



**UNIVERSIDADE ESTADUAL PAULISTA**  
**“JÚLIO DE MESQUITA FILHO”**  
Campus de São José dos Campos  
Instituto de Ciência e Tecnologia

**IVAN BALDUCCI**

**ABORDAGENS ESTATÍSTICAS EM TESTES DE  
RESISTÊNCIA DE UNIÃO ENTRE DENTINA BOVINA,  
SISTEMA ADESIVO E RESINA COMPOSTA**

2014

Apresentação gráfica e normalização de acordo com:  
Alvarez S, Coelho DCAG, Couto RAO, Durante APM. Guia prático para  
Normalização de Trabalhos Acadêmicos do ICT. Rev. São José dos Campos:  
ICT/UNESP; 2013.

B193a Balducci, Ivan

Abordagens estatísticas em testes de resistência de união entre dentina bovina,  
sistema adesivo e resina composta  
/ Ivan Balducci. - São José dos Campos: [s.n.], 2014.  
142 f. : il.

Tese (Doutorado em Odontologia Restauradora) – Instituto de Ciência e  
Tecnologia de São José dos Campos, UNESP - Univ Estadual Paulista, 2014.

Orientador: Marcia Carneiro Valera.

Co-Orientador: Rodrigo Máximo de Araújo

1. Resistência adesiva. 2. Teste de tração. 3 Adesivo dentinário. 4. Estatística. 5.  
Biostatística. I.Valera, Marcia Carneiro. II. Instituto de Ciência e Tecnologia de São  
José dos Campos, UNESP - Univ Estadual Paulista. III. Universidade Estadual  
Paulista “Júlio de Mesquita Filho”. IV. UNESP – Univ Estadual Paulista. V. Título

t519

Ficha catalográfica elaborada pelo Serviço Técnico de Biblioteca e Documentação do  
Instituto de Ciência e Tecnologia de São José dos Campos – UNESP

## AUTORIZAÇÃO

Autorizo a reprodução e divulgação total ou parcial deste trabalho, por  
qualquer meio convencional ou eletrônico, desde que citada a fonte.

São José dos Campos, 25 de Abril de 2014.

E-mail: ivan@ict.unesp.br

Assinatura: \_\_\_\_\_

**IVAN BALDUCCI**

**ABORDAGENS ESTATÍSTICAS EM TESTES DE RESISTÊNCIA DE  
UNIÃO ENTRE DENTINA BOVINA, SISTEMA ADESIVO E RESINA  
COMPOSTA**

Tese apresentada ao curso de Odontologia do Instituto de Ciência e Tecnologia, UNESP - Univ Estadual Paulista, Campus de São José dos Campos, como parte dos requisitos para a obtenção do título de DOUTOR, pelo Programa de Pós-Graduação em ODONTOLOGIA RESTAURADORA, Especialidade Dentística.

Orientadora: Profa. Titular Marcia Carneiro Valera

Co-orientador: Prof. Dr. Rodrigo Máximo de Araújo

São José dos Campos

2014

## **BANCA EXAMINADORA**

**Prof. Dr. Rodrigo Máximo de Araujo (Co-Orientador)**

Instituto de Ciência e Tecnologia  
UNESP – Univ Estadual Paulista  
Campus de São José dos Campos

**Prof. Dr. César Rogério Pucci**

Instituto de Ciência e Tecnologia  
UNESP – Univ Estadual Paulista  
Campus de São José dos Campos

**Prof. Dr. Eron Toshio Colauto Yamamoto**

Universidade Nove de Julho

**Profa. Dra. Lilian Maekawa**

Instituto de Ciência e Tecnologia  
UNESP – Univ Estadual Paulista  
Campus de São José dos Campos

**Prof. Dr. Alberto Noriyuki Kojima**

Instituto de Ciência e Tecnologia  
UNESP – Univ Estadual Paulista  
Campus de São José dos Campos

São José dos Campos, 25 de abril de 2014.

## DEDICATÓRIA

*A meus queridos pais **Piero** (in memoriam) e **Mirian** pela vida, educação e formação moral.*

*Ao meu irmão **Luís** e às minhas irmãs **Claudia** e **Paula** pelo incentivo.*

## **AGRADECIMENTOS**

*À UNESP - Univ Estadual Paulista, na pessoa do diretor da Faculdade de Odontologia de São José dos Campos, Prof. Adj. Carlos Augusto Pavanelli do vice-diretor Prof. Estevao Tomomitsu Kimpara.*

*Ao Programa de Pós-graduação em Odontologia Restauradora, na pessoa da coordenadora Profa. Titular Marcia Carneiro Valera.*

*Ao Prof. Dr. Rodrigo Maximo de Araujo pela amizade e cooperação da realização deste trabalho.*

*À Profa. Titular Maria Amélia Maximo de Araujo pela dedicação, pela amizade e pela paciência.*

*Aos docentes do Programa de Pós-graduação em Odontologia Restauradora.*

*À doutoranda Fernanda Alves Feitosa pela disponibilidade em cooperar para a realização deste trabalho.*

*À mestranda Mariana de Andrade Ferreira Camilo pela dedicação e ajuda na parte experimental.*

*Aos alunos de Pós Graduação: Carolina Cotes Marinho, Débora Antunes, Lígia Tieki Yamamoto, Marina Amaral, Nádia Ferreira, Pedro Henrique Corazza, Rosemary Soares de Santana, Sabrina Alves Feitosa, Sâmia Carolina Mota Cavalcanti, Viviane Maria Gonçalves de Figueiredo e Vinícius Anéas Rodrigues.*

*"Tiveste a grande sorte de encontrar mestres de verdade, amigos autênticos, que te ensinaram sem reservas tudo quanto quiseste saber; não precisaste de artimanhas para lhes "roubar" a sua ciência, porque te indicaram o caminho mais fácil, embora a eles lhe tenha custado duro trabalho e sofrimentos descobri-lo... Agora, toca-te a ti fazer outro tanto, com este, com aquele, com todos!"*

*São Josemaria, livro: Sulco, capítulo: Amizade, ponto 733*

## SUMÁRIO

<b>LISTA DE FIGURAS .....</b>	<b>8</b>
<b>LISTA DE QUADROS E TABELAS .....</b>	<b>12</b>
<b>LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS.....</b>	<b>15</b>
<b>RESUMO .....</b>	<b>16</b>
<b>ABSTRACT .....</b>	<b>17</b>
<b>1INTRODUÇÃO.....</b>	<b>18</b>
<b>2 REVISÃO DA LITERATURA.....</b>	<b>23</b>
<b>2.1 Macrotração .....</b>	<b>23</b>
<b>2.2 Microtração .....</b>	<b>34</b>
<b>2.3 Estudos comparativos entre os testes de adesão.....</b>	<b>54</b>
<b>3 PROPOSIÇÃO.....</b>	<b>66</b>
<b>4 MATERIAL E MÉTODOS.....</b>	<b>67</b>
<b>4.1 Obtenção e preparo dos dentes.....</b>	<b>67</b>
<b>4.2 Materiais empregados.....</b>	<b>69</b>
<b>4.3 Divisão dos grupos experimentais .....</b>	<b>69</b>
<b>4.4 Descrição detalhada dos procedimentos para confecção das amostras de microtração .....</b>	<b>71</b>
<b>4.5 Preparo das amostras para submissão aos ensaios de microtração.....</b>	<b>72</b>
<b>4.6 Preparo das amostras para submissão aos ensaios de macrotração .....</b>	<b>75</b>
<b>4.7 Avaliação do tipo de fratura na microtração e macrotração após 24 h e após o envelhecimento acelerado .....</b>	<b>78</b>
<b>4.8 Delineamento experimental e análise estatística .....</b>	<b>80</b>
<b>5 RESULTADOS .....</b>	<b>84</b>
<b>5.1 Ensaio de macrotração .....</b>	<b>84</b>



<b>5.2 Ensaio de microtração .....</b>	<b>88</b>
<b>5.3 Influência da termociclagem nos ensaios de macro e de microtração .....</b>	<b>98</b>
<b>5.4 Avaliação comparativa entre as condições de termociclagem, segundo o tipo de falha observada .....</b>	<b>103</b>
<b>6 DISCUSSÃO .....</b>	<b>109</b>
<b>6.1 Da Metodologia .....</b>	<b>109</b>
<b>6.2 Dos Resultados .....</b>	<b>116</b>
<b>7 CONCLUSÃO .....</b>	<b>125</b>
<b>8 REFERÊNCIAS .....</b>	<b>126</b>
<b>APÊNDICES .....</b>	<b>134</b>

## LISTA DE FIGURAS

Figura 1- Desenho esquemático do corte da amostra, obtendo-se os palitos.....	73
Figura 2 - A) Amostra fixada sobre resina acrílica; B) Corte longitudinal da amostra; C) Corte transversal da amostra; D) Paquímetro medindo palito; E) Palito colado no dispositivo de metal; F) Dispositivo na máquina de testes universais; G) Palito fraturado .....	74
Figura 3 – a) Dispositivo para inserção da resina composta sobre a dentina; b) Formato de cone invertido da matriz.....	76
Figura 4 - Desenho esquemático do corpo-de-prova (Dentina + Resina Composta). .....	76
Figura 5- a) Dispositivo para transferência do corpo-de-prova para o ensaio; b) Parafuso acoplado para encaixe na máquina Emic. ....	77
Figura 6 – a) Dente Bovino seccionado; b) Desgaste da superfície vestibular; c) Resina composta inserida; d) Adaptação do dispositivo de cobre bipartido; e) Adaptação do anel de aço bipartido; f) Conjunto acoplado para fixação a máquina de ensaio Emic. ....	77
Figura 7 - Máquina de Testes Universais.....	78
Figura 8 - Estereomicroscópio óptico - Karl Zeiss/ Stemi 2000C-MC-80-DX.....	79

Figura 9 - Esquema ilustrativo das fraturas.....	80
Figura 10- Delineamento Experimental.....	81
Figura 11 – Curva de sobrevivência cumulativa dos valores de RU (MPa), segundo a condição de termociclagem .....	86
Figura 12 – Probabilidade de falha <i>versus</i> valores de RU (MPa) obtidos no ensaio de macrotração, independentemente da condição de termociclagem.....	87
Figura 13 - Probabilidade de falha <i>versus</i> valores de RU (MPa) obtidos no ensaio de microtração, de acordo com o tipo de termociclagem. ....	89
Figura 14 - Gráfico de pontos ( <i>dotplot</i> ) dos valores de RU obtidos nos ensaio de microtração em cada “palito” (indicado pelo círculo de cor azul), independentemente do tipo de falha (TF), de acordo com o dente. Linhas tracejadas indicam os valores percentis 10% e 90%. A) sem termociclagem; B) com termociclagem. ....	93
Figura 15 - Gráfico de pontos ( <i>dotplot</i> ) representando os valores de RU (MPa), ao redor do valor médio (representado pelo traço horizontal cor preta), segundo a condição de termociclagem. A) sem termociclagem; B) com termociclagem. Os valores médios são indicados por linhas tracejadas: a linha tracejada, cor vermelha, corresponde aos valores na faixa de percentis de 10% e 90%; a linha tracejada, cor azul, corresponde a todos os valores. ....	95
Figura 16 - Sem termociclagem. Representação dos valores de RU (indicadas pelo círculo de cor preta), correspondendo aos palitos testados em cada dente e respectivo valor médio. A linha tracejada,	

cor verde, indica os palitos obtidos em cada dente. A linha tracejada, cor vermelha, indica a variabilidade entre os dentes. .... 96

Figura 17 - Com termociclagem. Representação dos valores de RU (indicadas pelo círculo de cor preta), correspondendo aos palitos testados em cada dente e respectivo valor médio. A linha tracejada, cor verde, indica os palitos obtidos em cada dente. A linha tracejada, cor vermelha, indica a variabilidade entre os dentes. .... 97

Figura 18 - Gráfico de colunas (média  $\pm$  desvio padrão) e correspondente gráfico de caixa (*boxplot*) dos valores de resistência de união obtidos em dentes bovinos, segundo o tipo de teste e da condição de termociclagem, desconsiderando as FPT..... 100

Figura 19 - Gráfico de colunas (média $\pm$ dp) dos valores de RU (MPa), segundo as condições experimentais. FPT: falha pré-teste (valores atribuídos: zero, 4 MPa e metade do valor mínimo no grupo). .... 101

Figura 20 - Distribuição da frequência absoluta ( $n^{\circ}$ ) de amostras testadas no ensaio de microtração, segundo o tipo de falha e condição de termociclagem (sem e com). (ades.: adesiva; cd: coesiva na dentina; cr: coesiva na resina; m: mista)..... 104

Figura 21 - Distribuição da frequência relativa (%) dos palitos testadas no ensaio de microtração, segundo o tipo de falha e condição de termociclagem (sem e com). (ades.: adesiva; cd: coesiva na dentina; cr: coesiva na resina; m: mista). .... 104

Figura 22 - Condição Sem Termociclagem versus Tipo de Falha. Gráfico de pontos (*dotplot*) dos valores de RU. O símbolo círculo, cor vermelha, corresponde aos 84 valores dos palitos testados em cada

dente. O símbolo losango, cor azul, corresponde ao valor médio dos palitos em cada dente. .... 106

Figura 23 - Condição Com Termociclagem versus Tipo de Falha. Gráfico de pontos (*dotplot*) dos valores de RU. O símbolo círculo, cor vermelha, corresponde aos 66 valores dos palitos testados em cada dente. O símbolo losango cor azul corresponde ao valor médio dos palitos em cada dente. .... 106

Figura 24 - Gráfico de colunas (média  $\pm$  dp) dos valores de resistência de união, segundo o tipo de falha e condição de termociclagem (sem e com). .... 107

Figura 25 - Gráfico de colunas (média  $\pm$  desvio padrão) e correspondente gráfico de caixa (*boxplot*) dos valores de resistência de união obtidos em dentes bovinos, segundo o tipo de teste, de condição de termociclagem e do tipo de falha ..... 108

Figura 26 – Curva de poder do teste, para um delineamento experimental (tipo 2 x 2), sob diferentes tamanhos amostrais (n), sob erro experimental estimado (dp) igual a 5 MPa. .... 135

Figura 27 – Curva de poder do teste, para um delineamento experimental (tipo 2 x 2), sob diferentes tamanhos amostrais (n), sob erro experimental estimado (dp) igual a 10 MPa. .... 135

## LISTA DE QUADROS E TABELAS

Quadro 1- Materiais utilizados e composição .....	69
Quadro 2- Seqüência do preparo das amostras .....	70
Tabela 1 - Valores de RU(MPa) obtidos*, segundo o envelhecimento ....	85
Tabela 2 - Análise de Weibull para os dados de macrotração, segundo o envelhecimento.....	85
Tabela 3 - Análise de Weibull para os dados de macrotração, independentemente da condição de termociclagem.....	87
Tabela 4 - Valores médios de RU(MPa) obtidos em cada dente, segundo a condição de envelhecimento .....	88
Tabela 5 - Análise de Weibull para os dados de microtração segundo a condição de envelhecimento.....	89
Tabela 6 - Condição sem termociclagem. 84 valores. Estatística descritiva para os dados de RU (MPa) no ensaio de microtração, em cada unidade experimental (dente).....	91
Tabela 7 - Condição sem termociclagem. 68 valores na faixa percentil (de 10% a 90%). Estatística descritiva para os dados de RU (MPa) no ensaio de microtração, em cada unidade experimental (dente).....	91

Tabela 8 - Condição com termociclagem. Todos os 66 valores. Estatística descritiva para os dados de RU (MPa) no ensaio de microtração, em cada unidade experimental (dente) .....	92
Tabela 9 - Condição com termociclagem. 54 valores na faixa percentil (de 10 a 90%). Estatística descritiva para os dados de RU (MPa) no ensaio de microtração, em cada unidade experimental (dente).....	92
Tabela 10 - Estatística descritiva para os dados de RU (MPa) no ensaio de microtração, de acordo com a condição de envelhecimento ...	94
Tabela 11 - Sem <i>versus</i> Com Termociclagem. Análise comparativa, em termos de valores estimados de variabilidade, de acordo com o método de componentes de variação devido ao fator dente (efeito aleatório) em relação aos palitos .....	96
Tabela 12 - Erro de medição estimado para os palitos em cada condição experimental .....	98
Tabela 13 - Distribuição da ocorrência de falhas pré-teste (FPT) em cada dente, segundo a condição de termociclagem .....	99
Tabela 14 - Sem Termociclagem versus Com Termociclagem. Média ( $\pm$ desvio padrão) dados de RU (MPa) nos ensaios de macro e microtração. Intervalo de confiança (IC: 95%) e teste de hipótese na comparação dos valores médios. Resultado do teste t- <i>Student</i> . .....	101
Tabela 15 - Resultado do teste de comparação múltipla de médias de Tukey (5%) para as quatro condições experimentais. Formação de grupos homogêneos em termos de resistência de união.....	102
Tabela 16 - Estatística descritiva dos valores de RU (MPa), de acordo com o tipo de falha e da condição de termociclagem .....	107

Tabela 17 – Condição: sem Termociclagem. Valores de RU (MPa) obtidos no ensaio de microtração (L1: largura; L2: espessura; TF: tipo de falha).....	136
Tabela 18 – Condição: com Termociclagem. Valores de RU (MPa) obtidos no ensaio de microtração (L1: largura; L2: espessura; TF: tipo de falha).....	138
Tabela 19 – Formação de grupos homogêneos em termos de RU (MPa), via teste de Dunn (5%), das condições experimentais, (ST: sem termociclagem; CT: com termociclagem), obtido por meio do programa computacional Statistix (Analytical Software, version 9.1, 2012) .....	140
Tabela 20 – Condição sem termociclagem. Distribuição da frequência dos tipos de observados em cada dente .....	141
Tabela 21 – Cálculo da proporção de falhas (condição sem termociclagem) .....	141
Tabela 22 – Estatística descritiva das prevalências, segundo o tipo de falha para a condição sem termociclagem.....	141
Tabela 23 – Condição com termociclagem. Distribuição da frequência dos tipos de observados em cada dente .....	142
Tabela 24 – Cálculo da proporção de falhas (condição com termociclagem) .....	142
Tabela 25 – Estatística descritiva das prevalências, segundo o tipo de falha para a condição com termociclagem.....	142



## LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

ANOVA	= análise de variância
cv	= coeficiente de variação
Emic	= máquina de ensaios universais
F	= estatística F (razão de variâncias)
gl	= grau de liberdade
°C	= graus Célsius
h	= hora
kgf	= kilograma força
m	= módulo de Weibull
Ma	= macrotração
MEV	= microscópio eletrônico de varredura
Mi	= microtração
min	= minuto
mm	= milímetros
mm <sup>2</sup>	= milímetros quadrados
MPa	= megaPascal
n	= número de espécimes
N	= Newton
P	= percentil
RU	= resistência de união
s	= segundo
$\alpha$	= nível de significância
$\mu$	= micrometro
$\sigma$	= resistência (tensão) máxima
$\sigma_0$	= resistência (tensão) característica
vs	= versus
X	= aumento (vezes)

Balducci I. Abordagens estatísticas em testes de resistência de união entre dentina bovina, sistema adesivo e resina composta [tese]. São José dos Campos (SP): Instituto de Ciência e Tecnologia, UNESP- Univ Estadual Paulista; 2014.

