3326	40	19,81579	26,00616		1,1515E-10
12	4	124,7293	40	19,81579	6,294439		0,00050121

Livros Grátis

(<http://www.livrosgratis.com.br>)

Milhares de Livros para Download:

[Baixar livros de Administração](#)

[Baixar livros de Agronomia](#)

[Baixar livros de Arquitetura](#)

[Baixar livros de Artes](#)

[Baixar livros de Astronomia](#)

[Baixar livros de Biologia Geral](#)

[Baixar livros de Ciência da Computação](#)

[Baixar livros de Ciência da Informação](#)

[Baixar livros de Ciência Política](#)

[Baixar livros de Ciências da Saúde](#)

[Baixar livros de Comunicação](#)

[Baixar livros do Conselho Nacional de Educação - CNE](#)

[Baixar livros de Defesa civil](#)

[Baixar livros de Direito](#)

[Baixar livros de Direitos humanos](#)

[Baixar livros de Economia](#)

[Baixar livros de Economia Doméstica](#)

[Baixar livros de Educação](#)

[Baixar livros de Educação - Trânsito](#)

[Baixar livros de Educação Física](#)

[Baixar livros de Engenharia Aeroespacial](#)

[Baixar livros de Farmácia](#)

[Baixar livros de Filosofia](#)

[Baixar livros de Física](#)

[Baixar livros de Geociências](#)

[Baixar livros de Geografia](#)

[Baixar livros de História](#)

[Baixar livros de Línguas](#)

[Baixar livros de Literatura](#)
[Baixar livros de Literatura de Cordel](#)
[Baixar livros de Literatura Infantil](#)
[Baixar livros de Matemática](#)
[Baixar livros de Medicina](#)
[Baixar livros de Medicina Veterinária](#)
[Baixar livros de Meio Ambiente](#)
[Baixar livros de Meteorologia](#)
[Baixar Monografias e TCC](#)
[Baixar livros Multidisciplinar](#)
[Baixar livros de Música](#)
[Baixar livros de Psicologia](#)
[Baixar livros de Química](#)
[Baixar livros de Saúde Coletiva](#)
[Baixar livros de Serviço Social](#)
[Baixar livros de Sociologia](#)
[Baixar livros de Teologia](#)
[Baixar livros de Trabalho](#)
[Baixar livros de Turismo](#)