

PONTIFÍCIA UNIVERSIDADE CATÓLICA DO RIO GRANDE DO SUL
FACULDADE DE ODONTOLOGIA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ODONTOLOGIA
ÁREA DE CONCENTRAÇÃO: MATERIAIS DENTÁRIOS
DOUTORADO

ANTÔNIO CARLOS CASTELLAN DE OLIVEIRA

**INFLUÊNCIA DA LARGURA DO CINZEL
UTILIZADO EM ENSAIO MECÂNICO DE
CISALHAMENTO SOBRE A
RESISTÊNCIA DA UNIÃO**

Prof. Dr. Hugo M. S. Oshima

Orientador

Porto Alegre
Agosto de 2008

PONTIFÍCIA UNIVERSIDADE CATÓLICA DO RIO GRANDE DO SUL
FACULDADE DE ODONTOLOGIA
PROGRAMA DE DOUTORADO EM ODONTOLOGIA
ÁREA DE CONCENTRAÇÃO: MATERIAIS DENTÁRIOS

**INFLUÊNCIA DA LARGURA DO CINZEL UTILIZADO EM ENSAIO
MECÂNICO DE CISALHAMENTO SOBRE A RESISTÊNCIA DA UNIÃO**

Tese apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Odontologia da PUCRS, como parte dos requisitos para obtenção do título de DOUTOR EM ODONTOLOGIA, área de concentração Materiais Dentários.

Antônio Carlos Castellan de Oliveira

Orientador: Prof. Dr. Hugo M. S. Oshima

Porto Alegre, agosto de 2008

Dados Internacionais de Catalogação na Publicação (CIP)

O48i Oliveira, Antônio Carlos Castellan de
Influência da largura do cinzel utilizado em ensaio
mecânico de cisalhamento sobre a resistência da
união. / Antônio Carlos Castellan de Oliveira. Porto
Alegre, 2008.
52 f.

Tese (Doutorado) – Faculdade de Odontologia,
Programa de Doutorado em Odontologia, PUCRS,
2008.

Orientador: Prof. Dr. Hugo M. S. Oshima.

1. Odontologia. 2. Materiais Dentários. 3.
Propriedades Mecânicas. 4. Cisalhamento. 5. Sistema
Adesivo. I. Oshima, Hugo M. S. II. Título.

CDD 617.695

Bibliotecária Responsável

Isabel Merlo Crespo
CRB 10/1201

Dedicatória

À meus pais Antônio (in memorian) e Suely, por estarem a meu lado em todos os momentos significativos de minha vida.

À meus filhos: Fábio, Lívia, João Gabriel e Eduarda, razão maior deste trabalho.

À minha esposa Jaqueline, por sua força, determinação, apoio e incentivos constantes, para a realização deste trabalho. Te amo muito.

Homenagem

***Ao prof. Dr. Hugo Mitsuo Silva Oshima, pela
competência e sabedoria, mas acima de tudo pela
relação fraterna construída durante a orientação
deste trabalho***

AGRADECIMENTOS

Agradeço à Deus por ter proporcionado no transcurso de minha existência o convívio com uma família maravilhosa e com amigos que formam para mim uma família.

Ao Prof. Marcos Túlio Mazzini Carvalho, diretor da Faculdade de Odontologia da PUCRS.

Ao Prof. Dr. José Antônio Poli de Figueiredo coordenador da Pós-Graduação da Faculdade de Odontologia da PUCRS.

Aos professores do Programa de Pós-Graduação da Faculdade de Odontologia da PUCRS.

Ao amigo e colega Prof. Dr. Eduardo Mota pelo apoio e incentivo.

As colegas Ana Maria Spohr e Luciana Hlrakata da Disciplina de Materiais Dentários da Faculdade de Odontologia da PUCRS.

Aos colegas Luis Henrique Burnett Junior e Rosemary Shinkai do laboratório de Materiais Dentários.

Aos Prof. Daniel Juckowski e Sérgio Hailliot Braga primeiros mestres na ciência dos Materiais Dentários.

Aos funcionários da secretaria de Pós-Graduação da Faculdade de Odontologia da PUCRS.

SUMÁRIO

1. RESUMO.....	01
2. ABSTRACT.....	03
3. INTRODUÇÃO.....	04
4. PROPOSIÇÃO.....	08
5. REVISÃO DA LITERATURA.....	09
6. MATERIAIS E MÉTODO.....	33
4.1 Materiais.....	33
4.2 Métodos.....	34
Preparação dos corpos-de-prova para o ensaio de cisalhamento.....	36
7. RESULTADOS.....	42
8. DISCUSSÃO.....	45
9. CONCLUSÕES.....	48
10. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	49

LISTA DE ABREVIATURAS, SIGLAS E SÍMBOLOS.

%	- por cento
±	- mais ou menos
°	- grau
°C	- grau Celsius
μm	- micrometro
μL	- microlitro
4-META	- 4-Metacriloxietil Trimelitato Anidrido
ác.	- ácido
BIS-GMA	- Bisfenol-A Glicidil Metacrilato
Ca	- Cálcio
CaCl ₂	- Cloreto de Cálcio
cm	- centímetro
EDTA	- Ácido Etileno-Diamino-Tetraacético
et al.	- abreviatura de et alli (e outros)
Fig.	- Figura
H ₃ PO ₄	- ácido fosfórico
HEMA	- Hidroxietil Metacrilato
I.S.O.	- International Standard Organization
J&J	- Johnson & Johnson
Jr.	- Júnior
kg/cm ²	- Quilograma por centímetro quadrado
kgf/cm ²	- Quilograma força por centímetro quadrado
M	- Molar
M.E.V.	- Microscopia Eletrônica de Varredura
ml	- mililitro

mm	- milímetro
mm/min.	- milímetro por minuto
MN.m ⁻²	- Mega Newton vezes metro a menos dois
MPa	- Mega Pascal
mW/cm ²	- mili Watt por centímetro quadrado
n	- número de amostras
n ^o	- número
NaOH	- Hidróxido de sódio
NPG-GMA	- N-Fenilglicino Glicidil Metacrilato
NTG-GMA	- N-Tolilglicino Glicidil Metacrilato
P	- valor de probabilidade
³² P	- radioisótopo do fósforo 32
pH	- ponto hidrogeniônico
pKa	- constante de dissociação
PMDM	- Ácido Piromelítico Dianidrido
PTFE	- Teflon
P.U.B.3	- Prisma Universal Bond 3
TEGDMA	- Trietileno Glicol Dimetacrilato
U.R.	- umidade relativa

RESUMO

O objetivo deste estudo foi comparar diferentes larguras de cinzel utilizadas em ensaios mecânicos para avaliação da resistência de união ao cisalhamento na interface esmalte dental / resina composta. Para a realização do ensaio de cisalhamento, cinzéis com larguras de 0,5mm, 1,0 mm, 2,0 mm e 3,0 mm foram utilizados para testar 4 grupos (n=15). Foram utilizados 60 dentes bovinos do grupo incisivo que tiveram sua inclusão, preparo de superfície e confecção dos corpos de prova realizados de acordo com Goes (1994). As superfícies de esmalte foram planificadas, condicionadas com ácido fosfórico (3M/ESPE) à 15%, seguido da aplicação do sistema adesivo Single Bond (3M) e de resina composta Z-250 (3M) conforme instruções do fabricante. Para o ensaio de cisalhamento foi utilizada uma máquina de ensaio universal EMIC DL 2000 (EMIC, BRASIL) a velocidade de 0,5mm/min. Os dados obtidos foram comparados estatisticamente com análise de variância e teste de Duncan com nível de significância de 5% ($p < 0,05$) e submetidos ao teste de correlação de Pearson ($p < 0,01$). As médias obtidas em Megapascal para a resistência de união ao cisalhamento foram: 0,5mm - 19,66; 1,0mm – 18,78; 2,0 mm – 16,77; 3,0 mm – 16,06. Houve diferença estatisticamente significativa entre os grupos, quando submetidos à análise de variância ($p = 0,045$) e testes de comparação múltipla de Duncan. A menor média (MPa) foi registrada para o grupo com cinzel de 3,0mm (16,06), enquanto a maior média (MPa) foi verificada para o grupo com cinzel de 0,5mm (19,66), que diferiram estatisticamente. A correlação entre largura do cinzel e resistência de união foi

significante ($p < 0,01$). Os resultados obtidos permitem concluir que os valores (MPa) de resistência de união ao cisalhamento sofrem influência da largura do cinzel utilizado no ensaio.

Palavras-chave: Materiais Dentários, Propriedades Mecânicas, Cisalhamento, Sistema Adesivo.

ABSTRACT

The aim of this study was compare the chisel width in shear bond strength test in dental/composite interface. For the shear bond test, chisels with 0.5, 1, 2 and 3mm width were used to test four groups (n=15). Sixty bovine incisors were used, imbedded and flattened according to the methodology of Goes (1994) in order to prepare the samples. Enamel surfaces were flattened and etched with 15% phosphoric acid (3M/ESPE) with 15%, followed by application of Single Bond (3M/ESPE) adhesive system and Z-250 (3M/ESPE) composite resins according to manufacture's instructions. To the shear bond strength, an universal testing machine EMIC DL 2000 (EMIC) at 0.5 mm/min cross-head speed. Obtained data were compared statistically with analysis of variance and Duncan's test with significance level of 5% ($p < 0.05$) and submitted to Pearson's correlation test ($p < 0.01$). The averages in megapascal recorded were: 0.5 mm – 19.66; 1.0 mm – 18.78; 2 mm – 16.77; 3 mm – 16.06. There was a significantly difference between groups, when submitted to analysis of variance ($p = 0.045$) and multiple comparison of Duncan's test. The lower average (MPa) was recorded for chisel with 3 mm (16.06), while the highest average (MPa) was recorded for the group with 0.05 mm chisel (19.66), that were statistically different. The correlation between chisel width and shear bond strength was significant ($p < 0.01$). The obtained results allow conclude that shear bond strength (MPa) is influenced by chisel width used in the test.