## RESUMO

O objetivo deste estudo foi empregar diferentes abordagens estatísticas em dados obtidos em ensaios de micro e macrotração, em dois períodos de tempo de armazenamento, a fim de descrever e quantificar a variabilidade comumente encontrada nos testes de adesão. Foram selecionados 48 dentes bovinos. As raízes seccionadas a 2 mm abaixo da junção cimento-esmalte e as faces vestibulares foram desgastadas expondo superfície de dentina plana. Os dentes foram embutidos em resina acrílica e aleatoriamente designados a quatro grupos ( $n = 12$ ) para avaliação da resistência de união (RU). Para o teste de microtração foi aplicado o adesivo Adper Single Bond 2- (SE Bond 2- 3M-ESPE) numa área de  $8 \text{ mm}^2$ , seguido de jato de ar por 2 a 5 s e fotopolimerização por 15 s e, a seguir, inserida a resina composta Z350 XT- (3 M-ESPE). Após 24 h de armazenamento, em água destilada a  $37 \text{ }^\circ\text{C}$ , para cada dente um número variável de palitos foi obtido. Doze dentes foram submetidos ao teste de microtração após 24 h (G1) e outros 12 submetidos à termociclagem (G2) seguido de microtração. Para a macrotração, a base menor dos espécimes cônicos foi de 2 mm. Doze amostras após 24 h foram submetidas ao teste de macrotração (G3) e as outras doze, após as 24 h, termocicladas (G4). Os dados foram submetidos a uma análise exploratória; seguidos de uma análise confirmatória (inferencial). A estatística descritiva e o resultado da análise de Weibull para os dados de RU (MPa) foram: G1(módulo; média  $\pm$  desvio padrão: 2,54;  $10,76 \pm 4,21$ ); G2 (3,36;  $19,34 \pm 6,42$ ); G3 (1,96;  $3,17 \pm 1,51$ ); G4 (1,75;  $2,86 \pm 1,68$ ). O teste ANOVA (2-way),  $\alpha = 5\%$ , indica efeito interação significante e, os testes de Tukey e de Dunn (5%), complementaram os resultados. Pôde-se concluir: as diferentes estratégias estatísticas (análise de Weibull, análise exploratória e abordagem paramétrica) indicaram os mesmos resultados, ou seja, a existência do efeito envelhecimento, apenas, para a microtração; na comparação entre macro e microtração houve dificuldade de avaliação direta (no modelo ANOVA 2-way) entre os testes, devido à diferença de variabilidade; na macrotração, o formato cônico da resina composta pode ter induzido a valores baixos de RU; não houve diferença antes e após termociclagem e as falhas adesivas foram prevalentes; na microtração, houve acentuada perda de palitos e influência da termociclagem e as falhas adesivas foram prevalentes.

Palavras-chave: Resistência adesiva. Teste de tração. Adesivo dentinário. Estatística. Bioestatística.

Balducci I. *Statistics approaches in bond strength test between bovine dentin, adhesive system and composite resins [doctorate thesis].* São José dos Campos (SP): Institute of Science and Technology, UNESP- Univ Estadual Paulista; 2014.

## ABSTRACT

The aim of this study was to use different statistical approaches on data obtained from micro and macrotensile tests in two periods of time storage, in order to describe and quantify the variability commonly found in adhesion tests. 48 bovine teeth were selected. The roots were sectioned 2 mm below the cement-enamel junction and the buccal surfaces were ground to exposure a dentin flat surface. The teeth were embedded in acrylic resin and randomly assigned to four groups ( $n = 12$ ) to evaluate the bond strength (BS). For the microtensile test the adhesive Adper Single Bond 2 - (2 SE Bond - 3M - ESPE) was applied in an area of  $8 \text{ mm}^2$ , followed by air jet during 2 to 5 s and curing for 15 s. Right after the XT - Z350 composite resin (3M ESPE) was inserted. After 24 h of storage in distilled water at  $37^\circ\text{C}$ , for each tooth a variable number of sticks was obtained. Twelve teeth were submitted to microtensile test after 24 h (G1) and other 12 to thermocycling (G2) and microtensile test. For macrotensile, the smallest base of conical shape specimens was 2 mm. After 24 h twelve samples were subjected to macrotensile test (G3) and the other twelve, after 24 h, were thermocycled (G4). The data were submitted to an exploratory analysis, followed by a (inferential) confirmatory analysis. Descriptive statistics and the results of Weibull analysis for the data of BS (MPa) of the experimental conditions were: G1 (module; mean  $\pm$  standard deviation: 2.54;  $10.76 \pm 4.21$ ); G2 (3.36;  $19.34 \pm 6.42$ ); G3 1.96;  $3.17 \pm 1.51$ ; G4 (1.75;  $2.86 \pm 1.68$ ). The ANOVA (2-way),  $\alpha = 5\%$ , indicated significant interaction effect, and Tukey tests and Dunn (5%), complemented the results. The conclusion is: the different statistics strategies (Weibull analysis, exploratory analysis and parametric approach) showed the same results, namely the existence of the aging effect only for the microtensile bond; in the comparison between macro and microtensile (model 2-way ANOVA), direct evaluation between tests was difficult due to the difference in variability; in macrotensile test, the conical shape of the composite may have induced low BS; there was no difference before and after thermal cycling and adhesive failures were prevalent; in microtensile test, there was: a remarkable loss of sticks, and an influence of thermocycling, and adhesive failures were prevalent.

**Keywords:** Bond strength. Tensile testing. Dentin adhesive. Statistics. Biostatistics.

## 1 INTRODUÇÃO

A adesão dentária, na pesquisa odontológica, tem sido um tema muito estudado e, de forma especial, a partir da década de cinquenta do século XX. Em 1955, Buonocore apresentou a técnica do condicionamento ácido, um método simples para aumentar a adesão da resina acrílica à superfície de esmalte. Em consequência, materiais restauradores foram sendo introduzidos no mercado odontológico, com o objetivo de se obter restaurações com resultados estéticos satisfatórios e com o mínimo de comprometimento das estruturas dentárias. Nakabayashi et al., em 1982, passaram a preconizar a técnica do condicionamento total, ou seja, o condicionamento ácido do esmalte e dentina, na busca de uma melhor adesão entre resina composta e dentina. Esta técnica consiste na desmineralização da porção orgânica do substrato dental após a aplicação de um gel de ácido fosfórico; resultando em micro-retenções e exposição das fibras colágenas da dentina, que são impregnadas por monômeros resinosos associados a solventes, estabelecendo uma ligação com a estrutura dentinária, denominada de camada híbrida ou intermediária, composta por colágeno e monômero resinoso.

Devido à complexidade do substrato dentinário a adesão estabelecida de imediato é considerada adequada, porém ao longo do tempo tende a enfraquecer devido à permeabilidade e alterações fisiológicas inerentes do tecido dentinário (Hashimoto et al., 2003; Armstrong SR et al., 2004; Nakabayashi et al., 1982). As deficiências prováveis de ocorrer são: incompleta penetração de sistema adesivo entre as fibras colágenas, resultando em camada híbrida deficiente; colapso das fibras colágenas expostas após desmineralização;

penetração deficiente do monômero resinoso nos túbulos dentinários; polimerização incompleta do adesivo; secagem excessiva do substrato dentinário; ação das enzimas endógenas e degradação do sistema adesivo com o passar dos anos (Araújo RM et al., 1999; Sengun et al., 2002; Hashimoto et al., 2003; Susin et al., 2007; Carrilho et al., 2007).

Assim, com o objetivo de avaliar a eficiência dos sistemas adesivos presentes no mercado, ensaios mecânicos são rotineiramente empregados, após a aplicação dos sistemas adesivos e resinas compostas ou após período de armazenamento (Oilo, Olsson, 1990; Ollo, Austrheim, 1993; Jamil et al., 1992; Goracci et al., 2004; Burrow et al., 2004).

Para avaliar a resistência de união ensaios como os de tração e cisalhamento (Oilo, Austrheim, 1993), são comumente empregados em corpos-de-prova (cps) onde dentina/adesivo/resina compostas são submetidos a uma carga na interface adesiva.

Em macro ensaios de tração, não é necessário o corte dos espécimes, eliminando-se falhas prematuras, restringindo-se a avaliação da resistência de união apenas na interface. O corte é uma técnica muito sensível e induz um estresse adicional que se reflete no número de espécimes que falham antes do teste (Guzmán-Ruiz et al., 2001). No caso de macro ensaios, a fixação dos espécimes em vários dispositivos não é necessária diminuindo, assim, a interferência da cola utilizada na fixação sobre valores de resistência. Nestes ensaios os espécimes são maiores, portanto, menos frágeis ao manuseio e, portanto, mais simples o procedimento laboratorial (Braga et al., 2010).

Outro teste geralmente utilizado para avaliar a resistência de união de resinas compostas ao substrato dentinário é o cisalhamento, neste os cps são preparados com fatias de dentes humanos ou bovinos, o esmalte é desgastado expondo a dentina sobre a qual é aplicado o sistema adesivo, conforme as especificações dos fabricantes em área e dimensão pré-determinadas. Em seguida, uma matriz é acoplada à

superfície para inserção da resina composta simulando uma restauração. Este conjunto é posicionado na máquina de ensaio e um dispositivo em formato de cunha submete a interface adesiva à uma carga, testando a resistência de união substrato/adesivo/dentina (Pucci, 2003).

Com o decorrer das pesquisas passou-se a considerar que era necessário aplicar a carga em várias regiões de um mesmo espécime, para que os resultados fossem mais fiéis. Neste sentido, foi desenvolvida uma metodologia específica, denominada de microtração, após o trabalho pioneiro de Sano et al. 1994. Nesta metodologia, para a realização dos ensaios há um procedimento de secção seriada das amostras, resultando em palitos regulares de resina composta/adesivo e estrutura dental. Assim, essas amostras seccionadas em série, chamadas de palitos, são devidamente fixadas, por sua extremidade, em dispositivo apropriado para o teste e submetidas ao ensaio em máquina de testes universais (Nakajima et al., 1995; Phrukkanon et al., 1998a; Goracci et al., 2004; Gamborgi et al., 2007; Li et al., 2011).

Caracteriza-se o ensaio de microtração como um teste laboratorial. Que é utilizado para análise de resistência de união da interface entre substratos como materiais restauradores e estrutura dental. Com este teste se pretende simular esforços similares àqueles sofridos pela restauração, durante sua função no meio bucal (Nakajima et al., 1995; Pashley et al., 1995; Betamar et al., 2007; Li et al., 2011). Ainda, com este teste, Phrukkanon et al. 1998b pôde verificar que quanto menor a área adesiva, maior a resistência de união.

Uma das principais vantagens do ensaio de microtração é a maior prevalência de falhas adesivas na interface (Pashley et al., 1995), permitindo uma análise supostamente real do valor de resistência de união (RU) entre o material e a estrutura dentária. Além disso, é possível obter múltiplos espécimes de um único material e avaliar a resistência de união em pequenas áreas ( $\leq 1 \text{ mm}^2$ ), o que favorece a mensuração da resistência em substratos clinicamente importantes (Pashley et al., 1995).

Este teste vem sendo muito empregado por demonstrar uma distribuição mais homogênea de tensões e menor quantidade de defeitos na interface adesiva, quando comparado aos macro testes. Entretanto, o teste de microtração possui uma técnica trabalhosa para confecção das amostras requerendo treinamento prévio do operador, já que este pode imprimir forças extras sobre o espécime no momento de sua obtenção. Ainda, durante os cortes seriados há significativa perda de material devido a própria espessura dos discos de corte. Os resultados obtidos podem ser influenciados por fatores como o tipo de dispositivo utilizado, o modo de fixação dos espécimes nos dispositivos, a dimensão e geometria dos espécimes, a área de superfície aderida e a velocidade de ensaio utilizada (Poitevin et al., 2008; Armstrong S et al., 2010; Botta et al., 2009).

Verifica-se, portanto, que o grau de complexidade no caso do teste de microtração é maior que o de macrotração, devido ao minucioso preparo das amostras, mediante os cortes dos palitos. Entretanto, não se sabe ao certo se existe maior fidelidade dos resultados de um ou outro tipo de teste, uma vez que se na microtração existe a possibilidade de se avaliar áreas menores e número maior de amostras, por outro lado os vários cortes e a perda de material durante esses, podem afetar os resultados finais.

Na tentativa de reduzir os inconvenientes citados Feitosa (2014) apresenta uma nova possibilidade de teste de tração em que o cp é realizado com dimensões reduzidas (2 mm de diâmetro), utilizando tal procedimento para verificação da resistência à união de blocos cerâmicos.

Diante dos fatos apresentados considerou-se apropriado aplicar diferentes abordagens estatísticas para possibilitar uma exploração completa e transparente dos dados obtidos, chegando-se a resultados de maior confiabilidade, evitando-se desta forma a seleção de dados obtidos de alta variabilidade comumente encontrados nos ensaios

de tração. Para tanto, optou-se por testar a resistência de união da interface substrato dentinário/adesivo/ resina composta, com os métodos de ensaio mecânico de micro e macrotração, em dois períodos de tempo e comparar os resultados finais, considerando os benefícios e dificuldades de ambos.



## **2 REVISÃO DA LITERATURA**

Com o objetivo de melhor estudar e compreender o assunto a revisão da literatura será dividida em: 1- Macrotração; 2- Microtração e 3- Estudos comparativos entre os testes de adesão.

### **2.1 Macrotração**

Retief et al., em 1986, conduziram um experimento para avaliar o efeito de quatro sistemas adesivos associados sob diferentes procedimentos restauradores na interface resina-dentina sobre a resistência de união. Consideraram 60 dentes incisivos humanos extraídos, livres de cáries, estocados em álcool etílico 70% e as faces vestibulares foram desgastadas com lixa de carbeto de silício de granulação nº 600 até expor a dentina. Os autores estabeleceram seis condições experimentais: (A) Scotchbond (3M Dental Products) aplicado sobre superfície da dentina não tratada; (B) Scotchbond em dentina condicionada com ácido fosfórico; (C) Scotchbond em dentina condicionada com ácido cítrico associado à Resina P 10 (3M Dental Products); (D) Dentin Bonding Agent/ compósito Adaptic (Johnson e Johnson Dental products Company); (E) Creation Bonding System, em dentina tratada com Dent-Mat. Cavity Cleanser/ compósito Spectrabond; (F) Dentin-Adhesit Sistem (Vivadent Schaan, Liechstein), em dentina tratada com Vivadent Conditioner/ compósito Isopast. As amostras foram submetidas a ensaio de macrotração, utilizando máquina Instron. O sistema de teste manteve os cps alinhados em todos os procedimentos:

na montagem, no envelhecimento e no carregamento, até a ruptura. Os dados obtidos no ensaio de tração foram analisados por meio dos testes ANOVA (1 fator) e Duncan, nível de significância de 5%. A condição D revelou ser estatisticamente diferente das demais que, entre si, não diferiram. Em ordem decrescente: média (desvio padrão), temos a condição D: 3,01 (3,28 MPa); B: 0,86 (1,58 MPa); F: 0,11 (0,14 MPa); A: 0,14 (0,18 MPa); C: 0,04 (0,14); E: 0,00 (0,00 MPa). Apesar da variabilidade reconhecida pelos pesquisadores, 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, porque esta é imprevisível por estar sujeita à micro-infiltração.