Key-words: Dental Materials, Mechanical Properties, Shear, Bonding System.

1 - INTRODUÇÃO

Quando, BUONOCORE, em 1955, verificou a possibilidade de se unir um material restaurador ao esmalte dental e posteriormente à dentina (BUONOCORE *et al.*, 1956), teve início uma grande transformação não apenas da Odontologia como ciência, mas também na evolução dos materiais dentários. Estes passaram a ser pesquisados e desenvolvidos em grande velocidade, tornando-se necessários uma série de ensaios onde suas propriedades pudessem ser devidamente testadas e avaliadas.

Os testes clínicos são considerados os mais confiáveis para o estudo do comportamento dos adesivos dentinários, embora os testes laboratoriais também apresentem reconhecido mérito na avaliação desses materiais (BARKMEIER e COOLEY, 1992).

Entretanto, os ensaios de resistência de união tornaram-se bastante freqüentes como ferramentas capazes de classificar e comparar, de maneira quantitativa e até mesmo qualitativa, os diversos materiais restauradores que surgiram desde então no mercado odontológico (DELLA BONA e VAN NOORT, 1995; SUDSANGIAM e VAN NOORT, 1999).

Ainda que muitos estudos laboratoriais não possam ser extrapolados diretamente às situações clínicas, porém, são sempre úteis no estabelecimento do protocolo de um estudo clínico (MASON, 1996).

Apesar de testes clínicos de tais materiais serem considerados preferenciais, questões referentes às dificuldades envolvidas em um acompanhamento clínico, considerações legais, custo e tempo envolvido geralmente induzem os pesquisadores a utilizarem testes laboratoriais.

Além disso, as freqüentes modificações impostas na composição dos diversos materiais dentários tornam-se um fator complicador considerando-se que um teste clínico pode se estender por 3 anos ou mais, período de tempo onde o produto em testes poderá deixar o mercado.

Assim sendo, os testes laboratoriais com estes materiais também se tornaram freqüentes por consumirem menor tempo e permitirem avaliar a resistência de união aos tecidos mineralizados do dente, infiltração marginal e dimensão da fenda na interface dente-restauração (RETIEF, 1991).

Diversos métodos de ensaio são empregados para a mensuração da resistência de união, sendo os de cisalhamento e tração os mais utilizados. Entretanto, a falta de padronização entre os pesquisadores que empregam metodologias diferentes para o mesmo tipo de teste gera controvérsias e dificulta a comparação posterior entre os resultados dos diversos trabalhos (ØILO, 1993; VAN NOORT et al., 1989).

Variáveis como tipo de tratamento superficial (RETIEF, 1986; VISURI et al., 1996), termociclagem (ØILO & AUSTRHEIM, 1993), concentração e tipo do ácido condicionador (HOLTAN et al., 1995), tempo de condicionamento (BARKMEIER et al., 1986), viscosidade e osmolaridade dos condicionadores ácidos (PASHLEY, 1992), aplicação de carga e diferenças nas propriedades elásticas dos materiais (ØILO, 1993; HARA, PIMENTA & RODRIGUES, 2001), também são importantes fatores que influenciam na determinação dos valores de resistência de união, tanto no método de tração como no de cisalhamento. Outro aspecto pouco valorizado pelos autores é a utilização de um mesmo aparato para a realização dos ensaios mecânicos.

O que se observa é a existência de diversos dispositivos, cada um com características próprias e que nem sempre produzem o esforço mecânico desejado, ou seja, forças perpendiculares à superfície de união para o ensaio de tração e forças paralelas à superfície de união para o ensaio de cisalhamento (ØILO, 1993).

Outro aspecto relevante se constitui no fato de que diferentes métodos ou ainda modificações do mesmo teste são procedimentos comumente adotados em diferentes investigações, visando a objetivos semelhantes, ou seja, determinar os valores de resistência da união.

Por esta razão, essas investigações inevitavelmente fornecem dados diferentes sobre a resistência da união para um mesmo material ensaiado (ØILO, G. OLSSON, S. (1990), VAN NOORT, R. et al. (1989), MONDRAGON & SODERHOLM, 2001)..

Assim, em 1991, um grupo de pesquisadores trabalhando para *International Organization for Standardization (ISO)*, criaram uma normatização denominada de TR 11405, a qual tem por objetivo padronizar os testes de união à estrutura dental. Nesta especificação são encontradas diretrizes que vão desde a obtenção e armazenagem dos dentes, até os aparatos mecânicos que deveriam ser empregados para os ensaios de tração e cisalhamento.

Para os ensaios de cisalhamento são preconizados cinzéis com largura de 0,5mm, 1mm, 2mm e 3mm.

Apesar do empenho destes pesquisadores, o que se observa na literatura é a pouca utilização desta norma para elaboração dos ensaios mecânicos, além de críticas quanto aos parâmetros ali estabelecidos

(SHERIFF, 1993). Desta forma, a comparação dos resultados obtidos pelos autores bem como entre os diversos aparatos metodológicos existentes e aqueles preconizados pela ISO torna-se extremamente difícil. Por ser o cisalhamento um método empregado em grande parte das publicações que mensuram a resistência de união (AL-SALEHI & BURKE, 1997), acreditamos poder ser a largura do cinzel responsável por resultados discrepantes. Portanto, como hipótese nula, espera-se que não haverá diferença significativa na resistência de união quando cinzéis de maior largura forem empregados no teste de cisalhamento.

2 - PROPOSIÇÃO

O presente estudo se propõe a comparar diferentes larguras de cinzel utilizado para ensaios de resistência da união ao cisalhamento na interface esmalte dental / resina composta.

3 - REVISÃO DA LITERATURA

Para avaliar a resistência da união da resina acrílica ao esmalte dental, BUONOCORE, em 1955, realizou o tratamento da superfície do esmalte dental com ácido fosfórico a 85% pelo tempo de 30 segundos. Na realização dos ensaios mecânicos, o autor utilizou discos de resina acrílica com 5 mm de diâmetro, os quais eram unidos ao esmalte previamente condicionado. O tratamento proposto aumentou os valores de resistência de união, segundo o autor dado ao aumento da área de superfície e da capacidade de umedecimento do substrato.

Em 1956, BUONOCORE *et al.* relataram as propriedades de uma resina capaz de se unir à superfície da dentina humana. Para a realização deste estudo, foram utilizados dentes humanos incluídos em resina acrílica e desgastados até a obtenção de uma área plana em dentina sobre a qual foi colocada uma folha de alumínio, delimitando a área a ser avaliada. Esta área foi coberta com uma camada de resina com 1,0 a 1,5 mm de espessura e, em seguida, polimerizada. A resistência de união da resina foi obtida pela medida da força aplicada num ângulo reto sobre a superfície da dentina, até a ruptura. Eles observaram que o adesivo de resina acrílica se uniu fortemente à superfície dentinária, sendo a força de união praticamente duplicada pelo ataque ácido da dentina, antes da aplicação do adesivo resinoso, e mostrou ainda ter boa resistência após imersão em água. Para a superfície dentinária

sem tratamento, a união foi de 28 kgf/cm², reduzindo para 15 kgf/cm² após 3 meses de imersão em água. Já para as superfícies tratadas com condicionador ácido, a resistência de união inicial foi de 53 kgf/cm² e reduziu para 28 kgf/cm² após 5 meses de imersão em água. Os autores sugeriram que esta união é devida a uma combinação química entre um dos constituintes do adesivo e a matéria orgânica da dentina e que o tempo de imersão afeta adversamente a resistência de união.

Em 1986, RETIEF *et al.* estudaram a resistência de união de quatro agentes de adesão à dentina através de ensaios de tração e avaliaram o efeito dos procedimentos restauradores na interface resina-dentina. Foram usados no experimento 72 dentes incisivos centrais permanentes, cujas faces vestibulares foram desgastadas com lixa de carbetto de silício de granulação n^o 600 até expor a dentina. Os seguintes sistemas adesivos foram avaliados: Scotchbond, aplicado sobre superfície da dentina não tratada, e a resina composta P10 (A); Scotchbond, aplicado sobre a dentina condicionada com ácido cítrico, e o P10 (B); J&J. Dentin Bonding Agent aplicado sobre a dentina não tratada, e a resina composta Adaptic (D); Creation Bonding System aplicado sobre a dentina condicionada com Den-Mat Cavity Cleanser, e a resina composta Spectrabond (E); Dentin-Adhesive System aplicado sobre a dentina tratada com Vivadent Dentin Conditioner, e a resina composta Isopast (F). Os resultados em (MN.m²) na ordem decrescente foram: D=3,0; B=0,9; F=0,1; A=0,1; E=0. De acordo com os resultados os autores concluíram que os sistemas de união à dentina denominados de primeira e segunda geração apresentavam baixos valores de

resistência à união em estudos "in vitro" e que não obteriam sucesso nas situações clínicas.

Em 1986, BARKMEIER *et al.* , avaliaram o esmalte condicionado pelo ácido fosfórico a 37%, na forma de gel, durante 15 e 60 segundos, através da observação das características morfológicas da superfície em M.E.V. e pela determinação da resistência ao cisalhamento usando uma resina restauradora fotoativada. Quarenta dentes pré-molares humanos extraídos foram desgastados com lixas de granulação 240 e 600, até a obtenção de uma superfície plana e divididos em dois grupos de 20 dentes cada. Após a profilaxia, as amostras do grupo 1 foram condicionadas com ácido fosfórico a 37%, por 15 segundos, e as do grupo 2, por 60 segundos. Em seguida, foi aplicado o agente de união (Prisma Bond), seguido pela inserção da resina composta (Prisma-fill), através de uma matriz plástica cilíndrica (3 mm de altura x 3,7 mm de diâmetro), após a polimerização o corpo-de-prova foi armazenado em água destilada por 7 dias a 37 °C. Em seguida, as amostras foram tracionadas em uma máquina de ensaio universal Instron usando velocidade de 5 mm por minuto. As fotomicrografias em microscopia eletrônica de varredura demonstraram que não existiu diferença no padrão de condicionamento ácido do esmalte entre os tempos de 15 e 60 segundos. Os resultados também mostraram que não houve diferença estatisticamente significativa ($p > 0,05$) na resistência ao cisalhamento na superfície do esmalte condicionado durante 15 ou 60 segundos.