Oilo e Olsson em 1990, tendo em vista a falta de padronização dos estudos laboratoriais, delinearam um estudo considerando os principais parâmetros que influenciam a adesão dentina/resina composta, com, metodologia cuidadosa, para maior confiabilidade dos resultados. Foram utilizados 160 terceiros molares humanos recém-extraídos, embutidos em resina epóxi ficando a dentina oclusal e vestibular exposta. Neste estudo, a resistência de união foi aferida por meio de dois métodos de teste de macrotração, que se diferenciavam quanto ao formato do corpo-de-prova e no alinhamento destes em relação a aplicação da carga. No método 1, as amostras cilíndricas foram montadas em suportes mantendo o alinhamento entre longo eixo axial da dentina e da resina composta. Durante o teste a carga foi aplicada por meio de conexão flexível da máquina de ensaio, na faixa de velocidade de 1 mm/min. No método 2, os blocos seguiram dois alinhamentos um em formato de V e outro retangular para submissão ao teste de resistência. Os sistemas adesivos empregados foram GLUMA, Scotchbond (dual), Scotchbond 2 e Tenure, os quais foram aplicados conforme especificações dos fabricantes. Estes sistemas adesivos seguiram parâmetros diferentes de utilização, considerando as condições

de estocagem, método e localização do substrato dentinário (face vestibular e oclusal). O sistema adesivo Gluma e o Scotchbond 2 foram utilizados para comparar a condição de estocagem, métodos 1 e 2 e localização da dentina. O Scotchbond dual e o Tenure foram usados para comparar a condição de estocagem em água a 37 °C por 24 h e com termociclagem por 5000 ciclos a 70 °C e 60 °C. Os resultados indicam que, sob condição de estocagem por 24 h, a resistência de união dos três adesivos: Gluma, Scotchbond 2 e Tenure foi de 3,5 MPa; enquanto a do Scotchbond dual de 1,5 MPa, sendo essa diferença estatisticamente significativa. A termociclagem reduziu significativamente a resistência de união do Scotchbond 2 e Tenure e o Gluma apesar de reduzir 20% a resistência, não houve significância estatística. Quanto aos métodos de teste o Gluma e o Scotchbond 2 apresentaram valores significativamente altos tanto na dentina oclusal como vestibular, no método 2. Verificaram também que a superfície vestibular apresenta valores superiores de resistência média em relação à superfície oclusal, tanto para o Gluma como para o Scotchbond 2, porém, neste a diferença de 15 MPa para 10 MPa, aproximadamente, foi estatisticamente significativa. Não verificaram diferença entre esses dois adesivos, quando se considerou os valores obtidos nas faces, oclusal e vestibular. Os resultados mostraram que houve uma grande variabilidade entre os valores obtidos em cada uma das condições experimentais, expressa pela amplitude ou faixa obtida pela diferença entre o valor máximo e o mínimo da amostra. No método 2 para a face vestibular, o Gluma teve uma faixa de 6 a 18 MPa com valor médio de 12 MPa; enquanto o Scotchbond 2 teve uma faixa de 6,4 a 26,6 MPa com valor médio de 15,2 MPa; o Scotchbond (dual) apresentou um valor médio de 1,4 MPa; diferindo dos demais adesivos. A termociclagem sobre a adesão em três sistemas adesivos do ponto de vista estatístico, reduziu a resistência, com exceção do Gluma Dentin Bond (Bayer Dental), que segundo os autores, foi pelo fato deste apresentar em sua composição um alto teor de água que estabelece condições de equilíbrio

com o sistema adesivo. Após os ensaios, houve uma avaliação do padrão de fratura das amostras no MEV e verificaram que o efeito da termociclagem não alterou o padrão encontrado. O Gluma apresentou falhas do tipo adesiva, o Scotchbond 2 apresentou falhas parte adesiva e parte coesiva, o Scotchbond dual mostrou falhas mistas e o Tenure falhas do tipo coesiva. Concluíram que a qualidade da dentina é o principal parâmetro de influência na adesão dentina/compósito e o tipo de procedimento de execução do teste de tração pode ser considerado um importante fator, porém, secundário.

Jamil et al., em 1992, analisaram a resistência de união de quatro adesivos dentinários utilizando o teste de tração. Foram utilizadas superfícies planas produzidas na oclusal de terceiros molares humanos ( $n = 20$ ) finalizados com lixas de granulação 600 e preparadas para a união com resina composta Silux Plus e os adesivos Gluma, Prisma Universal Bond 2, Scotchbond 2 e Tenure. As amostras foram termocicladas (250 ciclos) sendo armazenadas em água destilada ( $37\text{ }^{\circ}\text{C}$ ) até o momento do teste. Após 24 h da união, cada amostra foi tracionada em uma máquina de ensaio universal com velocidade de 2 mm/min e cada espécime teve o modo de falha analisado. O teste ANOVA e teste de Duncan mostraram que os valores para o Scotchbond 2 ( $22,8 \pm 6,4$  MPa) e Prisma Universal Bond 2 ( $20,1 \pm 7,8$  MPa) foram similares e significativamente mais altos que Tenure ( $14,3 \pm 5,3$  MPa) ou Gluma ( $12,3 \pm 6,4$  MPa). A análise de Weibull confirmou a superioridade de Scotchbond 2 (módulo igual a 2,94 e tensão de fratura para 10% das amostras igual a 12 MPa) e do Prisma Universal Bond 2 (módulo igual a 2,14 e tensão de fratura para 10% das amostras igual a 8,11 MPa). O Gluma apresentou o pior desempenho em termos de confiabilidade (módulo igual a 2,14 e tensão de fratura para 10% das amostras igual a 4,89 MPa). O Tenure apresentou um desempenho intermediário (módulo igual a 2,83 e tensão de fratura para 10% das amostras igual a 7,30 MPa). A análise do modo de falha de Scotchbond 2 e Prisma Universal

Bond 2 mostrou que houve falhas adesiva-coesiva, ou coesiva na resina ou na dentina. Concluíram que o Scotchbond 2 e o Prisma Universal Bond 2 foram efetivos e por apresentarem maior facilidade de uso, comparados com o Gluma e o Tenure, foram os agentes adesivos de escolha.

A partir da década de noventa houve um maior interesse no conhecimento da estrutura dentinária para o desenvolvimento dos sistemas adesivos. Por exemplo, o estudo de Mc Cabe e Rusby, realizado em 1992, avaliaram quatro adesivos: Gluma, Tenure, Scotchbond 2 e Tripton em molares permanentes, extraídos e isentos de cárie. Esses autores tiveram como proposta uma avaliação entre a resistência de união e a profundidade da dentina (0; 0,5; 1 e 1,5 mm). Foram selecionados trinta dentes hígidos para cada material adesivo que, após o preparo, foram estocados em água destilada por quatro a oito semanas. Em seguida foram feitas duas cavidades de duas profundidades diferentes e após realizou-se o procedimento adesivo e restaurador. Para testar a resistência de união foi empregando ensaio de tração com máquina Instron, a uma velocidade de 1 mm/min, os valores em MPa de resistência de união à dentina dos quatro agentes adesivos, com quatro diferentes profundidades. Os resultados demonstraram que ocorreram diferenças significativas nos valores de resistência de união entre os quatro produtos, sobretudo quando havia aproximação da superfície da dentina. Apesar das diferenças na composição química entre os materiais, a tendência de diminuição da resistência de união com o aumento da profundidade da dentina foi comum a todos os grupos. Os dados obtidos foram calculados pelos parâmetros da distribuição de Weibull: o módulo ( $m$ ) que é um parâmetro indicativo de confiabilidade e, ainda, associado ao módulo, o valor da tensão característica ( $\sigma_0$ ) que melhor estima, a verdadeira resistência do material. Esses dois parâmetros foram avaliados em cada adesivo na dentina superficial (0 mm) e na profunda (1,5 mm). Assim, o Tenure, na dentina superficial, apresentou  $m = 1,7$ ;  $\sigma_0 = 10,4$ ; e, na dentina profunda,  $m = 1,8$ ;  $\sigma_0 = 3,2$ . O

Tripton, na dentina superficial, apresentou  $m = 3,1$ ;  $\sigma_0 = 8,1$  e, na dentina profunda,  $m = 1,8$ ;  $\sigma_0 = 2,3$ . O Scotchbond 2, na dentina superficial,  $m = 2,5$ ;  $\sigma_0 = 5,0$  e, na dentina profunda,  $m = 1,1$ ;  $\sigma_0 = 2,2$ . O agente Gluma, na dentina superficial, apresentou  $m = 2,2$ ;  $\sigma_0 = 4,6$  e, na dentina profunda  $m = 1,1$ ;  $\sigma_0 = 2,8$ . Verificaram que os quatro adesivos exibiram maior resistência de união ( $\sigma_0$ ) em dentina superficial do que em dentina profunda, ou seja, a adesão à dentina profunda é bem mais difícil de ser conseguida e, ainda, que o tratamento ácido, que abre os túbulos, não é um pré-requisito para a adesão efetiva. Tal fato, para os autores, permitiu estabelecer que o mecanismo subjacente de aderência pudesse ser comum aos quatro produtos, apesar das diferentes composições químicas. Quanto ao tipo de falhas verificaram que: (i) não houve falhas completamente coesivas e nenhuma falha coesiva na dentina; (ii) na superfície da dentina e no adesivo ou do compósito, ocorreram falhas aparentemente adesivas ou mistas adesivo/coesiva. Concluíram, então, que o teste de tração apresenta menores valores de resistência em cavidades mais profundas, independentemente das diferenças em termos de composição química entre os adesivos.

Takemori et al., em 1993 realizaram um estudo, visando analisar fatores que poderiam afetar a resistência à tração de resinas compostas sobre a dentina. Analizaram cinco fatores que poderiam afetar a resistência de união adesiva em dentina humana. Consideraram (i) a espessura dos espécimes (1; 3 ou 5 mm) ; (ii) a profundidade do substrato (distância da pulp chamber); (iii) o embutimento ou não dos dentes em resina epóxica; (iv) o tempo de estocagem (10 min; 3 h; 6 h e 12 h) e (v) a velocidade das mensurações (0,5; 1 ou 3 mm / min) que poderiam afetar a força de adesão a dos adesivos à dentina. Delinearam o experimento com um grupo controle contendo dez dentes sob quatro condições: (i) embutidos na resina empóxi; (ii) estocados em água comum durante 24 h; (iii) com espessura de 10 mm e (iv) submetidos ao ensaio mecânico sob velocidade de 5 mm/min. A unidade experimental foi o sistema formado

por superfícies dentinárias planas de dentes humanos associadas a procedimentos de união. Que consistiu em adesivo fotoativado (Clearfil new Bond-Kuraray) e uma resina composta (Silux Plus, 3 M), ambos disponíveis comercialmente. Os 120 dentes empregados neste estudo com dez réplicas foram armazenados em água comum num refrigerador a 4 °C após extração e empregados no período de três meses após a extração. As superfícies dentinárias foram previamente limpas com 0,5 mol/l de EDTA por 60 s e pré-tratadas com uma solução de gliceril metacrilato a 35%. Em cada um dos fatores avaliados, os dados obtidos no ensaio de tração com a máquina universal de testes (Instron, 4302) com velocidade de 5 mm/min, foram analisados estatisticamente pelo testes: *t-Student* e *t-Dunnett*, sob nível de significância de 5%. Quanto ao efeito espessura, em termos de resistência de união, se pode verificar diferença estatística, apenas, quando se comparou dentes embutidos na resina epóxi com espessura de 1 mm diante das demais condições de espessura. Ou seja, na condição 1 mm: RU:  $6,3 \pm 2,70$  MPa; enquanto, na condição 3 mm, RU:  $16,4 \pm 5,90$  MPa; na condição 5 mm, RU:  $20,3 \pm 4,40$  MPa e, na condição controle, RU:  $18,5 \pm 5,60$  MPa. Quanto ao efeito profundidade do substrato (distância da câmara pulpar), não se pode verificar correlação estatisticamente significativa entre a espessura da dentina remanescente com a RU. Os autores levantaram um diagrama de dispersão para os valores obtidos em espécimes submetidos em estocagem de 24 h, em água comum. Calcularam um coeficiente de correlação linear positivo, porém, baixo ( $r = 0,11$ ). Quanto ao efeito embutimento, não se pode verificar diferença estatística, em termos de RU entre as condições: (i) controle de dentes em resina epóxi ( $18,5 \pm 5,6$  MPa) e (ii) dentes não embutidos ( $16,9 \pm 6,7$  MPa). Quanto ao tempo de estocagem dos espécimes em água comum, não verificaram diferença estatística, em termos de RU para as condições: 10 min ( $16,9 \pm 4,9$  MPa); 3 h ( $17,5 \pm 6,0$  MPa); 6 h ( $21,6 \pm 7,8$  MPa); 12 h ( $18,9 \pm 6,4$  MPa) e 24 h, controle ( $18,50 \pm 5,6$  MPa). Quanto à velocidade das mensurações, em

mm/ min, não verificaram diferença estatística, em termos de RU para as condições: 0,5 ( $17,5 \pm 4,7$  MPa); 1 ( $17,0 \pm 4,3$  MPa); 3 ( $19,4 \pm 4,3$  MPa); e 5, controle ( $18,50 \pm 5,6$  MPa). Os autores afirmam que a não diferença estatística entre as condições experimentais se deve ao fato, reconhecido na literatura, dos desvios padrões serem valores altos. E, ainda, justificaram a impossibilidade do desvio padrão ser diminuído devido ao tipo e a história do dente extraído. Concluíram, portanto, que o único fator que influencia a RU é a espessura dos espécimes, sobretudo no caso de amostras finas, da ordem de 1 mm.

Burrow et al., em 1994, realizaram pesquisa para avaliar a relação entre o valor de resistência de união e a formação de fendas entre o dente e o material restaurador. Nesta pesquisa propuseram avaliar a RU de vários sistemas adesivos sobre esmalte e dentina dentro dos períodos de 1 e 10 min e 24 h (em água destilada a 37 °C) após a confecção dos cps. Os períodos de 1 a 10 min foram considerados iniciais e segundo os autores teriam importância quanto à formação de fendas. Tiveram, portanto, como objetivo relacionar o valor de RU antes da estocagem, comumente efetuada após 24 h em água, com a formação de fendas entre a restauração e a superfície dentinária. A força adesiva foi avaliada imediatamente após a polimerização do Photobond (Kuraray Co.) [PB], PAAMA 2 (Southern Dental Industries) [PA], New Bond (Kuraray Co.) [NB], Superbond D-Liner (Sun Medical Co.) [SD], Liner Bond (Kuraray Co.) [LB] e de dois sistemas em teste: Experimental [GM] e Experimental [HE] (Nihon University). Esses sistemas adesivos foram aplicados, seguindo as instruções do fabricante, na dentina e no esmalte vestibular de incisivos inferiores bovinos que foram planificadas com lixa de carvão de silício de granulação 600, após estocagem em freezer. Os cps consistiram de um sistema formado pela superfície de união, previamente delimitada com uma fita adesiva, com um orifício de 4 mm de diâmetro, onde foram aplicados os sistemas adesivos, unida a cilindros de resina composta polimerizada que possuíam alças para fixação à



máquina Universal (Shimadzu, modelo AG-500B) a uma velocidade de 2 mm/min. A força de adesão foi testada nos três períodos: 1 min; 10 min e em 24 h após completar a polimerização da resina composta usada como preenchimento. Os dados obtidos no ensaio de tração, para o esmalte e para a dentina, foram analisados separadamente pelo teste anova (1 fator) e Duncan, nível de significância de 5%. Alguns espécimes foram, ainda, avaliados no microscópio eletrônico de varredura. Foi observado que, para a região do esmalte, todos os grupos apresentaram RU maior que 10 MPa e, neste caso, a fratura foi do tipo coesivas: de resina ou dentina. E o mesmo ocorreu para a região da dentina, quando a RU foi maior que 10 MPa. Na região da dentina, quando a RU foi menor que 10 MPa, a fratura foi do tipo adesiva. Na região do esmalte, independentemente do sistema adesivo e do período de avaliação, apresentaram variação {valor médio e erro padrão, (EPM)} de 10,2 (1,3) MPa para o [PA] a 1 min a 18,4 (1,6) MPa para o [PB] a 24 h. Verificou-se que diferem estatisticamente a condição: (i) [PA/1min]: 10,2(1,3) MPa da [PB/ 1min]: 14,3 (0,8) MPa; (ii) [SD/ 24 h]: 13,7(1,2) MPa da [PB/ 24 h]: 18,4 (1,6) MPa. Para o período de 10 min, os grupos não diferiram estatisticamente e os valores médios se situaram entre [PA]: 12,5 (1,0) MPa e [LB]: 14,2(1,0) MPa. Na região da dentina, independentemente do sistema adesivo e do período de avaliação, apresentaram variação de 2,9 (0,6) MPa para o [NB] a 1 min a 17,2 (1,2) MPa para o [SD] a 24 h. Verificou-se que, no período de 10 min, difere estatisticamente a condição: (i) [NB]: 4,4(0,5) MPa das outras seis condições, cujos valores médios se situam na faixa de [PB]: 6,9 (0,4) MPa a [SD]: 15,3 (1,9) MPa. O mesmo ocorrendo para o período de 24 h, onde [NB]: 4,6(0,7) MPa difere das outras seis condições, cujos valores médios se situam na faixa de [PB]: 9,0 (1,4) MPa a [SD]: 17,2 (0,2) MPa. Ainda na região da dentina, para o período de 1 min, dois grupos diferiram estatisticamente. O primeiro grupo, com média abaixo de 6 MPa, para o [NB]; [PA]; [GM] e [PB]. O segundo grupo, com média acima de 10 MPa, formado pelo [He];

[LB] e [SD]. Os autores concluíram que: para esmalte e dentina, a RU foi maior após 24 h que após 1 min; o [SD] apresentou os melhores resultados, sem diferenças significativas entre os períodos testados (1 min, 10 min e 24 h); a RU em dentina foi sempre menor que em esmalte, com exceção dos adesivos [SD] e [LB]; a RU em esmalte atingiu um valor médio de 14 MPa; o [LB] e o [SD], independentemente do tipo de região, esmalte ou dentina, apresentaram valores similares de RU e não difiram estatisticamente entre si; as falhas do tipo coesivas na resina composta, encontradas para o substrato esmalte, indicam uma RU superior à própria resistência coesiva do material e se o valor de 20 MPa, estabelecido na literatura, for considerado como valor necessário como garantia de restaurações livres de fenda, então, todos os sistemas neste estudo foram inadequados.