VAN NOORT *et al.*, em 1989, realizaram um estudo para mensurar a sensibilidade dos valores de resistência de união às mudanças nas condições de teste utilizando para isso a análise de tensão por elemento finito. Os resultados mostraram que os valores de resistência de união tanto ao teste de tração quanto ao teste de cisalhamento são altamente dependentes tanto da geometria dos aparatos de teste quanto da forma, tamanho e módulo de elasticidade dos materiais envolvidos. Segundo os autores, no teste de cisalhamento a aplicação de carga através de um fio metálico sem o auxílio de aparato para assegurar que o ponto de aplicação da carga seja idêntico em todos os casos poderia gerar diferentes distribuições de tensão e conseqüentemente, diferentes valores de falha. Já para o teste de tração, o uso de um fio embutido na resina composta poderia promover uma aplicação de carga concentrada o que requereria um cilindro de resina extremamente longo para permitir o estabelecimento de uma tensão uniforme. Segundo os autores, esses achados alertam para a necessidade de padronização dos procedimentos de teste, para que uma comparação universalmente válida dos valores obtidos para os diferentes agentes de união possa ser realizada.

ØILO & OLSSON, em 1990, compararam os valores de resistência à tração de quatro sistemas adesivos sob duas condições de armazenagem, dois locais de união e dois tipos de teste de tração. Utilizaram 160 dentes molares humanos recém-extraídos, que foram incluídos em resina epóxica. Em seguida, os dentes foram divididos em dois grupos. No primeiro grupo, os dentes foram desgastados até se obter uma área plana de dentina na face oclusal e, no

segundo grupo, na face vestibular. Após, foram construídos corpos-de-prova de resina composta sobre a área de dentina tratada com um dos sistemas adesivos avaliados, de acordo com a técnica de tração utilizada, ou seja, os corpos-de-prova eram cilíndricos ou em forma de V. Metade das amostras de cada grupo foram estocadas em água a 37 °C por 24 horas e a outra metade termociclada 5000 vezes em banhos de 7 °C e 60 °C. A máquina de testes utilizada foi uma Instron, modelo 1121, a uma velocidade constante de 1 mm/min. Os autores concluíram que o tipo de dentina (vestibular ou oclusal), assim como o método de tração utilizado alterou os valores de resistência de união de maneira significativa. Com o segundo método, se obteve resultados três vezes maiores para um material (Gluma) quando se utilizou o mesmo tipo de dentina. Os valores de resistência de união na face vestibular dos dentes foram cerca de 20% a 50% maiores do que aqueles encontrados na face oclusal. Concluíram, ainda, que para três materiais estudados (Tenure e Scotchbond 2 e Dual), a termociclagem reduziu significativamente os valores de resistência de união.

Em 1991, RETIEF descreveu em seu estudo alguns aspectos sobre a necessidade de se padronizar os testes de adesão em laboratório. Ele verificou que para avaliar os valores de resistência de união, muitos fatores exercem influência marcante nos resultados, como tipo e face do dente, tempo de armazenagem, meio de imersão, preparação da superfície e tipo de teste utilizado. No entanto, as forças exercidas clinicamente sobre as restaurações ou sobre o dente são de natureza complexa e nem tração ou cisalhamento

simulam as forças intraorais. Quando uma resina composta unida a uma superfície plana é carregada em tração ou cisalhamento, a distribuição através da interface de união é extremamente irregular. O autor verificou ainda que variáveis dentro de um mesmo teste afetam os valores de resistência de união. O autor concluiu afirmando que devido à grande variação nas metodologias dos testes, os resultados obtidos em diferentes laboratórios não podem ser comparados. Ainda, os resultados de resistência de união a adesão encontrados em testes de laboratório não devem ser extrapolados para a clínica, servindo apenas como orientação.

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

mostraram que quando houve um excesso de adesivo, o valor médio foi estatisticamente superior em relação ao grupo que não tinha excesso. Os autores concluíram que uma extensão do adesivo além do cilindro de resina composta produz um valor de resistência de união à dentina artificialmente mais alto. Uma padronização nos testes de resistência de união seria necessária e urgente.

Em 1992, PASHLEY relatou alguns fatos sobre o efeito do ataque ácido sobre o complexo dentina-polpa. Ele afirmou que o ataque ácido sobre a dentina, usado por muitos sistemas adesivos para remover a “smear layer”, permite uma união direta com a matriz dentinária. Estudos anteriores relataram que a técnica de ataque ácido promove reações severas ou moderadas na polpa e que há uma alta probabilidade de que a irritação pulpar pode ser devida à infiltração de bactérias e seus produtos. Como estas reações parecem não mais acontecer com os novos sistemas adesivos, ficou estabelecido que se pode condicionar a dentina desde que se use um destes sistemas adesivos modernos. Para isso, é preciso que o adesivo possua grupamentos hidrófilos, já que com o ataque ácido, há um aumento da permeabilidade dentinária. Afirmou ainda, que o condicionador ácido é um importante fator no processo de união com a estrutura dentária. Fatores como o tipo de condicionador, pKa, pH, tempo de aplicação e concentração, influem diretamente nos valores de união com a dentina. Além disso, seria necessário que o condicionador ácido possuísse uma viscosidade e osmolaridade adequada para não atingir diretamente a polpa durante o procedimento de condicionamento ácido. O

autor conclui que há uma tendência para se usar concentrações baixas de ácido por um tempo curto e que há um futuro promissor para o uso de sistemas adesivos sobre a dentina condicionada com ácido.

ØILO, em 1993, relatou em seu estudo fatores que podem afetar os valores de resistência de união em testes laboratoriais, como o tipo de ensaio utilizado, tempo de armazenagem das amostras, tipo e qualidade do substrato, e forma de manipulação do material. Quanto aos tipos de ensaios mais empregados, dois são os mais conhecidos e descritos na especificação da I.S.O. O primeiro é o ensaio de tração, no qual a força de trabalho é aplicada num ângulo de 90° (perpendicular) com a superfície do dente. O segundo é o ensaio de cisalhamento, no qual a força de trabalho é aplicada paralelamente à superfície do dente. Segundo o autor, comparando os dois ensaios, o ensaio de resistência ao cisalhamento, em alguns casos, exibe resultados mais altos do que teste de resistência à tração, mas seguindo uma mesma classificação para os mesmos produtos. Já para alguns casos, os valores são confusos devido à variabilidade de fatores que podem afetar a adesão como o tipo e os detalhes de cada ensaio, o tipo e a qualidade do esmalte e dentina, as condições de armazenagem antes do ensaio e também a qualidade do material, bem como sua forma de manipulação. O autor conclui no seu estudo que uma padronização dos ensaios é necessária e urgente, para se obter valores comparáveis capazes de serem usados por cirurgiões-dentistas e futuramente ajudar no desenvolvimento dos sistemas adesivos.

Também em 1993, ØILO & AUSTRHEIM compararam o efeito do cisalhamento e da tração na resistência de união sobre esmalte e dentina. Também verificaram as condições de armazenagem das amostras sobre os valores de resistência de união. Para isto eles utilizaram 4 sistemas adesivos com as respectivas resinas compostas, divididos em 4 grupos: o Gluma / Pekafill (Bayer), o Scotchbond 2 / Silux Plus (3M), o Scotchbond Multi Purpose / Silux Plus (3M), e o Syntac / Heliomolar (Vivadent). As amostras foram confeccionadas a partir de terceiros molares humanos, que tiveram suas superfícies vestibulares desgastadas com lixas de carbeto de silício de granulação 1000, até expor uma área plana de dentina com 4 mm de diâmetro. Em seguida, foram aplicados os sistemas adesivos em cada grupo, subdividido em três subgrupos. No primeiro, foi feito o ensaio de tração após armazenagem de 24 horas; no segundo, foi feito o ensaio de cisalhamento após armazenagem de 24 horas; e no terceiro subgrupo foi feito o ensaio de cisalhamento após termociclagem. Sobre a superfície das amostras de cada grupo, foram confeccionados cilindros de resina composta a partir de moldes plásticos com formatos específicos para cada ensaio. Após o tempo de armazenagem ou termociclagem, as amostras foram levadas a uma máquina de ensaios universal até a fratura das amostras. Os resultados obtidos mostraram que não houve diferença estatisticamente significativa entre os dois tipos de ensaios usados com o tempo de armazenagem de 24 horas. Além disso, foi observado que o valor de resistência de união ao cisalhamento não foi alterado para o produto Gluma, quando houve a termociclagem, o que não ocorreu para os produtos Scotchbond Multi-Purpose e Syntac, que tiveram

resultados mais altos, e o Scotchbond 2, que obteve resultados mais baixos quando houve a termociclagem. Foram feitas também observações em M.E.V., e ficou claro que conforme os valores de resistência foram aumentando, as falhas coesivas na dentina também aumentaram em quantidade. Os autores concluíram que tanto o ensaio de resistência à tração como o de cisalhamento, parecem mostrar valores de comparável magnitude e são ensaios igualmente representativos para um estudo "in vitro" dos sistemas adesivos.

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

no sentido de padronizar alguns ou todos os passos do procedimento de teste, no sentido de minimizar diferenças metodológicas entre os pesquisadores.

SHERIFF, em 1993, relata em um artigo de revisão que o único método realista para avaliação de sistemas adesivos é através de teste “in vivo”. Entretanto, problemas éticos e experimentais deste tipo de pesquisa fazem com que testes “in vitro” sejam realizados, ainda que estes não possam ser correlacionados com os experimentos “in vivo”. O artigo ainda critica a normatização proposta pela ISO, a qual atesta que a resistência de união somente pode ser mensurada através de tração ou cisalhamento puro. Segundo o autor, a norma não aborda fatores importantes como a espessura da película de adesivo e a análise do tipo de falha, além de recomendar que apenas o valor médio de resistência de união deveria ser registrado.

Em 1994, a ISO lançou uma versão atualizada da especificação TR 11405. Esta foi desenvolvida em 1991, por um grupo de pesquisadores, e se constitui numa norma específica para os testes de adesão à estrutura dental com o objetivo de padronizá-los. Este documento descreve vários tipos de testes como o de formação de fenda na interface dente restauração, microinfiltração, qualidade dos materiais, uso clínico e resistência de união. Entre os testes de resistência de união estão o teste de tração e o de cisalhamento. Com relação ao teste de cisalhamento, a norma descreve um aparelho constituído parte por uma luva metálica que aloja a amostra e parte por uma chapa metálica com 5 mm de espessura, fixada paralelamente à luva

metálica que possui três orifícios com diâmetro de 3, 5 e 10 mm, utilizados de acordo com o tamanho da amostra. Cada orifício possui uma angulação de 45° e a parte que faz a punção na amostra é plana e com 1 mm de largura, formando um ângulo reto. Para o teste de tração, a matriz é composta de duas partes, uma para o alinhamento do corpo-de-prova durante o procedimento de união e outra para o ensaio mecânico propriamente dito. A matriz para o procedimento de união é constituída por duas hastes que são apoiadas em um bloco com um entalhe central em formato prismático, sendo que as hastes possuem locais apropriados em suas extremidades para alojar a amostra e o material restaurador. Já a matriz de tração é constituída por um bloco metálico com um orifício central apropriado ao posicionamento do corpo-de-prova, o qual por sua vez é fixado a duas hastes que trespassam o bloco no sentido do seu longo eixo. Esse conjunto é fixado à máquina de ensaio universal no momento do teste. Além disso, a preparação das amostras, armazenagem dos dentes, tratamento estatístico dos resultados, estão sendo também padronizados para facilitar a comparação direta dos valores alcançados por diferentes pesquisadores.

Em 1994, BURROW *et al.* realizaram um estudo para avaliar a resistência à tração de vários sistemas adesivos sobre esmalte e dentina dentro dos períodos de 1 minuto, 10 minutos e 24 horas (em água destilada a 37 °C), após a confecção dos corpos-de-prova. Os períodos de 1 e 10 minutos foram considerados iniciais e segundo os autores, teriam importância quanto à formação de fendas entre o dente e o material restaurador. Para a realização

do estudo, foram utilizados incisivos inferiores bovinos os quais tiveram suas superfícies vestibulares planificadas com lixas de carbetto de silício de granulação 600, sendo deixadas somente em esmalte ou em dentina de acordo com os grupos testados. Em seguida, a superfície de união previamente delimitada com uma fita adesiva com um orifício de 4 mm de diâmetro, recebeu os sistemas adesivos a serem testados (Photobond/Kuraray, PAAMA2/SDI, New Bond/Kuraray, Superbond/Sun Medical, Liner Bond/Kuraray e dois adesivos experimentais/Nihon University), os quais foram unidos a cilindros de resina composta que possuíam alças para fixação à máquina de ensaio universal. Após os períodos de armazenagem, os corpos-de-prova foram submetidos ao ensaio de tração em uma máquina Shimadzu (modelo AG-500B), a uma velocidade de 2mm/min. A resistência de união para os estágios iniciais (1 e 10 min) foi sempre menor que para o período de 24 horas. Já comparando os substratos testados, a resistência de união em dentina foi sempre menor que em esmalte, com exceção dos adesivos Superbond e Liner Bond. A resistência de união em esmalte para os grupos estudados atingiu um valor médio de 14 MPa. As fotomicrografias obtidas em M.E.V. mostraram falhas coesivas na resina composta em metade das amostras que empregaram o esmalte como substrato o que, segundo os autores, indicaria uma resistência de união superior à própria resistência coesiva do material.

WATANABE & NAKABAYASHI, em 1994, descreveram alguns fatos sobre os métodos utilizados no Japão para se mensurar a união da resina composta sobre a dentina. Os métodos mais utilizados são o teste de tração e

o de cisalhamento, apesar de existir um terceiro teste chamado “push-out test”. Segundo os autores, o teste de tração é o mais usado, apesar de ser mais difícil produzir tensão perpendicular à superfície de união em estudo. Com isso, pode haver uma distorção nos valores devido ao movimento de deslocamento lateral das amostras. Para o teste de cisalhamento, a obtenção dos corpos-de-prova é mais fácil, além dos mesmos sofrerem menor influência durante o carregamento. No entanto, a fratura parece sempre começar no ponto em que o bisel atinge a amostra. Portanto fica difícil padronizar um método mais adequado já que ambos tem vantagens e desvantagens. O procedimento de termociclagem parece influenciar mais os testes de tração do que o de cisalhamento, já que o teste de cisalhamento não pode ser mensurado como um efeito adverso ao aquecimento da dentina. Após a termociclagem, o número de fraturas coesivas na dentina parece aumentar em virtude de uma deterioração da dentina com o aquecimento. Concluíram que todos os métodos e metodologia existentes tentam alcançar completamente “in vitro” as mesmas condições que os materiais teriam “in vivo” e, que isso pode ser o alvo de futuras investigações.

DELLA BONA & VAN NOORT, em 1995, verificaram o efeito da distribuição de esforços durante a realização dos testes de resistência ao cisalhamento sobre porcelana, utilizando a análise de esforços de elemento finito, bem como o tipo de falha ocorrida, quando uma variedade de arranjos nos testes foi utilizada. Para isso, foram confeccionadas amostras de porcelana e resina composta que foram incluídas em resina acrílica. Sobre estas

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

modo de falha. Ainda, segundo os autores, o teste de tração teria um arranjo menos complexo e mais apropriado para se avaliar a resistência de união da interface porcelana-resina composta.

Ainda em 1995, HOLTAN *et al.* compararam a resistência de união ao cisalhamento sobre esmalte utilizando o sistema adesivo Scotchbond Multi-Purpose após o condicionamento com ácido maleico a 10%, oxálico a 1,6% e fosfórico a 10% e 35%. Foram utilizados os tempos de condicionamento de 15, 30 e 60 segundos. Após o preparo e condicionamento da superfície, o produto Scotchbond Multi-Purpose foi aplicado seguindo as instruções do fabricante. Foram confeccionados cilindros da resina composta Silux Plus sobre a superfície tratada e após, as amostras foram termocicladas 1000 vezes, com banhos entre 5°C e 55°C e levadas a uma máquina de ensaio universal (Instron) para o ensaio de cisalhamento. Os autores verificaram que os mais altos valores de resistência de união foram alcançados com o ácido fosfórico a 10% e 35%. Em seguida, ficou o ácido maleico a 10% e o ácido oxálico a 1,6% obteve os menores valores de resistência de união. Os autores observaram que os tempos de 15, 30 e 60 não diferiram estatisticamente entre si mas, numericamente, o valor máximo foi alcançado pelo ácido fosfórico a 10% por 30 segundos de condicionamento.

Em 1996, VISURI *et al.* verificaram o efeito do tratamento superficial da dentina com o laser Er:YAG e compararam com o tratamento convencional através da utilização da turbina de alta rotação e condicionador ácido. Para

isto, foram utilizados 60 dentes molares humanos que foram preparados com o laser Er:YAG ou com brocas de carboneto de tungstênio, seguidos ou não de condicionamento ácido. Um perfilômetro (Alpha-step 200, Tencor Instruments) foi utilizado para certificar que a mesma rugosidade superficial fosse alcançada com a broca ou com o laser. Após isto, cada grupo foi subdividido em dois, ou seja, um foi condicionado com ácido fosfórico a 10% e outro não. Em seguida, um cilindro de resina composta (TPH, Caulk-Dentsply) foi unido à superfície dentinária utilizando o adesivo Pro-Bond (Caulk-Dentsply). As amostras foram levadas à máquina de ensaio universal (Instron) numa velocidade de 2,5 mm/min., até a falha ocorrer. Os dados indicaram que as amostras irradiadas com o laser Er:YAG tiveram resultados estatisticamente superiores aos demais grupos que foram condicionados com ácido fosfórico ou apenas com a superfície tratada com broca e alta-rotação. Os autores concluíram afirmando que a preparação da dentina com o laser Er:YAG deixa uma superfície mais fortalecida para a união com os materiais resinosos.

Em 1997, AL-SALEHI & BURKE realizaram uma revisão de literatura composta de 50 artigos, onde os principais métodos utilizados para análise da resistência de união à dentina foram analisados. Segundo os autores, os testes de cisalhamento predominam sendo utilizados em 80% dos estudos analisados e o teste de tração em apenas 18%. Quanto ao substrato, a dentina de molares humanos foi utilizada em 88% das investigações e o período de teste mais freqüente foi o de 24 horas após a confecção das amostras. Ainda, segundo os autores, outras variáveis importantes como a espessura de película

do adesivo, o tipo de dentina testada e as condições do substrato (seco ou úmido), não foram analisadas. O modo de falha foi relatado em apenas 42% dos artigos. Os autores concluem dizendo que existe pouca padronização nos métodos de teste analisados e que uma maior padronização poderia aumentar o significado clínico dos estudos de resistência de união dentina-resina.