Al-Salehi e Burke, em 1997, publicaram seus dados obtidos no levantamento sobre os métodos empregados em teste de adesão resina/dentina, no período de 1985 a 1994. Neste estudo, selecionaram o resultado de cinquenta pesquisas que apresentavam como critério de inclusão, pelo menos seis parâmetros correspondentes a quatro categorias: ensaio mecânico, condição do substrato, armazenagem e processo de envelhecimento. Quanto ao ensaio mecânico consideraram o tipo de teste, a velocidade da carga aplicada, a dimensão da área superficial de contato, o tempo de teste de aplicação do material adesivo e o tipo de máquina. Quanto à condição da dentina: o tipo de dente, o local, o preparo da superfície, a espessura, a profundidade e o estado (seco; úmido ou molhado). Os autores perceberam que, em geral, são omitidos muitos desses parâmetros; por exemplo, a espessura do filme, o tipo de dentina testada (70% dos casos), a condição superficial (úmida ou seca), se houve termociclagem ou não. O modo de falha foi relatado em apenas 42% das investigações avaliadas. Desse modo, atestam os autores, que é difícil a comparação entre as pesquisas e a aplicabilidade dessas em situação clínica.

Contudo, puderam verificar: (i) os dentes molares foram comumente empregados; (ii) os ensaios de cisalhamento predominaram, com prevalência de 80%; (iii) dentina de dentes molares humanos foi utilizada na maioria das vezes (88% dos casos); (iv) o tempo mais prevalente de teste foi de 24 h; (v) a água ou solução salina foi o meio de estocagem prevalente, em 86% dos casos; (vi) apenas 19% das pesquisas relataram o uso de termociclagem com prevalência para a condição de 5000 ciclos; (vii) os valores de resistência de união obtidas nos ensaios “macro” são próximas; ou seja, no cisalhamento foi obtido um valor médio igual a 12,97(dp = 6,29) MPa; enquanto na tração um valor de 9,20 (dp = 6,25) MPa.

Escribano et al., em 2003, avaliaram a relação entre área adesiva e resistência num ensaio de tração. Propuseram estabelecer, de forma definitiva, que sempre existe uma relação inversa entre a diminuição da área adesiva e o aumento da resistência de união (RU). Com essa finalidade delinearam um experimento com três sistemas adesivos, cujos espécimes foram obtidos a partir de 92 dentes terceiros molares humanos. Para o Scotchbond Multipurpose (3M) [SB1] consideraram 37 espécimes que foram classificados em três grupos segundo a área: menor (de 0,70 a 3,02 mm<sup>2</sup>), médio (de 8,66 a 19,54 mm<sup>2</sup>) e grande (de 58,91 a 110,86 mm<sup>2</sup>). Idem para o Optibond Solo (Kerr Co.) [OPTS] com 32 espécimes e para o F2000 Adhesive (St. Paul) [F2000] com 23. No geral, independentemente do tipo de adesivo, constataram que um aumento de área corresponde a um decréscimo de RU. Assim, para os 31 espécimes classificados no grupo de menor área se obteve 11,17 ± 7,5 MPa; enquanto para os 23 no grupo médio: 4,67 ± 1,61 MPa e para os 38 de área grande: 3,8 ± 1,91 MPa. Para o [SB1], a partir do diagrama de dispersão, foi estabelecido que o melhor modelo matemático de ajuste de curva é expresso por: Tensão (MPa) = 4,67 + 11,01 / área (mm<sup>2</sup>); enquanto para o [OPTS] é Tensão (MPa) = 4,65 + 7,44 / área (mm<sup>2</sup>) e para o [F2000]: Tensão (MPa) = 2,55 + 16,40 / área

(mm<sup>2</sup>) . Os autores concluíram que, de fato, há uma relação inversa entre área e RU, e que esta pode ser expressa da melhor forma pela função hipérbole: Tensão (MPa) = 4,17 + 10,35 / área (mm<sup>2</sup>).

## 2.2 Microtração

Sano et al. em 1994 propuseram o teste de microtração para avaliar a resistência a união do sistema adesivo dentinário, pois possibilita uma avaliação do desempenho de um adesivo, em pequenas áreas do substrato. Neste estudo pioneiro utilizou-se dentes molares humanos extraídos, no qual foram removidos o esmalte das faces proximais e oclusal, para tratamento com dois diferentes sistemas adesivos (SA): Clearfil Liner Bond 2 (Kuraray Co., Ltd., Osaka, Japan) {CLB2}, Scotchbond Multi-Purpose (3M Dental Products, St. Paul, MN, USA) {SMP}, e um cimento de ionômero de vidro (IV) Vitremer (3M Dental Products, St. Paul, MN, USA) {VIT}. Construiu-se uma coroa de resina composta Z100 (3M Dental Products, St. Paul, MN, USA) para o SMP, Photo Clearfil (Kuraray Co., Ltd., Osaka, Japan) para o CLB2 e para o IV uma coroa de cimento de ionômero de vidro. A partir de 20 amostras obteve-se 95 espécimes (aproximadamente) em forma de ampulhetas. Os espécimes foram armazenados em água a 37 °C por 24 h e fixados com cola, a base de cianoacrilato, em um dispositivo acoplado a máquina para realização de teste de microtração (Dancor-Multi-T), a uma velocidade de 1mm / min. Os autores verificaram (i) 100% de falhas adesivas para o SMP e IV; (ii) para o IV, 100% de falhas adesivas, apenas, quando os valores de áreas foram menores de 2,31 mm<sup>2</sup>; enquanto, foram observadas falhas coesivas e adesivas (mista) para valores entre 2,31 a 7,17 mm<sup>2</sup>; e falhas coesivas para valores acima de 7,17 mm<sup>2</sup>; (iv) para os três materiais adesivos, relação inversa entre valores de RU e de área adesiva, após calcularem valores de coeficientes de correlação de

Pearson (CLB2:  $r = - 0,67$ ;  $p$ -valor  $< 0,001$ ; SMP:  $r = - 0,67$ ;  $p$ -valor  $< 0,001$  e IV:  $r = - 0,64$ ;  $p$ -valor  $< 0,05$ ). Os autores concluíram que há uma relação inversa entre a RU e a área de superfície; e de que esta metodologia permite medir elevadas resistências de união sem falhas coesivas na dentina e, ainda, permite observação de uma alta porcentagem de falhas adesivas em áreas menores de  $2 \text{ mm}^2$ .

Na grande maioria dos estudos, a resistência de união é avaliada utilizando-se substrato dentinário, humano ou bovino, saudável. Nakajima et al. (1995) utilizaram substrato dentinário afetado por cárie e resolveram verificar se a adesão a dentina afetada pela cárie é inferior à da dentina normal. Delinearam, então, um experimento, com dez réplicas, para testar dois tipos de dentina (normal {n} e afetada {a}) e três tipos de adesivo: All Bond 2 (Bisco) [AIB2], Scotchbond Multi-purpose (3M) [SBMP], Clearfil Liner Bond II (Kuraray) [CLB]. A unidade experimental utilizada foram dentes molares humanos hígidos. Foi aplicado um dos três sistemas adesivos de acordo com as instruções dos fabricantes, e restaurados com resina composta Silux Plus, até a altura de 3 a 5 mm. Os espécimes ficaram armazenados em água a  $37 \text{ }^\circ\text{C}$ , durante 24 h e foram preparados em forma de ampulheta para o ensaio mecânico de microtração, numa máquina de ensaio universal de tração com velocidade de  $1 \text{ mm/min}$ . Os dados de RU obtidos no ensaio de microtração, foram expressos em MPa e analisados via modelo ANOVA (2 fatores), onde a espessura da dentina remanescente foi considerada no modelo estatístico. Verificaram que houve o efeito interação, ou seja, o efeito da condição da dentina não é o mesmo em cada um dos sistemas adesivos. Assim, os valores de RU, para o [AIB2]: {n}:  $26,90 \pm 8,83$  e {a}:  $13,01 \pm 3,64$  diferiram de  $13,89 \text{ MPa}$ . Este efeito é similar àquele obtido para o [CLB]: {n}:  $29,52 \pm 10,90$  e {a}:  $13,97 \pm 4,30$ ; portanto uma diferença de  $15,55 \text{ MPa}$ . Uma diferença de  $1,83 \text{ MPa}$ , bem menor ocorreu para o [SBMP]: {n}:  $20,32 \pm 5,55$  e {a}:  $18,49 \pm 4,04$ . Após o teste, o tipo de fratura de cada espécime foi determinado por observação ao microscópio

ótico. As falhas observadas seguiram o padrão: adesiva ou mista. Prevaleram as falhas tipo mista: [AIB2] com prevalência de 75%; [SBMP] com prevalência de 50% e o [CLB] com prevalência de 40%. Não verificaram diferenças no aspecto morfológico das interfaces adesivas seja na dentina saudável quanto na afetada por cárie. Os autores concluíram que (i) as variações morfológicas e químicas sofridas pela dentina durante um processo de cárie podem determinar uma redução da qualidade adesiva e que esse efeito é dependente do sistema adesivo empregado; (ii) nos adesivos [AIB2] e [CLB], os valores de RU obtidos na dentina normal foram superiores aos valores obtidos na dentina afetada por cárie; (iii) o [SBMP] apresentou valores de RU similares nos dois tipos de dentina: {n} 20,30 MPa e {s} 18,49 MPa. O estudo das falhas adesivas determinou que o teste de microtração não foi eficiente em mostrar falhas exclusivamente adesivas, em muitos casos.

Phrukkanon et al. (1998a), realizaram um estudo para verificar o efeito da forma de secção transversal (cilíndrica ou retangular) e a área de superfície adesiva na resistência a microtração em quatro sistemas adesivos dentinários: Scotchbond MP Plus (3M) [SBMP], Optibond FL [OBFL], Optibond Solo (Kerr) [OBS] e One Step (Bisco) [OS], sob três diferentes tamanhos de superfície (i) diâmetro 1,2 mm ou área de 1,1 mm<sup>2</sup>; (ii) 1,4 mm ou 1,5 mm<sup>2</sup> e 2,0 mm ou 3,1 mm<sup>2</sup>. Os autores, também, desenvolveram modelos de análise de elementos finitos para investigar a distribuição de estresse. Para isso selecionaram cinquenta molares humanos extraídos que tiveram o esmalte oclusal removido e cortes verticais. Em metade do dente foram preparados espécimes cilíndricos com broca diamantada em alta rotação e na outra metade foram confeccionadas barras, cuja interface adesiva foi aparada em forma de ampulheta (ou altere). Os dentes foram aleatoriamente distribuídos, igualmente, em quatro experimentos. No primeiro, para o [SBMP] foram estabelecidas seis condições experimentais referentes aos dois formatos e às três áreas. Idem para os outros adesivos. A unidade experimental

considerada não foram os dentes, mas sim amostras, palitos, obtidas a partir dos mesmos, ou seja, dos dentes cuja dentina exposta na superfície oclusal foi tratada com diferentes sistemas adesivos e restaurada com resina composta. Dessa forma, os quatro experimentos contaram com doze réplicas em cada um deles. Isto é, foram obtidos doze espécimes para cada material, cada formato e cada tamanho de interface, totalizando 288 espécimes. E todos foram montados em dispositivo especialmente desenhado o qual foi acoplado à máquina de ensaios mecânicos, com força de tração à velocidade de 1 mm/min. Os autores avaliaram o modo de fratura dos espécimes fraturados por meio do MEV, classificados e as frequências de fraturas foram comparadas estatisticamente empregando os testes de Kruskal-Wallis e Mann-Whitney. Os dados de resistência de união obtidos no teste de tração foram analisados estatisticamente,  $\alpha = 5\%$ , pelos testes: ANOVA (2 fatores) e LSD. A condição experimental de maior RU foi a [OBS], com 1,1 mm<sup>2</sup> no formato cilíndrico: 20,9 ± 3,2 MPa; enquanto a de menor RU foi [OS], com 3,1 mm<sup>2</sup> no formato retangular: 15,2 ± 3,9 MPa. As demais condições estiveram entre esses valores médios e os valores de coeficiente de variaram de 14 a 34%. Os autores verificaram, após a análise, que (i) em nenhum dos quatro experimentos os efeitos interação e formato foram estatisticamente significantes indicando, assim, que o formato da secção transversal tem pouco efeito na RU; (ii) o efeito área foi significativo em cada um dos quatro sistemas adesivos; (iii) valores de RU obtidos para os espécimes com área adesiva 1,1 mm<sup>2</sup> não diferiram dos espécimes com 1,5 mm<sup>2</sup> em cada um dos quatro sistemas adesivos; (iv) nos sistemas [SBMP] e [OBFL] houve prevalência de falhas do tipo adesiva e, independentemente do tipo de formato dos espécimes, os valores de RU obtidos com 1,1 mm<sup>2</sup> foram superiores àqueles com 3,1 mm<sup>2</sup> ( $p < 0,05$ ); (v) para os sistemas [SBMP] e [OS], com espécimes no formato retangular, valores de RU com 1,1 mm<sup>2</sup> não foram superiores àqueles com 3,1 mm<sup>2</sup> ( $p > 0,05$ ); (vi) quanto maior a área adesiva menor a RU; (vii) falhas coesivas na dentina ou

resina não foram detectadas em espécimes cilíndricos, mas foram detectadas em espécimes retangulares com 3,1 mm<sup>2</sup>; (viii) o modo de falha não se altera com o aumento de área adesiva; exceto para espécimes retangulares do [OBS]; o modo de falha dos espécimes cilíndricos foi o mesmo dos retangulares em todos os adesivos com exceção do [OS]; (viii) valores máximos de tensões de estresse foram observadas na periferia dos espécimes cilíndricos (por exemplo, com 3,1 mm<sup>2</sup> uma tensão de 20 MPa) e nas pontas dos retangulares; (ix) a distribuição do estresse foi mais heterogênea nos espécimes retangulares do que nos espécimes cilíndricos.

Guzmán-Ruiz et al., em 2001, realizaram pesquisa com o objetivo de verificar a relação entre a resistência de união e a resistência à microinfiltração (através da penetração de íons de prata) da interface resina indireta/dentina, no mesmo corpo-de-prova. Na visão dos autores os ensaios de microtração, envolvendo adesão e microinfiltração, vinham sendo realizados como indicadores de resistência de união (RU) e integridade do selamento marginal; contudo, a relação entre esses dois fatores não estava bem compreendida. Neste sentido, selecionaram 37 molares humanos extraídos cujas paredes pulpares da cavidade classe II, de interesse para os testes, ficou sempre inteiramente em dentina. E os dentes foram restaurados, armazenados em água por duas semanas e termociclados (300 ciclos, entre 5 °C e 55 °C) previamente aos testes. A infiltração foi realizada mergulhando-se os cps em uma solução de nitrato de prata 50%. A seguir, efetuaram-se os cortes para a obtenção dos palitos. A mensuração da microinfiltração na interface foi realizada em cada palito, através de microscopia ótica. Após, os palitos foram fraturados em um teste de microtração e classificados de acordo com o tipo de falha. Dos 74 espécimes, 44 quebraram durante a etapa de corte dos palitos, impossibilitando a realização do teste de microtração nesses corpos de prova. Restaram, então, 30 cps para o teste de microtração. E os valores de microinfiltração obtidos nesses espécimes foram



comparados com os valores obtidos em espécimes que falharam antes do teste. Observaram uma tendência de os espécimes perdidos durante o corte apresentar maiores valores de microinfiltração, quando comparados aos espécimes testados; porém, não verificaram diferença estatisticamente significativa ( $p > 0,05$ ) entre a condição observada ( $n = 30$ ;  $854 \pm 546 \mu\text{m}$ ) e a dos espécimes não testados ( $n = 44$ ;  $1411 \pm 691 \mu\text{m}$ ). As falhas ocorreram predominantemente entre o topo da camada híbrida e o sistema adesivo. A microinfiltração envolveu a região da camada híbrida em todos os cps. Quando os valores de microtração foram correlacionados com os valores de microinfiltração, por meio da análise de regressão, verificaram que o declive é praticamente nulo (coeficiente angular igual a  $-0,0215$ ). Concluíram (i) que não foi encontrada uma associação entre microinfiltração e RU; (ii) não houve uma associação entre os padrões de microinfiltração e tipos de falha, apesar de os dois ocorrerem na região de camada híbrida; (iii) foi proposta uma metodologia para se avaliar a RU e a microinfiltração no mesmo corpo-de-prova.

Bouillaguet et al., em 2003 realizaram um experimento para testar a resistência de união de cimentos resinosos a canais radiculares e tipo de cimento, além de correlacionar a resistência de união à região do canal, por meio do teste de microtração. Tiveram como objetivo avaliar (i) se a RU estaria diminuída em função do tipo de agente cimentante e (ii) se a RU seria menor em direção ao ápice. Para essa avaliação, selecionaram quarenta e oito caninos e pré-molares que foram tratados endodonticamente e após tiveram suas coroas removidas. Os canais foram preparados para receber pinos, e os dentes foram divididos em dois grupos: com raízes intactas e com raízes planas. As raízes do segundo grupo foram cortadas longitudinalmente para expor todo o comprimento da metade do canal. Pinos fabricados com resina composta foram adesivamente cimentados aos canais. Para as raízes intactas, a cimentação seguiu os procedimentos clínicos convencionais utilizados

para quatro materiais: (i) Single Bond/Rely X ARC; (ii) ED Primer/Panavia F; (iii) C e B Metabond e (iv) Fuji Plus. Para as raízes planas, os procedimentos foram os mesmos, exceto pelo fato de que os pinos foram assentados diretamente sobre os canais. As raízes foram cortadas em fatias de 0,6 mm de espessura, e recortadas mesio-distalmente e submetidas ao teste de microtração a uma velocidade de 1 mm/min, até a falha. A RU de cada fatia foi calculada como a força no momento da falha dividida pela área da superfície adesiva e expressos os valores em MPa. A RU média foi calculada para cada dente a partir das amostras (fatias ou palitos) e em seguida, as médias dos dentes foram comparadas mediante ANOVA (1 fator). Para os autores o fato de não haver diferença estatisticamente significativa, entre as médias dos dentes, foi justificativa para que os espécimes individuais fossem tratados como independentes. Assim, a unidade experimental considerada foi o palito e não o dente. E, apenas, no caso de cimentação dos pinos em secções íntegras houve a comparação entre os diferentes cimentos por meio dos testes: ANOVA (1 fator) e Tukey ( $\alpha = 0,05$ ). Nessa análise, valores de RU foram considerados com e sem computar as falhas pré-teste, às quais foi atribuído valor zero. Para as raízes intactas, a análise estatística para a comparação dos quatro adesivos teve duas abordagens. Na primeira, os espécimes que falharam pré-teste foram considerados. Verificou-se, então, que não diferiram o Single Bond / Rely X ARC:  $5,3 \pm 6,3$  do ED Primer / Panavia F:  $7,2 \pm 8,7$ ; porém, ambos diferiram do C e B Metabond:  $10,8 \pm 5,3$  e Fuji Plus:  $10,4 \pm 5,7$ . Na segunda abordagem, não se computaram os espécimes que falharam pré-teste. Verificou-se que não houve diferença entre os quatro adesivos: Single Bond:  $9,0 \pm 5,8$ ; Panavia F:  $14,4 \pm 6,7$ ; C e B Metabond  $12,1 \pm 4,1$  e Fuji Plus  $12,1 \pm 4,3$ . Para as raízes planas, os adesivos seguiram a seguinte ordem decrescente, em termos de RU: 1º) SB:  $23,2 \pm 6,5$ ; 2º) Panavia F:  $15,9 \pm 6,4$ ; 3º e 4º) C e B Metabond:  $13,1 \pm 4,0$  e Fuji Plus:  $13,1 \pm 5,7$ . Na comparação entre raízes intactas e planas, para cada cimento, foi empregado o teste *t-Student* de

amostras pareadas ( $\alpha = 0,05$ ). Todos os cimentos apresentaram RU significativamente mais baixa nas raízes intactas do que nas planas ( $p < 0,05$ ). A maior diferença entre intactas e planas ocorreu para o Single Bond/Rely X ARC. Neste adesivo, computando os espécimes que falharam pré-teste, se obteve uma diferença de 17,9 MPa. Pois, sob cimentação dos pinos realizada em raízes seccionadas (planas) se obteve um valor de 23,2 MPa e quando a cimentação dos pinos foi realizada em raízes íntegras se obteve um valor de 5,3 MPa. Ainda, neste adesivo, se obteve uma diferença de 14,2 MPa (não computando os espécimes que falharam pré-teste), ou seja, sob cimentação dos pinos realizada em raízes seccionadas (planas): 23,2 MPa e sob cimentação dos pinos realizada em raízes íntegras: 9,0 MPa. A menor diferença ocorreu para o C e B Metabond. Quando foram considerados os espécimes que falharam pré-teste a diferença foi 2,3 MPa; enquanto foi obtido 1,0 MPa no caso de espécimes que falharam pré-teste. Na avaliação do efeito da região do dente na RU, ou de se esta seria menor em direção ao ápice, foi levantado um diagrama de dispersão entre esta variável e a profundidade da dentina (da coroa ao ápice) em cada um dos quatro sistemas adesivos. Por meio da análise de correlação e regressão linear, pode-se verificar que: (i) para o Single Bond/Rely X ARC, se observou um decréscimo na RU próximo ao ápice; o índice de correlação calculado foi alto ( $r = -0,81$ ) e estatisticamente significativo ( $p\text{-valor} = 0,012 < 0,05$ ); (ii) para o e Fuji Plus, também foi observado um decréscimo na RU próxima ao ápice; o índice de correlação calculado foi alto ( $r = -0,93$ ) e estatisticamente significativo ( $p\text{-valor} = 0,0001 < 0,05$ ). Para os demais sistemas: C e B Metabond e Panavia F não foi observado um decréscimo na RU próximo ao ápice. Para o C e B Metabond, o valor de correlação obtido foi moderado ( $r = -0,58$ ) e estatisticamente não significativo ( $p\text{-valor} = 0,14 > 0,05$ ). Para o Panavia F, correlação quase nula ( $r = 0,005$ ) e não significativo ( $p\text{-valor} = 0,20 > 0,05$ ).

Goracci et al., em 2004, delinearum um experimento para avaliar a influência de três fatores (substrato, forma e espessura dos espécimes) sobre a resistência de união em dentes molares humanos recém-extraídos no ensaio de microtração. Tiveram como proposição testar três hipóteses quanto à RU, de mesmo efeito: (i) entre dentina e esmalte; (ii) quanto aos formatos dos espécimes, seja na forma de palitos ou ampulhetas; (iii) na interface adesiva, entre os 4 valores de espessura: 0,5 mm x 0,5 mm, 1 mm x 1mm, 1,5 mm x 1,5 mm e 2 mm x 2 mm. Para isso, selecionaram 64 dentes cujas fatias (espécimes), foram consideradas como unidade experimental. Os valores expressos em MPa, variaram entre a condição de RU mínima:  $17,17 \pm 6,81$  estabelecida pelo formato palito em dentina com  $4 \text{ mm}^2$  e a condição de RU máxima:  $63,05 \pm 12,23$ , estabelecida pelo formato do palito de dentina com  $0,25 \text{ mm}^2$ . Os dados obtidos foram analisados estatisticamente por meio dos testes: ANOVA (3 fatores), Bonferroni e correlação ordinal de Spearman ( $r_s$ ),  $\alpha = 5\%$ . Verificaram que as três hipóteses puderam ser rejeitadas e, ainda, de que há uma correlação forte e inversa entre RU e espessura ( $r_s = -0,83$ ;  $p < 0,05$ ). Concluíram (i) espécimes em dentina ( $39,04 \pm 17,20$ ) superam em esmalte ( $31,94 \pm 11,51$ ); (ii) espécimes em formato de palito ( $38,53 \pm 17,47$ ) superam em ampulheta ( $32,45 \pm 11,40$ ); (iii) os espécimes em palito com áreas de união de  $1,0 \text{ mm}^2$  garantiram baixa variabilidade, na dentina:  $55,97 \pm 4,05$  ( $cv = 7,24\%$ ); no esmalte:  $36,2 \pm 2,80$  ( $cv = 7,73\%$ ); pequena quantidade de fraturas prematuras e valores de resistência de união semelhantes aos espécimes com área de união de  $0,25 \text{ mm}^2$  e superiores os espécimes com área de união de  $2,25$  e  $4 \text{ mm}^2$ ; (iv) espécimes em forma de ampulheta apresentaram frequentemente linhas de fratura na interface adesiva; apresentando prevalência de 100% dos espécimes no esmalte e 70% na dentina; (v) espécimes em esmalte mostraram mais defeitos estruturais em MEV do que os em dentina.

Burrow et al., em 2004, ao se depararem com a variabilidade dos valores de resistência de união obtida nos ensaios mecânicos, propõem um estudo mais atento sobre a natureza frágil desses materiais. Enfatizam que a RU não sendo uma propriedade inerente ao material é, sobretudo, dependente da microestrutura e dos mecanismos de fratura envolvidos e sensível à presença de falhas microscópicas sempre presente no material. Portanto, propõem caracterizar os materiais adesivos por meio de uma probabilidade de fratura, sob tensão calculada a partir da distribuição de Weibull. Com esse propósito de melhor descrever a variabilidade, selecionaram dados de microtração, referente a sete sistemas adesivos: EBS-Multi (ESPE); Gluma One Bond (Keraues Kulzer GmbH); One Coat Bond (Coltene-Whalkedent); Prime e Bond (Dentsply De Trey); PermaQuik (Ultradent); Solid Bond (Keraues Kulzer GmbH) e Clear Fil Liner Bond 2V (Kuraray Co.). Por meio da análise, via regressão linear, notaram que os valores de RU apresentaram um bom ajuste à distribuição de Weibull e, ainda, que os valores de módulo variaram de 1,81 (para o Clear Fil Liner Bond 2V) a 4,99 (para o Gluma One Bond). Verificaram que esses valores foram inferiores ao valor 10, característico do material cerâmico e, a partir dessa constatação, propuseram que seja esta meta a ser alcançados pelos pesquisadores na avaliação e desenvolvimento de novos e mais confiáveis testes de resistência para os materiais dentários. Os autores tiveram em conta que os valores de média e desvio padrão de RU, tradicionalmente considerados como medidas de resistência, não expressam a resistência verdadeira do material. Em tal caso, quando suposta a distribuição normal, não se considera a presença dos defeitos do material. O contrário ocorre com a distribuição de Weibull, pois nesta o valor de seu principal parâmetro (forma ou módulo) está diretamente associado à presença e dimensão dos defeitos estruturais (trincas, poros, etc.).

Betamar et al., em 2007, avaliaram a resistência de união à microtração ou resistência de união de três diferentes configurações de espécimes em três adesivos: Adper Prompt L-Pop; 3M ESPE (APLP); Adper Scotchbond 1 XT; 3M ESPE (SB1XT) e Adper Scotchbond Multi-purpose Plus, 3 passos; 3M ESPE (SBMP). Propuseram-se a avaliar, no ensaio de microtração, o efeito dos formatos dos espécimes: palito, haltere e ampulheta com cada um dos sistemas adesivos. O formato palito teve como dimensão: 0,9 x 12 mm de comprimento. Os formatos haltere e ampulheta tiveram como dimensão a mesma espessura e comprimento do palito; porém, apresentaram largura de 3,5 mm nas bases (superior e inferior) enquanto a largura do palito foi de 1,2 mm. As três configurações apresentaram na secção transversal área igual a 1 mm<sup>2</sup>, aproximadamente. Neste experimento, foram selecionados dentes bovinos recém-extraídos distribuídos aleatoriamente em nove grupos, com 30 espécimes em cada um. Assim, um total de 270 espécimes foi submetido ao ensaio mecânico na máquina universal de testes (Tensometer LRX, Lloyd; Fareham, UK) sob velocidade de 0,5 mm/min e carga de 100 N. Os dados obtidos (em MPa) foram analisados estatisticamente por meio do teste ANOVA (1 fator) e pela análise de Weibull (com o cálculo do módulo m). Independentemente do formato do corpo-de-prova, o adesivo de maior RU foi o SBMP (41,4 ± 7,7; m = 5,5 aprox.) frente aos demais: APLP (26,3 ± 8,0; m = 3,6 aprox.) e SB1XT(29,90 ± 6,5; m = 4,7 aprox.). No formato palito, o SBMP (43,9 ± 8,7; m = 5,2) superou o APLP (26,2 ± 9,3; m = 3,1) e o SB1XT (28,2 ± 5,9; m = 4,7). No formato halteres, o adesivo SBMP (40,9 ± 7,5; m = 5,8) superou o APLP (27,2 ± 6,8; m = 4,2) e o SB1XT (31,2 ± 6,7; m;= 4,8). Idem para o formato ampulheta, o adesivo SBMP (39,5 ± 6,8; m = 5,6) superou o APLP (25,6 ± 7,8; m = 3,5) e o SB1XT (30,3 ± 6,9; m = 4,6). Os autores concluíram que (i) a configuração dos 3 diferentes formatos de espécimes (palito, haltere e ampulheta) não teve influência sobre as medidas de RU para cada sistema adesivo; (ii) independentemente do

formato do espécime, o SBMP diferiu estatisticamente dos outros dois e, dentre os três adesivos, o SBMP é o mais confiável; (iv) a maior parte dos espécimes apresentou falhas tipo adesiva justificando, assim, o teste de microtração como o mais adequado para avaliar a RU; (v) a forma palito pode ser considerada como a concepção preferida, por ser mais fácil na preparação e produzir resultados semelhantes aos do haltere e ampulheta e, ainda, não está sujeita aos efeitos de geometria do espécime.

Gamborgi et al., em 2007 realizaram pesquisa, mediante ensaio de microtração, com o objetivo de avaliar a influência da borda em esmalte na resistência de união resina-dentina, variando-se as regiões (central e periférica) e o tempo de análise. Neste estudo os autores apresentaram duas hipóteses: (1ª) que a resistência de união compósito-esmalte adjacente protege o compósito-dentina contra a degradação e (2ª) que os espécimes das regiões central e periférica da restauração resistem à degradação em água. Ao considerar a análise estatística, as hipóteses nulas foram: (1ª) a resistência não se altera ao longo do tempo, independentemente da presença ou ausência do esmalte (presença ou ausência) e (2ª) os espécimes da região central apresentam a mesma resistência que os espécimes da região periférica, independentemente do tempo de armazenamento. Para testar essas hipóteses, trinta terceiros molares humanos tiveram a dentina exposta, onde foram aplicados dois sistemas adesivos, Single Bond [SB] e Scotchbond Multi Purpose Plus [SBMP] e construídas coroas de resina composta (Filtek Z250). Para cada um dos adesivos, quinze dentes foram divididos em três grupos (n = 5): A, B e C. No grupo A, as amostras foram seccionadas para obter espécimes (palitos) que foram testados imediatamente por ensaio de microtração. No grupo B, antes das fases de seccionamento e testes, os cps, sem esmalte, foram armazenadas em água por 6 meses. No grupo C, antes das fases de seccionamento e testes, os cps, com o esmalte, foram armazenadas em água por 6 meses. Em todos os grupos, a origem dos palitos, periférica e central, foi controlada. Foi aplicado o modelo ANOVA

de medidas repetidas tanto para o sistema SB quanto para o sistema SBMP, separadamente. Nesse modelo foram consideradas a condição de armazenamento e a região (fator repetido). O efeito interação foi estudado por meio do teste de Tukey (5%). Verificaram que a primeira hipótese, efeito do armazenamento, não pôde ser rejeitada para nenhum dos adesivos, SBMP ou SB, indicando que a resistência de união para os dois adesivos se mantém ao longo do tempo. Nesse caso, independentemente do efeito da região, para o SB não foram verificadas diferenças estatisticamente significantes entre as três condições (imediate:  $43,45 \pm 5,61$  MPa; sem esmalte:  $29,75 \pm 3,60$  MPa e com esmalte:  $42,55 \pm 7,57$  MPa). O mesmo ocorreu para o SBMP (imediate:  $38,65$  MPa; sem esmalte:  $32,80$  MPa e com esmalte:  $37,35$  MPa). Verificaram que a segunda hipótese, sobre o efeito região, não pôde ser rejeitada para o adesivo SBMP, porém, foi rejeitada parcialmente para o adesivo SB, ou seja, verificou-se que no grupo B (sem esmalte) há diferença entre as regiões periférica ( $24,0 \pm 3,40$  MPa) e central ( $35,5 \pm 3,90$  MPa). Os autores notaram que (i) nenhuma degradação significativa, quanto à resistência de união, foi observada para SBMP em todas as condições; (ii) para o SB, uma redução significativa na RU foi observada nas amostras sem esmalte na região periférica (grupo B) e a degradação foi mais pronunciada nas amostras obtidas na periferia do material restaurador; (iii) a região central é mais resistente que a periférica. Quanto ao adesivo SB, verificaram que a região central ( $44,26 \pm 5,39$  MPa) é mais resistente que a periférica ( $32,9 \pm 6,20$  MPa). O mesmo foi constatado para o adesivo SBMP, sendo a região central ( $41,07 \pm 7,06$  MPa) mais resistente que a periférica ( $30,83 \pm 4,72$  MPa). Os autores avaliaram a redução percentual tendo como referência a condição imediata, grupo A. Para o SB, na região periférica, a redução obtida com a condição sem esmalte foi de 36,7%; enquanto, para a região central, a redução obtida com a condição sem esmalte foi de 27,5%. Para o SBMP, na região periférica, a redução obtida com a condição sem esmalte foi de 8,78%; enquanto, para



a região central, a redução obtida com a condição sem esmalte foi de 19,8%. Concluiu-se que o sistema condicionamento ácido com três passos é menos suscetível aos efeitos de degradação pela água. Adesões estáveis podem ser alcançadas na interface resina-dentina com sistemas de condicionamento ácido com dois passos, desde que haja a presença de esmalte.