Em 1998, CARDOSO *et al.* avaliaram a resistência de união de três sistemas adesivos à dentina, utilizando os testes de tração, microtração e cisalhamento. Para isso, foram utilizados molares humanos extraídos os quais foram incluídos em resina acrílica e tiveram a dentina exposta em três das faces lisas. Cada uma das faces foi preparada de acordo com o tipo de teste a que seriam submetidas. Para os testes de tração e cisalhamento, os sistemas adesivos (Single Bond/3M, Scotchbond Multi-Purpose Plus/3M e Etch&Prime 3.0/Degussa) foram aplicados às superfícies dentinárias e cones de resina composta (Z100/3M) foram construídos. O teste de cisalhamento foi realizado com um cinzel e o de tração através de um grampo, o qual foi preso ao cone de resina composta no momento do ensaio. Para a confecção das amostras de microtração, a resina composta foi aplicada em toda a extensão de uma das faces expostas em dentina, previamente tratada com um dos sistemas adesivos, até a altura de 5 mm. Em seguida, um disco diamantado posicionado perpendicularmente à área de união foi utilizado para obtenção de bastões com 0,25 mm² de secção transversal, os quais foram submetidos ao esforço de tração. O adesivo Single Bond apresentou os maiores valores de resistência de união em todos os grupos estudados, apesar de não haver diferença estatística

significativa entre os adesivos ($p>0,05$) quando foi utilizado o teste de microtração. Os testes de tração e cisalhamento apresentaram os maiores coeficientes de variação (57,81% e 52,48%, respectivamente). Já o teste de microtração apresentou um coeficiente de variação de 33,67%, o que foi explicado pela pequena interface adesiva utilizada, a qual contém poucos defeitos quando comparada com interfaces maiores como àquelas utilizadas nos testes de tração e cisalhamento.

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

SINHORETI, em 2001, realizou um estudo visando comparar a influência dos sistemas de carregamento fio ortodôntico, fita de aço inoxidável e cinzel, usados em testes de união ao cisalhamento, para verificar a resistência na interface dentina-resina. Foram utilizados 48 dentes humanos divididos em 3 grupos, cujas raízes foram seccionadas e as coroas dentais incluídas em tubo plástico com resina acrílica autopolimerizável. Os dentes foram desgastados

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

HARA, PIMENTA & RODRIGUES (2001) avaliaram a influência da velocidade de carregamento no teste de resistência de união ao cisalhamento em dentina. Cem incisivos bovinos extraídos foram inseridos em resina de poliestireno. As amostras foram preparadas por desgaste com lixas de óxido de alumínio nas granulações de 320, 400 e 600 sob refrigeração de água. Após a aplicação do sistema adesivo Single Bond sob a dentina condicionada, a resina composta Z-100 foi aplicada e fotopolimerizada. As amostras foram aleatoriamente distribuídas em quatro grupos (n=30). Os testes de resistência de união ao cisalhamento foram realizados em uma EMIC DL 500 em quatro diferentes velocidades de carregamento: 0,5 (A); 0,75 (B); 1,0 (C) e 5,0 mm/min. Os valores médios (MPa) foram: A 11,78; B 11,82; C 16,32; D 15,46. Os dados foram analisados com ANOVA de um fator e teste de Tukey (alfa = 0,05). Os resultados indicaram que A=B<C=D. O padrão de fratura foi avaliado por análise visual em estereomicroscópio (25 X). O percentual de fraturas que ocorreu na interface adesiva foi: A 92,5%; B 91,6%; C 70%; D 47%. O teste T de Student (alfa=0,05) indicou que não houve diferença significativa entre A, B e C; A e B diferiram de D e não houve diferença entre C e D. Para os autores, Velocidades de carregamento diferentes podem influenciar na resistência de união ao cisalhamento e no padrão de fratura no substrato dentinário. A resistência de união usando velocidade de 0,5 e 0,75 mm/min devem ser usadas.

MONDRAGON e SODERHOLN (2001) compararam a resistência ao cisalhamento à dentina e determinaram como as variáveis resistência do

compósito e espessura do cinzel usado influencia nos valores de resistência. Amostras de dentina (n=36) foram produzidos pelo desgaste de coroas de molares. O sistema adesivo Scotchbond MP e as resinas Z100 e Silux Plus foram utilizados neste estudo. O teste de resistência de união ao cisalhamento foi conduzido com um dispositivo de guilhotina plana que abraçava metade do cilindro de resina. A espessura do cinzel utilizado foi de 0,25; 0,5; 0,75; 1,0; 1,25 ou 1,5 mm a qual foi comparada com fio ortodôntico. Seis amostras por material e espessura de lâmina foram testados. Todos testes de cisalhamento foi realizado com velocidade de carregamento de 0,5 mm/min. Os resultados foram analisados usando ANOVA/Duncan. Segundo os autores, houve uma diferença significativa entre os resultados obtidos, utilizando cinzel de 0,5 mm e o fio ortodôntico. A espessura do cinzel não afetou significativamente a resistência (p=0,47). A resina Z100 apresentou resultados de união superiores à Silux Plus.

CARDOSO *et al.* (2003) compararam a resistência de união ao cisalhamento de dois sistemas adesivos e dois métodos de aplicação da carga (fio ortodôntico e cinzel). A hipótese da influência do substrato nos resultados também foi investigada. Vinte e quatro dentes humanos extraídos foram incluídos em tubos de PVC com acrílico autopolimerizável e divididos em dois grupos (n=12). A superfície proximal de cada dente foi desgastada e planificada até exposição da dentina. Os sistemas adesivos Etch&Prime 3.0 e Single Bond foram aplicados de acordo com as recomendações dos respectivos fabricantes e restaurações foram feitas usando a resina Z100. Após

armazenagem em água destilada à 37^o C por 24 horas, as amostras foram submetidas ao teste de resistência de união ao cisalhamento usando fio ortodôntico. Os mesmos dentes foram novamente incluídos e a outra face proximal foi desgastada. As amostras foram preparadas como previamente descrito, armazenadas e submetidas ao teste usando cinzel. O teste estatístico de análise de variância de dois fatores e Tukey foram aplicados. Os resultados indicaram que os valores de resistência de união ao cisalhamento foram significativamente melhores para o Etch&Prime 3.0 em relação ao Single Bond para ambos os métodos de aplicação de carga ($p < 0,01$). Em relação aos métodos, valores significativamente maiores ($p < 0,01$) foram obtidos para o Etch&Prime 3.0 quando o cinzel foi aplicado enquanto nenhuma diferença foi observada entre os métodos para o Single Bond. Foi possível observar uma correlação significativa dos valores no mesmo dente ($p < 0,05$). A análise em microscopia eletrônica de varredura demonstrou que o Etch&Prime 3.0 apresentou *tags* mais estreitos que o Single Bond. Assim como, a dentina peritubular não foi adequadamente descalcificada quando o adesivo Etch&Prime 3.0 foi aplicado.

PLACIDO *et al.* (2007) compararam a distribuição da tensão no teste de cisalhamento e microcisalhamento usando análise de elementos finitos a fim de sugerir parâmetros de padronização que possa ter importante influência nos resultados. Planos bidimensionais de elementos finitos foram confeccionados usando os softwares MSCPatran® e MSCMarc®. As configurações dos modelos foram baseadas em publicações de testes de cisalhamento e

microcisalhamento, considerando-os isotrópicos, homogêneos e lineares. Valores médios de módulo de elasticidade e relação de Poisson foram admitidos ao compósito, dentina e sistema adesivo. Os valores máximos de tração e cisalhamento ao longo da interface dentina adesivo foram analisados. A distribuição das tensões foi sempre desigual e diferentes entre os modelos de cisalhamento e microcisalhamento. Uma pronunciada concentração de tensão foi observada nos ângulos interfaciais. Para o teste de microcisalhamento, a camada de adesivo mais espessa e o baixo módulo de elasticidade pode levar ao aumento da tensão. A distância apropriada para aplicação da tensão de cada ensaio foi de 1 mm para o cisalhamento e 0,1 para o microcisalhamento e poderá servir de padronização para ensaios mecânicos. O módulo de elasticidade da resina, a espessura da camada do adesivo e a distância da aplicação de carga são parâmetros importantes de padronização uma vez que influenciam a concentração de tensões.

4 - MATERIAIS E MÉTODO

4.1 - MATERIAIS

Foi utilizado neste estudo um sistema de união de frasco único, recomendado para uso em esmalte e dentina, juntamente com o condicionador ácido específico. Em combinação com o sistema de união, será utilizada uma resina composta desenvolvida e comercializada pelo próprio fabricante do sistema adesivo. A descrição do sistema adesivo e da resina composta, bem como a composição e respectivo lote destes materiais, podem ser visualizadas nas Tabelas 1 e 2.

Tabela 1 - Descrição da resina composta restauradora utilizada no estudo.

Resina composta	Composição *	Fabricante
Z-250 (cor A3,5)	Bis-GMA, UDMA, Bis-EMA, Zircônia / Sílica	3M Dental Products St. Paul, MN

*Informações do fabricante (bula)

Tabela 2 - Descrição do sistema adesivo utilizado no estudo.

Sistema Adesivo	Condicionador (tempo)	Composição**
Single Bond	ácido fosfórico a 35% (15 segundos)	Bis-GMA, HEMA, ácido polialcenóico, etanol, água, ácido poliitacônico, DMA, fotoiniciador

**Perfil técnico do produto (3M)

4.2 - MÉTODO

Foram utilizados neste estudo 60 dentes bovinos do grupo incisivo, submetidos à profilaxia usando pedra pomes e água, escova tipo Robinson em velocidade de baixa rotação em um micromotor e contra-ângulo (Dabi Atlante, Ribeirão Preto, São Paulo, Brasil), selecionados e armazenados pelo período máximo de seis meses em soro fisiológico, à temperatura ambiente até o início do experimento. A inclusão dos dentes, preparo das superfícies dentárias e confecção dos corpos-de-prova foram realizados de acordo com a técnica desenvolvida por Goes (1994).

As raízes dos dentes foram seccionadas e as coroas remanescentes incluídas com resina acrílica ativada quimicamente (Clássico, Artigos Odontológicos Ltda) em cilindros de PVC com 20 mm de diâmetro externo por 20 mm de altura, com a face vestibular voltada para cima e projetada 1 mm além da borda do cilindro de embutimento.

Os cilindros de resina acrílica contendo os dentes incluídos foram posicionados individualmente na região central de uma base metálica, medindo 20,5 mm de diâmetro interno por 75 mm de diâmetro externo por 29,0 mm de altura. A inserção manteve a borda superior do cilindro de plástico paralela à superfície da base metálica e a face vestibular do dente projetada além das bordas justapostas, em posição fixa por meio de um parafuso inserido numa das faces laterais da base metálica (Fig. 1).

Em seguida, com o auxílio de uma politriz vertical (Struers – Panambra - Brasil) e lixas d'água de granulação número 180, 220 e 400, a superfície

vestibular foi planificada sob leve pressão, refrigeração com água, até a obtenção de uma área plana em esmalte, com no mínimo 5 mm de diâmetro.



Figura 1 - Base metálica utilizada como suporte para planificar a superfície dental.

4.2.1 Preparação dos corpos-de-prova para o ensaio de cisalhamento.

Uma fita adesiva (Contact) circular com um orifício central de 4 mm de diâmetro foi colocada sobre a superfície do esmalte, com a finalidade de delimitar a área onde ocorre a união adesivo-material restaurador (Fig. 2).

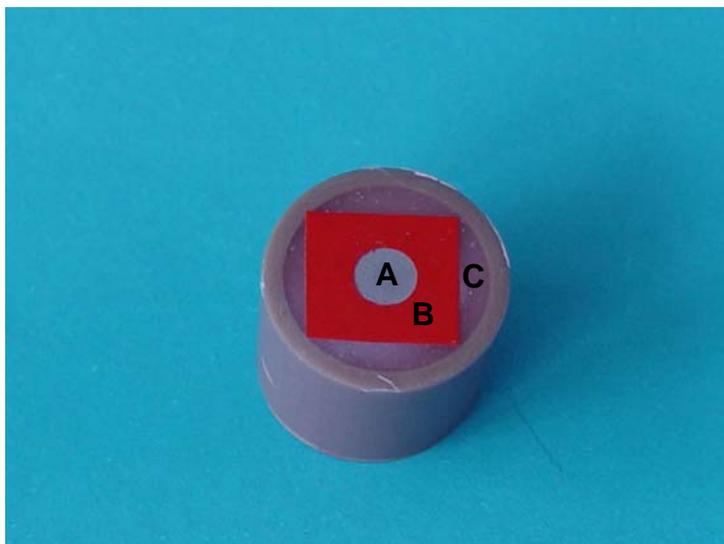


Figura 2 - Área da superfície dental (A) delimitada pela fita adesiva (B) no cilindro de plástico preenchido pela resina acrílica autopolimerizável (C).

As 60 amostras foram divididas em quatro grupos de 15 amostras cada (um grupo para cada largura de cinzel). A seguir, as superfícies foram condicionadas com ácido fosfórico a 35% (3M/ESPE), por 15 segundos, de acordo com a indicação do fabricante. A aplicação do agente condicionador foi realizada por meio de uma seringa e, em seguida, lavada em água corrente com o auxílio de uma seringa tríplice ar / água, por 15 segundos e levemente seca com jatos de ar, também de acordo com as instruções do fabricante.

Após o procedimento de condicionamento ácido, as amostras foram posicionadas individualmente na parte inferior de uma matriz metálica em aço inox até que a superfície plana do dente incluído em resina acrílica ficasse paralela à borda superior da base metálica e mantida em posição por meio de um parafuso inserido numa das faces laterais (Figura 3). A seguir, o sistema adesivo Single Bond foi aplicado sobre o esmalte, usando um aplicador (Microbursh) de acordo com as instruções do fabricante. A fotoativação foi realizada com um aparelho por luz halógena (XL 3000, 3M/ESPE), com potência aproximada de 500 mW/cm^2 , a qual foi aferida periodicamente através de um radiômetro (EFOS).

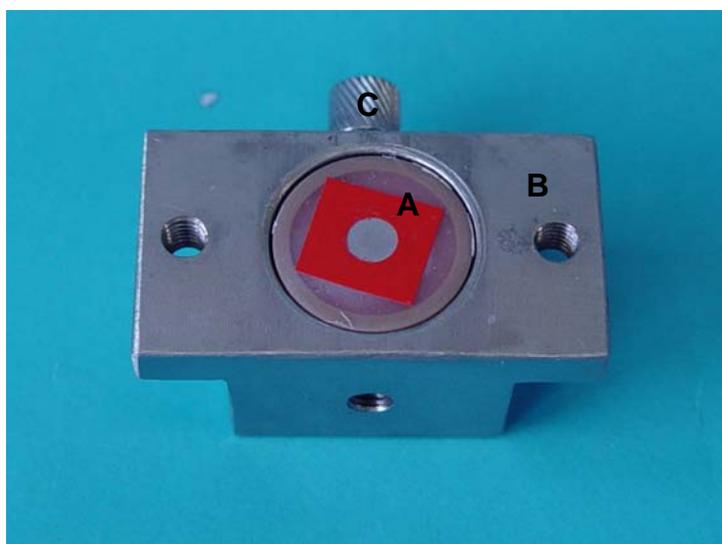


Figura 3 – Cilindro de PVC contendo o dente bovino (A) inserido na parte inferior da matriz metálica (B) e fixada através de parafuso lateral (C).

A parte superior da matriz também era constituída de aço inox e continha uma porção bipartida em teflon a qual possuía um orifício central com 5 mm de diâmetro e 9 mm de altura, o qual servia para inserção do material restaurador (Figura 4). Este conjunto foi posicionado sobre a porção inferior que continham a amostra, também fixado por dois parafusos na região superior. Existiu justaposição entre a área delimitada em esmalte e o orifício na matriz de teflon em função das pequenas movimentações permitidas na porção superior, pela soltura dos parafusos laterais (Fig. 4).

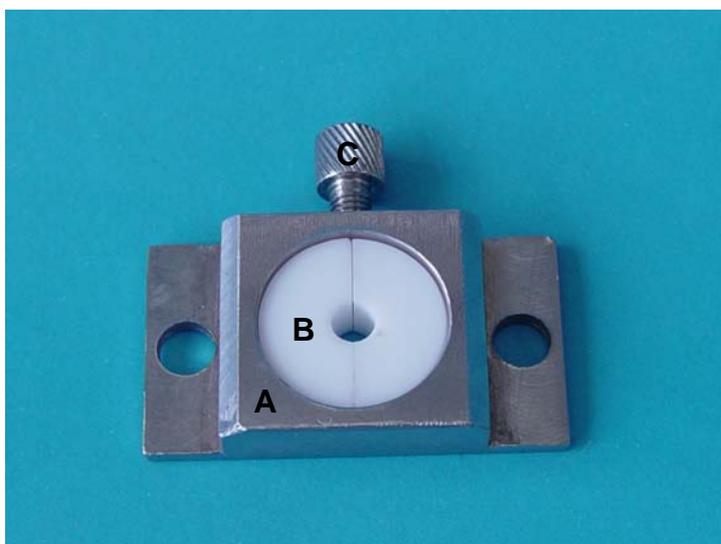


Figura 4 – Parte superior da matriz. (A) Parte metálica; (B) Matriz de Teflon bipartida; (C), Parafuso de fixação

A seguir, o compósito Z-250 (3M) foi inserido no orifício central da matriz de teflon em quatro camadas de aproximadamente 2,5 mm de espessura, por meio de uma espátula metálica (Thompson #6). Cada camada de compósito foi polimerizada durante 20 segundos, usando luz halógena emitida pelo

aparelho XL 3000 (3M), com intensidade aproximada de 500 mW/cm^2 , aferida com um radiômetro (EFOS). Após este procedimento, os parafusos que unem a parte superior e inferior da matriz de aço foram liberados, permitindo a remoção da matriz de teflon e, conseqüentemente, a obtenção do corpo-de-prova para o ensaio de cisalhamento (Fig. 5).

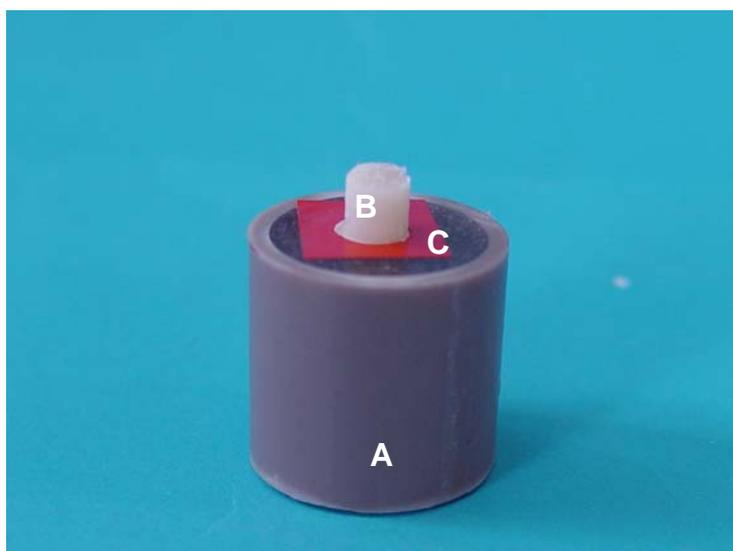


Figura 5 – Corpo de Prova finalizado. (A) cilindro de PVC; (B) cilindro de resina composta (C) fita delimitadora tipo *Contact*.