Ghassemieh, em 2008, se propôs avaliar o efeito de três diferentes configurações de espécimes (forma palito, haltere e ampulheta) em termos de resistência de união dentinária em ensaio de microtração. Neste sentido, foi efetuada uma comparação entre valores de tensão de ruptura (MPa) obtidos na máquina *microtester* (Micro material Limited, WREXHAM, UK) com valores obtidos via análise de elementos finitos (FEA) e, ainda, foi efetuada a análise de Weibull para o cálculo do módulo (m). No experimento, foram considerados como cps, os espécimes obtidos a partir de dentes molares humanos, isentos de cárie, que receberam o procedimento restaurador com o adesivo Opti-Bond Solo Plus e composite Herculite XRV de mesmo fabricante, Kerr Corporation, CA, USA. Pode-se verificar com o modelo ANOVA (1 fator), que o formato ampulheta ( $28,13 \pm 3,28$ ;  $m = 9,6$ ) difere dos formatos palito ( $31,01 \pm 5,11$ ;  $m = 6,5$ ) e haltere ( $31,18 \pm 4,04$ ;  $m = 6,8$ ); e, ainda, via modelo FEA que a ampulheta ( $24,70 \pm 4,60$ ) também difere do palito ( $28,00 \pm 5,70$ ) e do haltere ( $28,40 \pm 5,20$ ). O autor concluiu que (i) a concentração e distribuição de tensão observada nos palitos são similares à do haltere, região reta dos espécimes e, ambos os formatos, diferem em muito da ampulheta; (ii) em geral, as falhas induzidas durante o processo de fabricação/conformação são consideráveis nas amostras tipo ampulheta; pois são mais sensíveis às falhas induzidas na borda/margem da amostra durante o processo de conformação comparado ao tipo haltere; (iii) a espessura e a uniformidade na distribuição do adesivo determinam o nível de concentração de tensão e a resistência de união. Porém, o efeito do mau alinhamento do espécime na máquina de ensaio é

mais decisivo para a predição dos valores de resistência; (iv) a FEA foi capaz de quantificar o efeito de cada parâmetro na resistência de união e os valores de predição estão em acordo com os resultados experimentais em três diferentes geometrias; (v) pode-se estabelecer uma mesma ordem de classificação das três configurações geométricas; ou seja, a ampulheta apresenta o menor nível de RU; enquanto o haltere e/ou palito apresentam valores próximos; (vi) os valores de desvio padrão calculados a partir dos resultados experimentais confirmam as predições da FEA para esses valores. Pode-se estabelecer, então, um *ranking*, onde os maiores valores correspondem ao formato palito e os menores valores para ampulheta; enquanto, o haltere ocupa uma posição intermediária em termos de dispersão.

Mobarak et al., em 2010 realizaram pesquisa com o objetivo de investigar o efeito de diferentes condições de armazenamento dos dentes humanos extraídos antes da sua utilização, quanto à resistência de união da dentina com o adesivo no teste de microtração. Trinta incisivos foram divididos em grupos de acordo com seu tempo de armazenamento e condição. O primeiro grupo consistiu de dentes recém-extraídos. Dentes do segundo grupo foram armazenados em cloramina-T a 4 °C durante 2 anos ( $\pm 1$  mês). O último grupo foi armazenado seco por até 2 anos ( $\pm 2$  meses), após os dentes terem sido reidratadas em destilada água durante 2 semanas antes da utilização. Todos os dentes foram desinfectados com 0,5% de cloramina-T. Procederam os cortes nos dentes para obtenção de amostras de dentina, foram aplicados os adesivos Scotchbond Multi-Purpose ou Clearfil SE Bond, seguido da resina composta (Esthet-X). Após armazenamento de 24 h, as amostras ( $n = 30$ ) foram seccionadas transversalmente, em palitos com espessura média igual a 0,9 ( $\pm 0,1$  mm) e submetidos ao teste de resistência de união usando uma máquina de ensaios de microtração (*Tensile Tester Micro*). Os dados foram calculados e analisados estatisticamente por meio de Kruskal-Wallis e Mann-Whitney ( $\alpha = 0,05$ ). Os tipos de falha foram

determinados utilizando um estereomicroscópio com aumento de 40x. A significância estatística foi pré-estabelecida ( $\alpha = 0,05$ ). Os dados foram analisados estatisticamente utilizando o programa SPSS (15.0 para Windows; SPSS, Inc, Chicago, Ill). Os resultados indicaram não haver diferença estatisticamente significativa entre as diferentes condições de armazenamento e, também, entre os dois sistemas adesivos, para cada condição de armazenamento ( $p > 0,05$ ). Os tipos de falha para todos os grupos testados foram predominantemente adesiva seguida pela mista. A utilização de dentes humanos extraídos e armazenados por até dois anos, refrigerados em cloramina T ou armazenado seco e re-hidratado antes dos testes não afeta a resistência de união da dentina com o adesivo.

Li et al., em 2011 realizaram pesquisa comparando a resistência à união adesiva na interface esmalte-compósito medida pelos métodos de ensaio de flexão em *cantilever* e microtração, e avaliaram a eficácia do teste como uma técnica de avaliação da resistência de união. A superfície vestibular de incisivos bovinos foram cortadas, planificadas e polidas, recebendo a seguir adesivo auto-condicionante (SE) ou adesivo que condiciona e enxagua (SB), e inserida resina composta Z250 (3M ESPE) de forma incremental. Em seguida, as amostras foram seccionadas em cortadeira de baixa velocidade para obtenção de palitos, para submissão ao teste de resistência de união. As amostras foram divididas em quatro grupos de mesmo tamanho amostral ( $n = 30$ ), de acordo com o adesivo e o método de ensaio: SE-T, SE-B, SB-T e SB-B; onde T representa o teste de microtração e B denota o teste *cantilever* de flexão. O modo de falha de cada amostra foi examinado ao microscópio óptico. As amostras com a superfície de fratura, inteiramente ou parcialmente fora da interface adesiva, foram consideradas como “sucessos do sistema adesivo”. Os resultados dos dois métodos de ensaio foram comparados. Na análise estatística a resistência média à união adesiva, juntamente com o seu desvio padrão e o coeficiente de variação, foi calculada usando todos os dados, bem como o subconjunto

a partir das “medições de sucesso” apenas para comparação. As diferenças nos valores de resistência de união entre os quatro grupos foram então testados para a significância estatística ( $p < 0,05$ ), utilizando teste t-*Student* para amostras independentes. Concluíram que o *cantilever* (teste de flexão em extremo livre) pode ser utilizado como um método alternativo ao teste de microtração.

Cantanhede et al., em 2012, avaliaram por teste de microtração a resistência de união à dentina de dentes incisivos bovinos, submetidos a quatro tipos de sistemas adesivos e dois tempos de armazenamento em água. Delinearam um experimento aleatório em esquema fatorial 4 x 2. Os adesivos foram: Adper Scotchbond Multi-Purpose (SBMP), Adper Easy Bond (EB), Bond Force (BF) e G-Bond Plus (GBP); e nos tempos de armazenamento em água: imediato e após 6 meses. Foram confeccionadas 40 amostras de dentes bovinos, restaurados, obtendo espécimes em forma de palitos com área na secção transversal de aproximadamente 1 mm<sup>2</sup>, resultando de 8 a 10 palitos por dente. A opção pela forma palito ou paralelepípedo, foi fundamentada nos objetivos de testar a RU imediata e após 6 meses a partir de amostras do mesmo dente restaurado. Metade dos espécimes foram alocados em tubos de polietileno *ependorfs* contendo água destilada e armazenados por 24 h, e a outra metade alocada da mesma forma, porém, armazenados por 6 meses em estufa à 37 °C, até o momento do ensaio mecânico. Os espécimes em forma de palito, foram fixados ao dispositivo de microtração com auxílio de adesivo de cianoacrilato (Super Bonder, Loctite) e o conjunto (espécime/dispositivo) foi acoplado na máquina de ensaio universal (EZ Test, Shimadzu Co., Kyoto, Japão) com carga de tração aplicada perpendicularmente à interface de união, à velocidade de 0,5 mm/min. Os valores de RU (média ± desvio padrão) foram expressos em MPa, nas condições experimentais do período imediato [SBMP: 42,0 (6,2); EB: 38,1 (6,5); BF: 37,4 (4,2); GBP: 24,8 (7,8)], e após 6 meses [SBMP: 42,9 (6,4); EB: 39,9 (4,4); BF: 37,7 (6,3); GBP: 26,0

(9,9)]. Os resultados obtidos foram submetidos aos testes: ANOVA (2 fatores) e Tukey (5%) ( $\alpha = 0,05$ ). Verificaram que apenas, o efeito tratamento, referente aos sistemas adesivos foi estatisticamente significativo. Concluíram que (i) o tempo de armazenamento não influenciou a RU para nenhum dos adesivos; (ii) a RU do G-Bond Plus foi inferior aos demais adesivos, em ambos os períodos; (iii) a RU dos sistemas SBMP, SB e GBP foram similares no tempo imediato e após 6 meses de armazenamento em água; (iv) todos os grupos mostraram uma incidência elevada de falha tipo coesiva na dentina e na resina composta; (v) para o adesivo G-Bond Plus foram predominantes falhas adesivas ao longo da superfície da dentina e falhas do tipo mistas; (vi) o armazenamento em água durante 6 meses não alterou significativamente os padrões de falha de qualquer um dos adesivos testados.

Soares et al., 2012, avaliaram o efeito de diferentes materiais usados para profilaxia dentária, na força de união de restaurações indiretas através do teste de microtração. Sessenta dentes bovinos foram divididos em seis grupos: 1) controle; 2) taça de borracha com pasta de pedra pomes por 10 s; 3) taça de borracha com solução de digluconato de clorexidina a 0,12% por 10 s; 4) taça de borracha com solução de peróxido de hidrogênio a 3% por 10 s; 5) jateamento com bicarbonato de sódio (com pressão de 60 libras) por 10 s a 5 cm de distância da superfície; 6) abrasão com partículas de óxido de alumínio de 50  $\mu\text{m}$  por 10 s. Aplicou-se silano hidrolizado (RelyX Ceramic Primer, 3MESPE) e sistema adesivo de 1 passo (Adper Single Bond, 3M-ESPE). Os blocos foram cimentados aos dentes bovinos com cimento resinoso RelyX ARC. Após armazenamento em água destilada por 24 h, os espécimes foram seccionados para obter fatias de 1  $\text{mm}^2$ . Realizaram teste de microtração na máquina de ensaios universal (EMIC DL-2000, São José dos Pinhais, PR) e analisaram os efeitos da profilaxia na dentina através da microscopia eletrônica de varredura. Os dados obtidos foram analisados por ANOVA (1 fator) e a comparação de prevalência dos

modos de falhas pelo teste Fisher ( $\alpha = 0,05$ ). Com os dados obtidos, foi aplicado o teste ANOVA um fator, que revelou significância dos métodos profiláticos ( $p < 0,001$ ). O uso da abrasão com óxido de alumínio (60%), pedra pomes (67,5%), clorexidina (62,5%) antes do ataque ácido não afetou de forma significativa a resistência de união à dentina; no entanto, o uso do peróxido de hidrogênio (80%) e do bicarbonato de sódio (82,5%) produziram maior número de fraturas coesivas em relação aos outros grupos e reduziram significativamente a resistência de união. Concluíram que o uso de produtos para profilaxia da dentina pode influenciar a resistência de união.

Garbui et al., 2013, revisaram a literatura apresentando seis fatores que podem interferir nos resultados obtidos através do teste de microtração: (i) seleção da amostra; (ii) substância para armazenamento da amostra; (iii) secção para obtenção de substrato teste; (iv) construção dos corpos de prova; (v) velocidade de tração; (vi) abordagem estatística dos resultados quantitativos e qualitativos. Verificaram a preferência por dentes molares humanos, devido ao fato dos túbulos dentinários bovinos serem em maior quantidade e terem maior diâmetro. E, quanto ao armazenamento, que na literatura não há consenso quanto à melhor forma, seja em água destilada ou em cloramina T. Quando o substrato escolhido é a dentina, o método mais usado consiste na secção do esmalte oclusal no terço médio da coroa dental, perpendicularmente ao seu longo eixo pelo corte de um disco diamantado acoplado a uma máquina de corte de precisão, sob refrigeração à água para expor uma superfície plana de dentina. Quanto à construção dos corpos de prova, foi observado que a altura média do bloco de resina composta é de 4 mm e o formato de palito é o mais atualizado. Quanto à velocidade do teste de tração, os valores mais utilizados e mais recomendados são 0,5 mm/min e 1 mm/min. Na análise de dados, surgiram questionamentos a respeito da validade desses estudos porque foi observado que a unidade experimental considerada

tem sido o palito e, também, o dente. Não há consenso quanto à forma de avaliar quantitativamente o grande número de corpos de prova que são perdidos devido à fratura prematura, que ocorre principalmente durante o procedimento de corte. E, essa perda, pode ou não ser considerada na análise estatística dos resultados. Quando considerada, o valor zero ou o valor 4 MPa têm sido atribuído. Quanto à análise qualitativa, dos tipos de fraturas, geralmente, são utilizadas a lupa esteroscópica ou o microscópio eletrônico de varredura. Concluíram (i) são possíveis diversas metodologias na aplicação do teste de microtração; (ii) há necessidade de pesquisadores treinados e de muita cautela para uma correta execução do teste.

Balducci et al., 2013, apresentaram aspectos controversos na condução da análise estatística inferencial, quanto à seleção da unidade experimental e quanto ao procedimento adotado diante das falhas pré-teste. Foram avaliadas 87 dissertações e teses na área da odontologia que realizaram ensaio de microtração disponíveis em três universidades públicas do estado de São Paulo: Faculdade de Odontologia da USP (São Paulo, Ribeirão Preto e Bauru), Faculdade de Odontologia da Unesp (Araraquara e São José dos Campos) e Faculdade de Odontologia da Unicamp (Piracicaba e Campinas). Verificaram, quanto à unidade experimental, 34 (39,08%) teses e/ou dissertações utilizaram o “palito” e 53 (60,91%) o “dente/bloco”. Quanto às falhas pré-teste, 9 (10,34%) teses e/ou dissertações atribuíram valor “0”, 6 (6,89%) desconsideraram os palitos, 2 (2,29%) atribuíram o valor mínimo de 2 MPa, 1 (1,14%) atribuiu o valor mínimo de 4 MPa, 1 (1,14%) atribuiu a metade do valor mínimo do grupo e 68 (78,16%) não citaram a ocorrência de falhas pré-testes. Os autores concluíram que, atualmente, considera-se como unidade experimental o dente (ou o bloco cerâmico) e não o palito. E, ainda, deve ser apresentado o número e o percentual dos casos de falhas em cada condição experimental; além de mencionar o tipo de falha considerado na análise estatística.

### 2.3 Estudos comparativos entre os testes de adesão

Em 1989, Van Noort et al., cientes das diferentes interpretações dos dados de resistência de união nos testes de tração e cisalhamento, resolveram estudar a sensibilidade dos valores de resistências diante dos diferentes procedimentos laboratoriais. Estudaram a distribuição de tensões na interface dentina-adesivo-resina composta, em ensaios de tração e de cisalhamento, através da análise do estresse por elemento finito. Delinearam vários experimentos a partir de um corpo-de-prova de resina medindo 6 mm de altura por 6 mm de largura que foi aderido à uma superfície plana de dentina. Foram aplicadas duas cargas de 60 N de forma distinta: uma de tração e outra de cisalhamento. Três condições foram consideradas: a primeira, sobre o efeito de materiais com propriedades diferentes; a segunda, sobre o efeito da mudança na geometria e na condição de carregamento; e a terceira sobre o efeito do carregamento em cisalhamento. Neste sentido, na primeira condição, foram utilizados três valores de módulo de elasticidade para a resina composta (5, 15 e 25 GPa); na segunda condição, o valor de altura do cilindro de resina composta foi diminuído de 6 mm para 5, 4, 3, 2, 1, e 0,5 mm; e, quanto à terceira condição, o comprimento foi variado em 1, 2, 3, 4, 5 e 6 mm. Além disto, ao simular uma condição de carga mais concentrada, a altura do bloco de resina composta foi reduzida de 6 mm para 0,5 mm e o efeito na linha de interface foi determinado. Os autores observaram: (i) um padrão de distribuição de tensão não uniforme na interface resina-dentina; (ii) concentração de tensão no ângulo da interface, onde há uma mudança da geometria; (iii) tensão máxima de tração igual a 40 MPa gerada ao longo da superfície e não na interface, entre a resina composta e a dentina; (iv) que a redução na altura do



corpo-de-prova, de 6 mm até 3 mm, não teve efeito significativo na distribuição da tensão interfacial; entretanto, com a diminuição da altura para valores abaixo de 3 mm, a tensão interfacial diminuiu próximo à extremidade e aumentou na região mediana do material; (v) a tensão de cisalhamento elevou-se com o aumento da distância entre o ponto de aplicação da carga e a superfície da dentina. Ainda, verificaram (i) as tensões são sensíveis aos detalhes do teste empregado; (ii) a sensibilidade à aplicação da carga é particularmente aguda nos testes de cisalhamento; (iii) a variação das condições dos testes é uma das causas que contribuem para os diferentes valores de resistência de união observados na literatura; (iv) quando a resina composta, aderida a uma superfície plana de dentina, é testada, seja sob tração ou cisalhamento, a distribuição das tensões na interface é altamente heterogênea. Os autores, enfim, advertem que o conceito de média das tensões, como medida de resistência de união, não representa uma avaliação realística. Porque esta medida não indica uma propriedade do material; pois, os valores são dependentes das condições locais, tendo a tensão real (ou verdadeira) pouca relação com a média das tensões. Daí a necessidade de padronização dos testes de resistência de união.

Oilo e Austrheim, em 1993, delinearam um experimento para avaliar a efetividade de dois métodos de teste de resistência de união (tensão e cisalhamento) e de duas condições de estocagem em água (com e sem termociclagem) em amostras que foram confeccionadas a partir de dentes terceiros molares humanos. Essas amostras tiveram suas superfícies vestibulares desgastadas com lixas de carbetto de silício de granulação 1000, até expor uma área plana de dentina com 4 mm de diâmetro e sobre elas foram confeccionados cilindros de resina composta a partir de moldes plásticos com formatos específicos para cada ensaio. Foram estabelecidas três condições de teste in vitro: (i) 24 h, tração; (ii) 24 h, cisalhamento; (iii) termociclagem, cisalhamento. Essas três condições experimentais foram aplicadas, após a exposição da superfície

vestibular dentinária, em cada um dos quatro sistemas com as respectivas resinas compostas: Gluma / Pekafill (Bayer); Scotchbond 2 / Silux Plus (3M); Scotchbond Multi Purpose / Silux Plus (3M) e o Syntac / Heliomolar (Vivadent). Após o tempo de estocagem ou termociclagem, as amostras foram levadas para os ensaios de: (i) tração proposto em 1976 por Kemper e Killian; (ii) cisalhamento proposto por Noguchi em 1982, cujos detalhes técnicos de ambos os testes se encontram descritos na norma ISSO: TR 11405. Uma avaliação do tipo de fratura foi conduzida por MEV (Philips XL 30). Foram selecionadas para observação partes da dentina de amostras fraturadas, em cada condição experimental, que apresentaram o maior valor de resistência de união. Os dados obtidos para o sistema adesivo GLUMA, nas três condições de teste (ensaio de tração após estocagem de 24 h; ensaio de cisalhamento após estocagem de 24 h e o ensaio de cisalhamento após termociclagem), foram analisados estatisticamente por meio do teste LSD de comparação múltipla de médias, sob nível de significância de 5%. Idem para os outros três outros sistemas adesivos. Os valores médios e de desvio padrão, obtidos em cada condição experimental, foram apresentados de forma gráfica e não da forma de tabelas. Nesse caso, os valores apresentados a seguir devem ser considerados como valores aproximados. Verificaram que o adesivo GLUMA apresentou valor de resistência similar nas três condições teste: (i) ensaio de tração após estocagem de 24 h:  $4,8 \pm 2,0$  MPa; (ii) ensaio de cisalhamento após estocagem de 24 h:  $7,0 \pm 2,0$  MPa; (iii) o ensaio de cisalhamento após termociclagem:  $8,0 \pm 5,0$  MPa. Verificaram que o adesivo Scotchbond 2 apresentou valor de resistência ao ensaio de cisalhamento após termociclagem:  $4,9 \pm 2,0$  MPa inferior ao valor de resistência no ensaio de tração, após estocagem de 24 h:  $13,0 \pm 6,0$  MPa e ainda, ao valor obtido no ensaio de cisalhamento após estocagem de 24 h:  $8,0 \pm 5,0$  MPa. Verificaram que o adesivo Scotchbond Multi Purpose (SMP) apresentou valores de resistência média próximos em duas condições teste: (i) 24 h, tração:  $14,8 \pm 2,0$  MPa; (ii) 24 h,

cisalhamento:  $15,0 \pm 7,0$  MPa; porém, essas diferiram estatisticamente da condição (iii) termociclagem, cisalhamento:  $21,0 \pm 6,0$  MPa. O adesivo Syntac apresentou o mesmo desempenho que o SMP, ou seja, apresentou valores de resistência próximos nas condições teste sem termociclagem, mas diferiram com a condição com termociclagem. Assim, (i) 24 h, tração:  $17,0 \pm 4,0$  MPa; e (ii) 24 h, cisalhamento:  $14,8 \pm 6,0$  MPa; e termociclagem, cisalhamento:  $23,0 \pm 6,0$  MPa. Na discussão dos resultados, os autores ressaltam a variabilidade dos valores ao redor do valor central (média). Para o Gluma e o Scotchbond 2 o coeficiente de variação, na condição de termociclagem e cisalhamento excedeu 50%. Contudo, segundo eles, apesar da impossibilidade de padronizar o substrato dentinário, concluíram: (i) estes testes oferecem valores de magnitude comparável entre si, além de ser igualmente representativos como testes *in vitro* da qualidade dos adesivos, ou seja, são igualmente efetivos; (ii) 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; (iii) por meio de observações em MEV, com o aumento dos valores de resistência, houve um aumento de falhas coesivas na dentina.

Watanabe e Nakabayashi em 1994, efetuaram uma revisão da literatura sobre os métodos mais utilizados para testar a adesão à dentina, no Japão, até o ano de 1994. Esses autores consideraram as técnicas e a eficácia dos testes de tração e de cisalhamento (que não têm a capacidade de simular as forças existentes intraoralmente, devido à complexidade destas). Verificaram, contudo, que o teste de tração tem se mostrado bastante eficiente, mas existem complicações na etapa de execução; enquanto os testes de cisalhamento encontram maior aceitabilidade na Odontologia, principalmente, pela facilidade de execução. Para os autores se justifica a utilização de dentes

bovinos para a realização dos estudos de adesão à dentina, devido à dificuldade em se obter dentes humanos em função da preservação dos mesmos. Ressaltam, também, que o tipo de dentina altera muito os resultados da adesão, tanto em dentes humanos como em dentes bovinos. Segundo esse estudo, a adesão pode ser influenciada pela condição de armazenagem dos dentes e pela forma de inclusão do corpo-de-prova em resina. Concluíram que existem outros fatores influenciando a resistência de união; sendo arriscada a utilização de, apenas, valores numéricos para sua mensuração e, ainda, de que as condições experimentais *in vitro* não simulam exatamente as condições *in vivo*.

Cardoso et al., em 1998, compararam a resistência de união à dentina de três sistemas adesivos pelos teste de cisalhamento, tração e microtração. Os adesivos empregados foram Single Bond (3M ESPE) [SB], Scotchbond Multi-Purpose (3M) [SMPB] e Etch & Prime 3.0 (Degussa) [EP]. Foram utilizados trinta dentes humanos molares extraídos e posteriormente embebidos em resina acrílica formando blocos. Estes foram desgastados de maneira que se expunham três porções de dentina, onde em cada face era realizado um teste diferente. Nessa pesquisa foi delineado um experimento inteiramente casualizado, com dez réplicas. Os dados de RU foram expressos em MPa e submetidos aos testes estatísticos: ANOVA (1 fator) e Tukey (5%). Quanto à avaliação dos adesivos em cada teste; no de microtração, verificaram que os três adesivos: [SB:  $34,60 \pm 10,88$ ] [SMPB:  $32,74 \pm 12,52$ ] [EP:  $27,77 \pm 7,88$ ] não diferiram ( $p > 0,05$ ). No teste de tração, o [SB:  $9,34 \pm 4,33$ ] diferiu do [EP:  $4,18 \pm 2,09$ ]; enquanto o [SMPB:  $6,49 \pm 2,85$ ] não diferiu de ambos. No teste de cisalhamento, o [SB:  $12,96 \pm 5,37$ ] diferiu do [EP:  $9,35 \pm 4,78$ ]; enquanto o [SMPB:  $6,43 \pm 2,81$ ] não diferiu de ambos. Quanto à avaliação da efetividade dos testes entre si, independentemente do tipo de adesivo foi verificado que o ensaio de microtração [ $31,70 \pm 10,67$ ;  $cv = 33,67\%$ ] diferiu dos demais: tração [ $6,68 \pm 3,96$ ;  $cv = 57,81\%$ ] e cisalhamento [ $9,68 \pm 5,08$ ;  $cv = 52,48\%$ ]. Os autores concluíram que (i) os três testes de

RU classificaram os três adesivos na mesma ordem decrescente: [SB], [SMPB] e [EP]; (ii) o teste de microtração apresentou valores de RU mais altos e um menor coeficiente de variação em relação aos testes macro.

Phrukkanon et al., em 1998b, realizaram um estudo para verificar o efeito da área de adesão na resistência à microtração e ao microcisalhamento, de quatro sistemas adesivos: Scotchbond MP Plus (3M), Optibond FL, Optibond Solo (Kerr) [OBSolo] e One Step (Bisco), sob três diferentes tamanhos de superfície adesiva (i) diâmetro 1,2 mm ou área de 1,1 mm<sup>2</sup>; (ii) 1,4 mm ou 1,5 mm<sup>2</sup> e 2,0 mm ou 3,1 mm<sup>2</sup>. Para isso selecionaram sessenta molares humanos extraídos que foram aleatoriamente distribuídos, igualmente, entre os quatro sistemas adesivos. No primeiro, Scotchbond MP Plus foram estabelecidas seis condições experimentais (tamanho da superfície adesiva) referentes aos dois modos de teste (microcisalhamento e microtração) e pelas três áreas. Da mesma forma para os outros adesivos. Três dos quinze dentes foram separados para avaliação microscópica do modo de fratura junto ao MEV. Assim, os experimentos apresentaram doze réplicas. Os dentes foram cortados verticalmente em duas metades, uma para teste de cisalhamento e a outra para teste de tração numa máquina universal de com velocidade de 1 mm/min. Os dados obtidos foram analisados estatisticamente por ANOVA (2 fatores); teste LSD; análise de correlação e regressão linear,  $\alpha = 5\%$ . Os autores verificaram que: (i) em nenhum dos quatro experimentos o efeito interação foi estatisticamente significativo; (ii) apenas no Optibond Solo o efeito principal, modo de teste foi significativo, indicando assim, que o modo tração ( $19,50 \pm 3,71$  MPa) difere do modo cisalhamento ( $24,50 \pm 5,19$  MPa); (iii) o efeito área foi significativo, ou seja, para ambos os testes e independentemente do tipo de material, a resistência de união obtida nos espécimes com 3,1 mm<sup>2</sup> foi inferior à RU obtida com 1,1 mm<sup>2</sup>; (iv) para cada sistema, a resistência ao cisalhamento e à tração foi dependente da área adesiva; pois os coeficientes de correlação ( $r$ ) entre a resistência de união e a área

adesiva foram bastante altos, (r) acima de 0,94 e estatisticamente significantes; (v) pelas observações em MEV, os espécimes com falha coesiva em dentina apresentavam imagens diferentes: os testados por tração apresentaram resina na periferia da área adesiva, e os testados por cisalhamento apresentaram resina em forma de meia-lua; com relação aos modos de fratura observaram que a maioria dos espécimes de 1,2 mm ou área de 1,1 mm<sup>2</sup> e 1,4 mm de diâmetro ou 1,5 mm<sup>2</sup> exibiram falhas adesivas entre dentina e adesivo.

Em 2005, Stamatacos-Mercer e Hottel, realizaram uma avaliação crítica dos valores de resistência de união publicados na literatura. Avaliaram a utilidade da informação devido às inerentes inconsistências e questionaram a relevância atribuída por esses estudos de RU. Verificaram que haviam falhas, limitações e inconsistência dos dados resultantes de testes de tração. Assim, devido a variações na qualidade da dentina e no método de tração utilizado, a comparação entre diferentes laboratórios era quase impossível. E, ainda, grandes variações podiam surgir, mesmo para testes similares realizados no mesmo laboratório. Em função do tamanho da superfície da amostra, poderia haver variações de 3 a 4 vezes nos valores médios de RU. Esta constatação, poderia levar a interpretações errôneas de que o material possuía melhores qualidades adesivas e, assim, enganar comumente ao clínico menos informado, que atua em situações *in vivo*. Por esta razão recomendam uma padronização dos testes realizados para ajudar a avaliar a verdadeira efetividade dos adesivos dentinários. Sem desmerecer que a microtração tenha sua validade, julgam que os fabricantes atribuem muita ênfase para os valores mais altos encontrados e que o melhor resultado de um produto utilizando esta metodologia, deveria ser interpretada de forma mais adequada. Os autores, assim, esperam que haja uma padronização da superfície das amostras testadas nos ensaios de resistência à tração.

Silvestre et al., 2006, realizaram um estudo comparativo entre os ensaios de microtração (MT) e tração (T) na determinação da resistência de união de dois sistemas adesivos: Single Bond (SB) e One Up Bond (OUP), aplicados à superfície dentinária de dentes decíduos. Selecionaram 28 dentes decíduos do Banco de Dentes Humanos da FO-USP. Para o ensaio de T, foram designados aleatoriamente 20 dentes caninos: 10 para a aplicação do SB e outros 10 para a aplicação do OUB. Os cps, com área adesiva de  $0,7 \text{ cm}^2$ , foram submetidos ao teste de T na máquina Mini-Instron (modelo 4442), após armazenagem em água destilada a  $37 \text{ }^\circ\text{C}$  por 24 h. Verificaram quanto à RU, expressa em termos de média e desvio padrão, que o SB ( $11,7 \pm 3,5 \text{ MPa}$ ;  $\text{cv} = 29,91\%$ ) não diferiu do OUB ( $10,5 \pm 3,4 \text{ MPa}$ ;  $\text{cv} = 32,38\%$ ); e, ainda, que as falhas foram 100% do tipo coesivas. Para o ensaio de MT, confeccionaram-se oito amostras de dentes molares distribuídos, aleatoriamente, para receber os dois adesivos; sendo que uma área de  $0,8 \text{ mm}^2$  foi delimitada e restaurada com resina composta Z-350. E destes foram obtidos 58 espécimes em forma de palitos. Esses cps foram fixados à máquina de ensaio universal Kratos e o teste de microtração foi conduzido sob velocidade constante de  $0,6 \text{ mm/min}$ . Verificaram: o SB apresentou ( $37,2 \pm 11,5 \text{ MPa}$ ;  $\text{cv} = 30,91\%$ ) sendo mais resistente que o OUB ( $21,9 \pm 21,4 \text{ MPa}$ ;  $\text{cv} = 97,71\%$ ) e que 95,61% das falhas foram do tipo adesiva. Concluíram que o teste de MT é o mais efetivo; pois diferencia o desempenho dos adesivos e apresenta elevada prevalência de falhas adesivas.

Scherrer et al., 2010, em uma revisão de literatura coletou os dados, dos últimos 10 anos, de seis adesivos dentinários obtidos com quatro testes (cisalhamento, microcisalhamento, tração e microtração) e analisou a média de resistência de união, coeficiente de variação, modo de falha e *ranking* dos produtos. Os adesivos selecionados foram o de três passos (Optibond FL, Scotch Bond Multi-Purpose Plus), dois passos (Prime&Bond NT, Single Bond, Clearfil SE Bond) e um passo (Adper

Prompt L Pop). Analisando os resultados dos 147 artigos consultados verificaram um aumento da resistência de união de acordo com adesivo e o teste utilizados. O coeficiente de variação permaneceu elevado (de 20 a 50%) mesmo com o teste de microtração. O modo de falha para todos os testes, ainda, incluiu um alto número de falhas coesivas. A dispersão dos resultados com relação ao teste utilizado foi confirmada pela análise de elementos finitos que previu a distribuição de tensão de forma não uniforme devido às propriedades geométricas, de carregamento, dos materiais e as variáveis de preparo das amostras. Isto reabre o questionamento de que um mecanismo de fratura da interface para analisar a união dentina-adesivo não é a mais apropriada para obter um consenso entre os artigos de resistência de união à dentina.