Logo após a confecção, os corpos-de-prova, seguindo-se especificações da ISSO, foram armazenados por uma hora a $37 \text{ }^\circ\text{C}$ e 100% de umidade relativa e posteriormente por 23 horas imersos em água destilada a 37°C em estufa (Fanem, Brasil), totalizando 24 horas de armazenagem.

A seguir, os corpos-de-prova foram submetidos ao ensaio de cisalhamento em uma máquina de ensaio universal EMIC DL 2000 (EMIC,

Brasil) a uma velocidade de 0,5 mm/minuto (HARA, PIMENTA & RODRIGUES, 2001). Para isso, cada corpo-de-prova foi alojado horizontalmente numa luva metálica, com 20,5 mm de diâmetro interno por 20 mm de altura, fixada ao mordente inferior da máquina de ensaio universal. No mordente superior foram fixados os cinzéis com largura de 0,5, 1,0, 2,0 e 3,0 mm de largura utilizados para o carregamento axial (Figura 6).

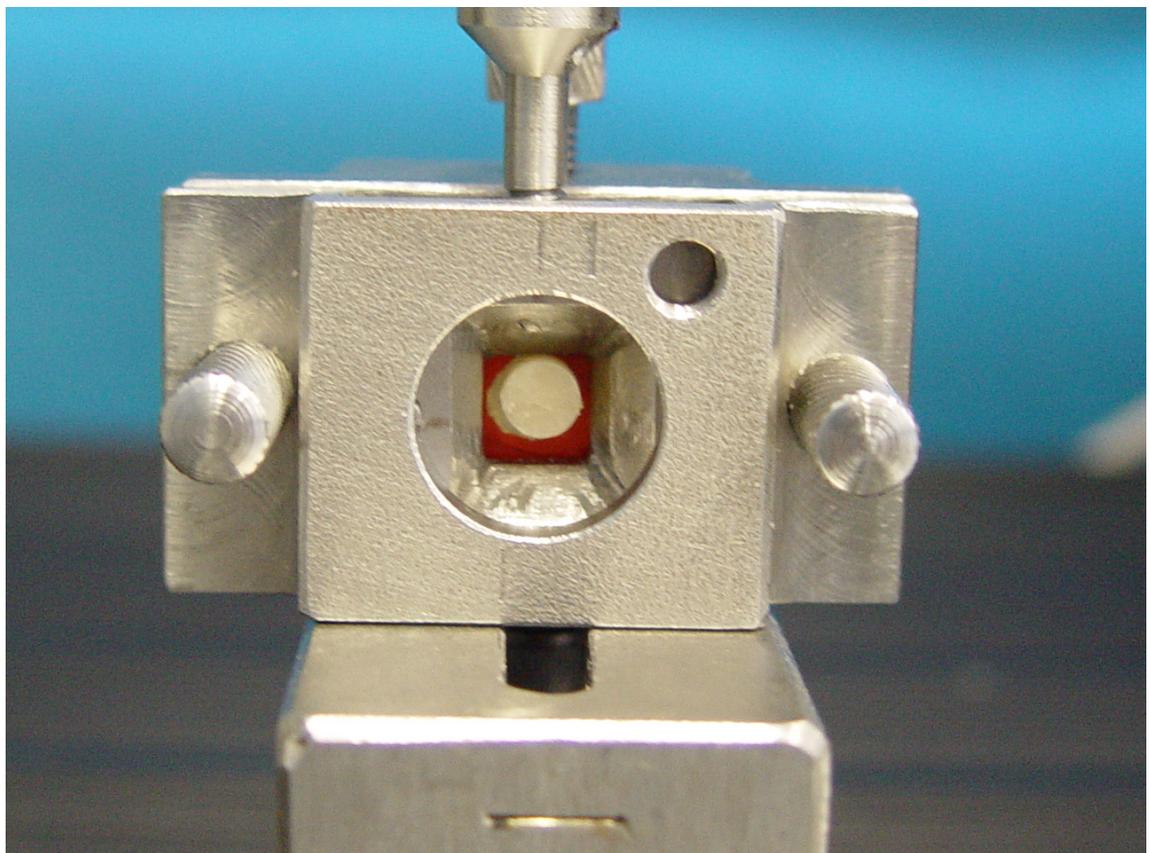


Figura 6 - Corpo-de-prova posicionado para o ensaio de cisalhamento.

A resistência de união ao cisalhamento será calculada pela seguinte fórmula:

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

Onde: R_c é, a resistência ao cisalhamento; F , a força aplicada em Newton; e A , a área de união. Os dados obtidos em megapascal (MPa) serão tratados estatisticamente com análise de variância (ANOVA) ao nível de significância de 5%. No caso de diferença estatisticamente significativa, os dados foram tratados com o teste *de Duncan* com nível de significância de 5%.

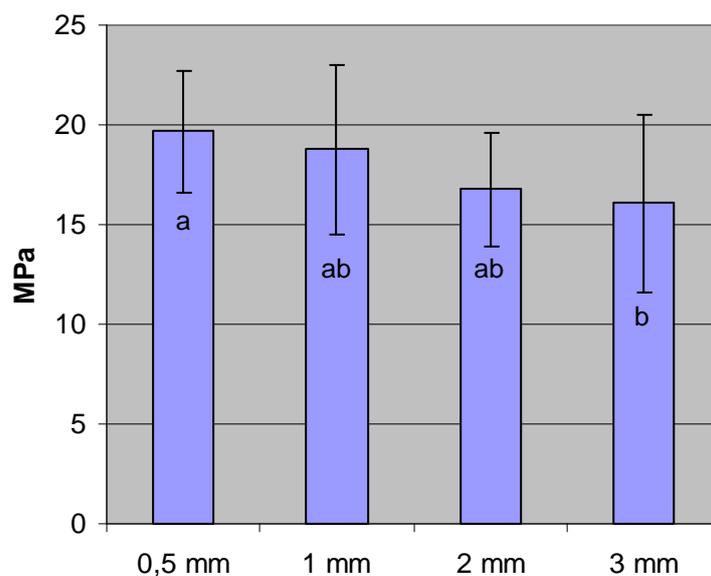
5 - RESULTADOS

Baseado nos resultados obtidos nos ensaios mecânicos foi possível observar que houve diferença estatisticamente significativa entre os grupos quando submetidos à análise de variância ($p = 0,045$) e teste de comparações múltiplas de Duncan. A menor média (MPa) registrada foi para o grupo testado com cinzel de 3 mm (16,06) a qual não diferiu estatisticamente dos grupos de 2 (16,77) a 1 mm (18,78). A maior média (MPa) registrada foi para o grupo de 0,5 mm (19,66) que não diferiu dos grupos de 1,0 e 2,0 mm, no entanto, foi estatisticamente diferente do grupo com cinzel de 3,0 mm (Tabela 1).

Tabela 1 – Comparação das médias (MPa) obtidas no ensaio de resistência de união ao cisalhamento.

Largura do cinzel (mm)	Resistência de união ao cisalhamento (MPa)	n	DP (MPa)
0,5	19,66 ^a	13	3,01
1	18,78 ^{ab}	15	4,23
2	16,77 ^{ab}	15	2,88
3	16,06 ^b	15	4,47

* Médias seguidas de diferentes letras diferem entre si ao nível de significância de 5% pelo teste de análise de variância e Duncan.



* Médias seguidas de diferentes letras diferem entre si ao nível de significância de 5% pelo teste de análise de variância e Duncan.

Gráfico 1 – Representação gráfica das médias (MPa) e desvio padrão dos grupos testados.

Ao submeter os resultados ao teste de correlação de Pearson, foi possível observar uma correlação negativa entre as variáveis ($r = -0,363$; Tabela 2).

Tabela 2 – Tabela de correlação de Pearson entre a variável largura do cinzel e resistência de união.

	Largura do cinzel	Resistência de união ao cisalhamento
Largura do cinzel	1,00	-0,363*
Resistência de união ao cisalhamento	-0,363*	1,00

* Correlação significativa ao nível de 0,01.

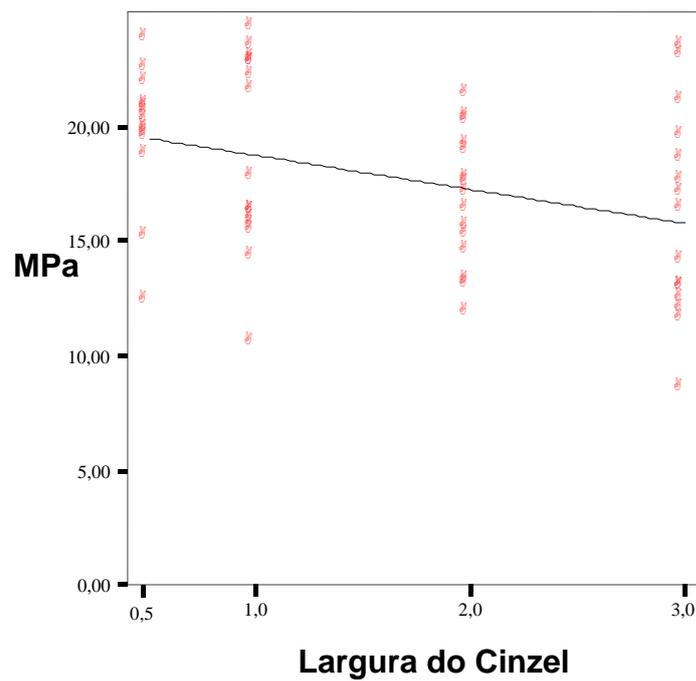


Gráfico 2 – Representação gráfica da correlação de Pearson entre a variável largura do cinzel e resistência de união.

6 - DISCUSSÃO

A utilização de testes *in vitro* para avaliação dos diversos materiais dentários disponíveis comercialmente se constitui num procedimento usual e necessário para a classificação quantitativa e qualitativa dos mesmos, além de servir como protocolo de estudos *in vivo*.

Dentre os procedimentos laboratoriais, se destacam os ensaios de resistência de união através de tração, cisalhamento e mais recentemente a microtração. Entretanto, existem inúmeros parâmetros para um mesmo tipo de teste, levando a resultados até certo ponto divergentes, o que dificulta a comparação de dados entre os diversos autores (RETIEF, 1991; TAKEMORI *et al.*, 1993) e uma possível extrapolação para a situação clínica (WATANABE & NAKABAYASHI, 1994).

Neste estudo, a resistência da união esmalte-resina composta foi selecionada para avaliação através de quatro larguras de cinzel utilizadas para ensaio de cisalhamento, conforme a especificação CD TR 11405 da ISO . A escolha do esmalte dental como substrato para união, se deve ao fato do mesmo requerer um protocolo de união bastante simples em função do seu alto conteúdo mineral, fato este que não ocorre com o tecido dentinário. Dessa forma, a influência do substrato sobre a variação dos resultados foi reduzida, o que facilitou a avaliação e comparação dos aparatos metodológicos entre si. O teste de cisalhamento foi selecionado para comparação por se constituir num método bastante empregado na literatura (AL-SALEHI & BURKE, 1997), e por

haver dúvida quanto à distribuição de tensões na interface adesiva de acordo com a largura do cinzel empregado, assim como não existe consenso entre os diversos parâmetros para testes de resistência de união (ØILO, 1993; WATANABE & NAKABAYASHI, 1994). Neste estudo, rejeitou-se a hipótese nula uma vez que foi constatado haver diferença estatística entre os grupos testados de 0,5mm e 3,0 mm.

Os resultados numéricos demonstraram que à medida que a largura do cinzel aumenta ocorre diminuição nos valores de resistência de união, levando a crer que ocorre dissipação de tensões através da interface de contato cinzel/cilindro de resina (Tabela 1 e Gráfico 1), apesar da não diferença estatística nos valores de resistência obtido com os cinzéis de 0,5, 1,0 e 2,0 mm. Tais achados estão de acordo com aqueles demonstrados por Sinhoreti et al., em 2001, que avaliaram três diferentes aparatos para realizar o ensaio de cisalhamento (fita metálica, fio ortodôntico e cinzel) e verificaram que quanto menor a interface de contato, maiores eram os valores de resistência de união.

A literatura apresenta inúmeros estudos onde o carregamento com fio ortodôntico é empregado como aqueles de Ishioka & Caputo¹⁷ e Berry & Powers³, especificamente no campo dos adesivos dentinários.

O teste de cisalhamento com cinzel induz, segundo Sinhoreti et al, 2001 um esforço de clivagem, onde as tensões inicialmente concentradas evoluem posteriormente para tensões de natureza complexa e de difícil caracterização.

Neste experimento em particular, optou-se por aproximar o máximo possível a lâmina do cinzel da interface adesiva, tentando minimizar o efeito de flexão que poderia ser gerado como variável metodológica, pois segundo

Plácido em 2007, quanto mais distante é a aplicação da carga em relação à interface adesiva, menor é a resistência de união ao cisalhamento. Segundo o mesmo, a distância apropriada para aplicação da tensão de cada ensaio foi de 1,0 mm para o cisalhamento em estudo de elemento finito.

Desta forma, a utilização de aparatos metodológicos diferentes visando o mesmo objetivo, se constitui na introdução de variáveis dentro de um mesmo teste, o que diverge os valores de resistência de união (RETIEF, 1991; SINHORETI, 2001).

Com base nos resultados obtidos, pode-se conjecturar que o método de cisalhamento empregado influenciou de maneira significativa nos resultados de resistência de união, o que está de acordo com os achados de ØILO & OLSSON, em 1990.

Além disso, os resultados encontrados neste estudo, bem como aqueles evidenciados por outros autores (ØILO, 1993; SINHORETI, 2001; TAKEMORI *et al.*, 1993; VAN NOORT *et al.*, 1989; VAN NOORT *et al.*, 1991), alertam para uma padronização urgente dos procedimentos que envolvem os testes de resistência de união. O comportamento de outros substratos frente a estas metodologias, bem como a inclusão de outras variáveis, se constitui em sugestão para investigações futuras.

7 - CONCLUSÕES

Com base nos achados deste estudo foi possível concluir que:

- 1) O ensaio de cisalhamento com cinzel de 0,5 mm produziu os maiores valores de resistência de união, os quais não diferiram estatisticamente dos grupos com cinzel de 1,0 e 2,0 mm ($p > 0,05$), porém houve diferença estatisticamente significativa em relação ao grupo com cinzel de 3,0 mm ($p < 0,05$), o qual produziu os menores valores de resistência de união;
- 2) Os grupos com cinzel de 1,0 e 2,0 mm não diferiram estatisticamente entre si e também não diferiram estatisticamente dos demais grupos ($p > 0,05$).

8 - REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS[†]

AL-SALEHI, S.K., BURKE, F.J.T. **Methods used in dentin bonding tests: An analysis of 50 investigations on bond strength.** Quintessence int., Berlin, v.28, n. 11, p.717-723, 1997.

BARKMEIER, W.W., SHAFFER, S.E., GWINNETT, A.J. **Effects of 15 vs. 60 second enamel acid conditioning on adhesion and morphology.** Operative Dent., Seattle, v.11, n.3, p. 111-116, Summer, 1986.

_____, COOLEY, R.L. **Laboratory evaluation of adhesive systems.** Operative Dent., Seattle, p.50-61, July, 1992. [Supplement, 5]

BERRY EA, POWERS JM. **Bond strength of adhesive composites to dental substrates.** J Prosthodont. 1994 Sep;3(3):126-9.

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

_____, WILEMAN, W., BRUDEVOLD, F. **A report on a resin composition capable of bonding to human dentin surfaces.** J. dent. Res., Washington, v.35, n.6, p.846-851, Dec. 1956.

BURROW, M.F. et al. **Early tensile bond strengths of several enamel and dentin bonding systems.** J. dent. Res., Washington, v.73, n.2, p.522-528, Feb. 1994.

[†] De acordo com a NBR 6023 de agosto de 2002.

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

CARDOSO, P.E.C. *et al.* **Influence of the substrate and load application method on the shear bond strength of two adhesive systems.** Oper. Dent., Seattle, v. 28, n. 4, p. 388-394, Jul-Ago. 2003.

DELLA BONA, A., VAN NOORT, R. **Shear vs. tensile bond strength of resin composite bonded to ceramic.** J. Dent. Res., Washington, v.74, n.9, p.1591-1596, Sep. 1995.

HARA, A.T.; PIMENTA, L.A.F. RODRIGUES JR., A.L. **Influence of cross-head speed on resin-dentin shear bond strength.** Dent. Mater., Washington, v. 17, p. 165-169, 2001.

HOLTAN, J.R. *et al.* **Influence of different etchants and etching times on shear bond strength.** Operative Dent., Seattle, v.20, n.2, p.94-99, Apr. 1995.

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, 1994.

ISHIOKA S, CAPUTO AA. **Interaction between the dentinal smear layer and composite bond strength.** J Prosthet Dent. Feb;61(2):180-5, 1989

MASON, P.N., *et al.* **Shear bond strength of four dentinal adhesives applied *in vivo* and *in vitro*.** J. Dent., Oxford, v.24, n.3, p.217-222, May 1996.

MONDRAGON, E.; SODERHOLM, K.J. **Shear strength of dentin and dentina bonded composites.** J. Adhes. Dent., v. 3, n. 3, p. 227-36, Fall. 2001.

ØILO, G. **Bond strength testing - what does it mean?** Int. dent. J., Guildford, v.43, n.5, p. 492-498, Oct. 1993.

_____, AUSTRHEIM, E.K. **In vitro quality testing of dentin adhesives.** Acta odont. scand., Oslo, v. 51, n.4, p. 263-269, Aug. 1993.

_____, OLSSON, S. **Tensile bond strength of dentin adhesives: a comparison of materials and methods.** Dent. Mater., Washington, v.6, n.2, p.138-144, Apr. 1990.

PASHLEY, D.H. **The effects of acid etching on the pulpodentin complex.** Oper. Dent., Seattle, v.17, p.229-242, 1992.

PLACIDO, E. *et al.* **Shear versus micro-shear bond strength test: A finite element stress analysis.** Dent. Mater., Washington, v. 23, p. 1086-1092, 2007.

RETIEF, H.D. **Standardizing laboratory adhesion tests.** Am. J. Dent., San Antonio, v.4, n.5, p.231-236, Oct. 1991.

_____, et al. **Tensile bond strengths of dentin bonding agents to dentin.** Dent. Mater, Washington, v.2, p.72-77, 1986.

SHERIFF, M. Dental materials 1991 literature review: **Adhesion and mechanisms.** J. Dent., Surrey, v.21, p. 10-11, 1993.

SINHORETI, M.A.C. et al. **Influence of loading types on shear strength of the dentin-resin interface bonding.** Journal of Materials Science: Materials in Medicine, London, v.12, n.1, p.39-44, 2001.

SUDSANGIAM, S., VAN NOORT, R. **Do dentin bond strength tests serve a useful purpose?** J. Adhesive Dent., v.1, n.1, p.57-67, Jan. 1999.

TAKEMORI, T. et al. **Factors affecting tensile bond strength of composite to dentin.** Dent. Mater., Washington, v.8, n.3, p.136-138, Mar. 1993.

VAN NOORT, R. et al. **A critique of bond strength measurements.** J. Dent., Surrey, v.17, n.2, p. 61-67, Apr. 1989.

_____, et al. **The effect of local interfacial geometry on the measurement of the tensile bond strength to dentin.** J. dent. Res., Washington v.70, n.5, p.889-893, May. 1991.

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

WATANABE, I., NAKABAYASHI, N. **Measurement methods for adhesion to dentine: the current status in Japan.** J. Dent., Oxford, v.22, n.2, p.67-72, Apr. 1994.