Braga et al., em 2010, compararam os testes de cisalhamento, tração, tipo macro e micro, para avaliação da resistência de união dentinária (superficial) em dentes bovinos através de três sistemas adesivos: Adper Scotchbond Multi-Purpose [SBMP], Adper Single Bond 2 [SB2] e Adper SE Plus [SEP], do mesmo fabricante (3M ESPE, St. Paul, MN, USA). Delinearam quatro experimentos referentes aos testes (i) cisalhamento; (ii) tração; (iii) microcisalhamento e (iv) microtração, que seguiram um delineamento do tipo inteiramente casualizado, com três tratamentos (os adesivos) e dez réplicas para os ensaios macro e cinco réplicas para os ensaios de micro. Em todos os experimentos, os espécimes foram armazenados em água destilada a 37 °C durante 24 h antes dos ensaios mecânicos com velocidade de 0,5 mm/min. Os dados obtidos foram analisados via ANOVA (1 fator),  $\alpha = 0,05$ . Foi observado que a redução de área adesiva é acompanhada de um aumento de resistência de união nominal. Os valores médios de resistência de união obtidos na microtração (SEP:  $30 \pm 9$  MPa; SB2:  $42 \pm 8$  MPa e SBMP:  $65 \pm 15$  MPa), foram superiores aos outros três testes em todos os adesivos. Em termos de RU, após os testes de macro e micro cisalhamento, foi estabelecida a seguinte classificação: primeiro o [SEP] seguido por [SB2]



e [SBMP], sem diferirem estatisticamente; enquanto, na tração, ocorreu uma inversão de posição, apenas, entre os de maior resistência de união, entre o [SB2] e [SBMP]; contudo, esses dois adesivos não diferiram estatisticamente. Em termos de variabilidade, os testes macro apresentaram variação (faixa) similar, entre 5,6 a 11,5 MPa. E os valores de coeficiente de variação (cv) se situaram entre 28 e 36% para o macrocisalhamento e de 21 a 40% para o microcisalhamento; enquanto para macrotração o cv foi de 32 a 38% e, para microtração, de 25 a 64%. Conclui-se que, em termos de classificação de materiais, existem semelhanças entre os ensaios "macro" e "micro", e, sobretudo por uma questão de simplicidade, os testes "macro" de resistência de união continuarão a ser utilizados.

Heintze em 2013, em revisão de literatura sobre os testes de resistência de união adverte que (i) os testes macro e micro de tração e de cisalhamento não foram validados de forma sistemática e, portanto, apresentam diferentes resultados entre os institutos de pesquisa; (ii) a correlação com os fenômenos clínicos foi apenas parcialmente estabelecida; (iii) há alguma evidência de que os testes, de macrotração e microtração, correlacionam melhor a resistência de união com a retenção clínica de restaurações cervicais, em relação aos testes de macrocisalhamento e microcisalhamento; mas, somente se os dados dos diferentes institutos forem agrupados; (iv) devido à grande variabilidade dos dados obtidos, os resultados correspondentes aos estudos de diferentes grupos de pesquisa não são comparáveis, até mesmo dentro do próprio grupo de estudo; (v) a variabilidade intra-institutos de pesquisa, expressa em termos de coeficiente de variação, situa-se entre 20 e 40%; enquanto, a variabilidade entre grupos está entre 30% e 50%, com pequenas diferenças entre os vários métodos de teste; (vi) quanto ao número de cps, tendo em vista que o coeficiente de variação situa-se entre 20% e 40% - dependendo do sistema de adesivo a ser testado e do método de ensaio - deve-se usar entre 10 e 40 cps por grupo, desde que

uma diferença de 25% no valor da resistência de união possa ser considerada como estatisticamente significativa; (vii) quanto à abordagem diante de falhas pré-teste, quando o corpo-de-prova aderido é perdido (se rompe), antes do ensaio, então esses espécimes devem receber um valor "0" (zero) na análise estatística; (viii) numa comparação entre os diferentes sistemas adesivos, o teste de microtração ordena de forma mais eficaz do que o teste de macrocisalhamento; (ix) a termociclagem tem uma influência desprezível na diminuição da resistência de união - tanto para o teste de microtração quanto para o de macrocisalhamento; (x) o armazenamento a longo prazo em água diminui, de forma significativa, a resistência de união se o método de teste for o de microtração. No entanto, se o método de teste for o de macrocisalhamento, nenhuma diminuição significativa foi verificada; (xi) testes de cisalhamento (macro e micro) são inadequados para a avaliação da resistência de união aos tecidos dentais duros; (xii) os testes de cisalhamento devem ser abandonados, devido à geração de tensões críticas e inadequadas na zona de reação, e a correlação resultante é não confiável com perda de retenção em restaurações cervicais. No lugar deles, os testes de tração devem ser aplicados de acordo com a certificação ISO/ TS; (xiii) em ensaios de tração, para evitar a degradação da interface adesiva, devido a infiltração de água, as medições devem ser realizado após 24 h, e após 3 meses de armazenamento de água; (xiv) os testes de microtração podem ser utilizados para investigar a resistência de união localizada em áreas críticas; (xv) testes de microtração são trabalhosos, e com técnica cuidadosa, não oferecendo vantagens substanciais sobre os ensaios de macrotração. Como considerações finais, o autor propõe aos pesquisadores dedicarem menos tempo e esforços com trabalhos laboratoriais, de pouca utilidade, e passem a fazer mais estudos clínicos bem delineados e multicêntricos. Assim, os clínicos poderão ter alguma evidência científica com relação aos tratamentos que executam; uma vez que, na falta destas evidências, os mesmos utilizam

suas próprias experiências como direcionamento para os tratamentos que realizam.

### **3 PROPOSIÇÃO**

Avaliar por diferentes abordagens estatísticas os dados de resistência de união adesiva da interface dentina/adesivo/resina composta, em ensaios de micro e macrotração; considerando dois períodos de tempo de armazenamento.

## **4 MATERIAL E MÉTODOS**

### **4.1 Obtenção e preparo dos dentes**

Foram selecionados 48 dentes bovinos íntegros, de 1 a 3 anos de idade, procedentes de frigorífico do município de São José dos Campos/SP, os quais imediatamente após extração, foram limpos e armazenados em água e congelados em *freezer* a -18 °C, até serem iniciados os procedimentos laboratoriais por período máximo de 28 dias. O congelamento teve por finalidade manter o colágeno o mais próximo possível das condições de normalidade encontradas em vivo (Araujo RM et al., 1999).

Os dentes foram retirados do freezer iniciando-se seu preparo conforme metodologia que passaremos a descrever. Todas as raízes foram seccionadas com disco diamantado (Dremel, Breda, Holanda) em torno de alta velocidade (Nevoni, São Paulo, SP, Brasil) a aproximadamente 2 mm abaixo da junção cimento-esmalte. Na face lingual das coroas foi realizada uma abertura na altura do cíngulo, com a broca esférica 1016 HL (KG Sorensen, Rio de Janeiro, RJ, Brasil), para introdução de um espessímetro ( Golgran, São Caetano do Sul, SP, Brasil) a fim de ser mensurada e padronizada a espessura de dentina. A seguir as coroas tiveram as faces vestibulares aplainadas com lixa 400, em politriz circular (DP-10, Panambra, São Paulo-SP, Brasil), sob refrigeração com água, para desgaste do esmalte da face vestibular. A padronização da espessura da dentina remanescente em 2 mm, foi realizada com medições seqüenciais ao desgaste, utilizando o espessímetro até atingirmos a espessura pré determinada. Após esta

etapa, o orifício da face lingual foi fechado com cera utilidade e as coroas dos dentes embutidas em resina acrílica incolor autopolimerizável (Jet-Artigos Odontológicos Clássicos LTDA., São Paulo-SP) utilizando-se de uma matriz de silicone industrial (Rhodorsil- Artigos Odontológicos Classico, Campo Limpo Paulista, SP, Brasil), ficando a face vestibular desgastada voltada para a base da matriz. As matrizes de silicone foram posicionadas em recipiente com água gelada para minimizar a reação exotérmica da resina acrílica que foi vertida sobre a coroa dos dentes, para o devido embutimento dos cps, aguardando-se a polimerização do material. Os espécimes foram removidos do molde e a base dos blocos (vestibular) foi preparada com lixa 400 por 3 min, em politriz circular com refrigeração a água, utilizando o dispositivo de polimento automático acoplado a politriz (Autopol-2 Panambra, São Paulo, SP, Brasil).

A porção superior do bloco (onde se encontra a superfície vestibular do dente) foi preparada com lixa 600 em politriz circular sob refrigeração por 1 min, utilizando o dispositivo de polimento automático acoplado a politriz, com o objetivo de remover resíduos de resina acrílica provenientes do embutimento e, também, para padronizar a *smear layer* na dentina.

A seguir, no início dos procedimentos adesivos foi realizada a limpeza da superfície da dentina aplicando uma pasta de pedra-pomes e água, com auxílio de uma taça de borracha, montada em micromotor de baixa velocidade D 700 (Daby Atlante, Ribeirão Preto, SP, Brasil), seguido de lavagem com abundante jato de água. Delimitou-se a área de adesão empregando-se fita adesiva teflon(3M do Brasil), conforme Pucci et al., 2002, sendo que a área de 8 mm<sup>2</sup> foi determinado para os espécimes do teste de microtração e orifício de 2 mm de diâmetro para os de macrotração.

## 4.2 Materiais empregados

No quadro 1, constam os materiais utilizados e suas respectivas composições.

Quadro 1- Materiais utilizados e composição

Material	Marca Comercial	Fabricante	Composição
Gel ácido	Condac	FGM, Joinville, SC, Brasil	Ácido fosfórico a 37%
Resina Composta	Filtek Z350	3 M-ESPE St. Paul, Mn, USA	Bis-GMA, UDMA, TEGDMA, bis-EMA; partículas de sílica e zircônia
Sistema Adesivo	Adper Single Bond 2	3M-ESPE St. Paul, Mn, USA	BisGMA, HEMA, dimetacrilatos, etanol, água, ácidos poliacrílico e polialcenóico, nanopartículas de sílica

## 4.3 Divisão dos grupos experimentais

Quarenta e oito dentes foram divididos em dois grupos ( $n = 24$ ) para os ensaios de microtração e para macrotração. Estes grupos foram divididos em subgrupos de 12 espécimes para avaliação da resistência de união, após 24 h de armazenamento em água destilada em estufa bacteriológica a 37 °C. No caso das amostras para o teste de microtração, estas foram submetidas aos cortes na cortadeira de precisão em baixa velocidade - Labcut 1010 (Extex, Enfield, CT, USA), obtendo-se palitos em número variável para cada uma das amostras. Devido à grande perda de amostras devido a técnica de corte, mais dentes foram

preparados para chegarmos ao número de amostras inicialmente proposto. Doze dentes foram submetidos ao teste de microtração após 24 h (G1) e outros doze submetidos ao envelhecimento artificial acelerado em termociclagem (5000 ciclos, entre 55 e 5 °C, banhos de 30 s com intervalos de 3 s). O número de ciclos correspondeu ao envelhecimento de 6 meses, segundo Gale e Darvell (1999). No caso da macrotração, doze amostras foram submetidas ao teste de macrotração e as outras doze amostras levadas a termocicladora para o envelhecimento artificial acelerado. No quadro 2 é apresentado resumidamente a seqüência de procedimentos dos grupos de estudo.

Quadro 2- Seqüência do preparo das amostras

(continua)

GRUPOS	Característica
G1 Mi 24 h	Condicionamento ácido total 15 s. Lavagem e secagem com papel filtro. Aplicação de duas camadas do sistema adesivo por 5 s, fotopolimerização 10 s. Inserção incremental da resina composta de 2 mm, fotopolimerização por 20 s. Após 24 h em estufa bacteriológica a $37 \pm 1$ °C, procederam-se os cortes dos palitos em cortadeira e, a seguir, o teste de microtração na máquina de teste Emic.
G2 Mi 6 meses	Condicionamento ácido total 15 s. Lavagem e secagem com papel filtro. Aplicação de duas camadas do sistema adesivo por 5 s, fotopolimerização 10 s. Inserção incremental da resina composta de 2 mm, fotopolimerização por 20 s. Após 24 h em estufa bacteriológica a $37 \pm 1$ °C, procederam-se os cortes dos palitos em cortadeira e, a seguir, o envelhecimento artificial acelerado em termocicladora (5000 ciclos, entre 55 e 5 °C, banhos de 30 s com intervalos de 3 s) e o teste de microtração na máquina de teste Emic.



Quadro 2- Seqüência do preparo das amostras

*(continuação)*

GRUPOS	Característica
G3 Ma 24 h	Condicionamento ácido total 15 s. Lavagem e secagem com papel filtro. Aplicação de duas camadas do sistema adesivo por 5 s, fotopolimerização 10 s. Inserção incremental da resina composta de 2 mm, fotopolimerização por 20 s. Após 24 h em estufa bacteriológica a $37 \pm 1$ °C, realizou-se o teste de macrotração na máquina de teste Emic.
G4 Ma 6 meses	Condicionamento ácido total 15 s. Lavagem e secagem com papel filtro. Aplicação de duas camadas do sistema adesivo por 5 s, fotopolimerização 10 s. Inserção incremental da resina composta de 2 mm, fotopolimerização por 20 s. Após 24 h em estufa bacteriológica a $37 \pm 1$ °C, envelhecimento artificial acelerado em termocicladora (5000 ciclos de 30 s, com intervalo de 30 s, temperatura entre 55 e 5 °C) e teste de macrotração na máquina de teste Emic.

#### 4.4 Descrição detalhada dos procedimentos para confecção das amostras de microtração

Na área delimitada de todos os cps ( $8 \text{ mm}^2$ ) foi realizado o condicionamento ácido total da dentina, com gel de ácido fosfórico a 37% e a seguir procedeu-se a lavagem da superfície de dentina com jato de água, seguida da remoção do excesso de água com filtro de papel, mantendo a superfície dentinária úmida. Realizou-se a aplicação de duas camadas finas e consecutivas do adesivo (Adper Single Bond 2 - SE Bond 2 - 3M-ESPE), seguida de suave jato de ar para secagem por 2 a 5 s e fotopolimerização, por 20 s, conforme especificação do fabricante, com o aparelho fotopolimerizador XL3000 (3M/ESPE, St. Paul, Mn, USA), com densidade de potência de  $600 \text{ mW/cm}^2$ . Para inserção da resina

composta (Z350 XT- 3 M-ESPE St. Paul, Mn, USA) foi utilizada uma matriz de silicone, com um orifício de 8 mm de diâmetro e 4 mm de altura, que permaneceu centralizada sobre a dentina. A inserção da resina composta foi pela técnica incremental com porções de 2 mm cada uma, até o completo preenchimento da matriz, empregando uma espátula de ponta romba, que permitiu a perfeita adaptação do material. Cada incremento foi fotopolimerizado por 20 s, conforme especificação do fabricante e, antes da fotopolimerização da última camada de resina composta, colocou-se sobre o material uma matriz de poliéster transparente, devidamente recortada e adaptada ao tamanho do cilindro, com a finalidade de se obter uma superfície regular e lisa. Em seguida, foi retirada a matriz de silicone e procedeu-se à uma fotopolimerização adicional do bloco de resina; garantindo, desta forma, um material em perfeitas condições de polimerização e com propriedades adequadas.

#### **4.5 Preparo das amostras para submissão aos ensaios de microtração**

As 24 amostras realizadas foram mantidas em estufa bacteriológica a 37 °C, por 24 h para a completa polimerização da resina composta que, posteriormente, foram preparadas para o teste de microtração, na seguinte sequência: para o corte do bloco de resina composta/dentina foi utilizada uma cortadeira Labcut 1010 (Extec, Enfield, CT, USA), onde os mesmos foram posicionados em dispositivo circular localizado na parte superior da máquina e fixados com parafusos dispostos ao longo do mesmo, tendo-se o cuidado de mantê-los paralelos ao disco de corte da cortadeira. Os cortes foram realizados no sentido cérvico-incisal e méso-distal, incluindo resina composta e dentina. A distância entre os cortes foi padronizada por três voltas da cortadeira para todas as secções, de forma a se obter fatias de dimensões laterais

próximas com variação entre 0,8 a 1,0 mm. Este procedimento foi repetido por cinco vezes, obtendo-se desta forma quatro fatias no sentido cervico-incisal. Em seguida, o cp foi girado, para que se procedesse ao mesmo número de cortes no sentido méso-distal (Fonseca, 2012). Obtiveram-se desta forma, palitos a partir das amostras, em números variados, devido a perdas durante o corte. Estes foram devidamente identificados e separados, correspondendo cada grupo de palitos a uma respectiva amostra. As bordas da amostra foram descartadas e, apenas, os palitos que se apresentavam em formato retangular, com dentina e resina composta de forma nítida, foram considerados (Figura 1).

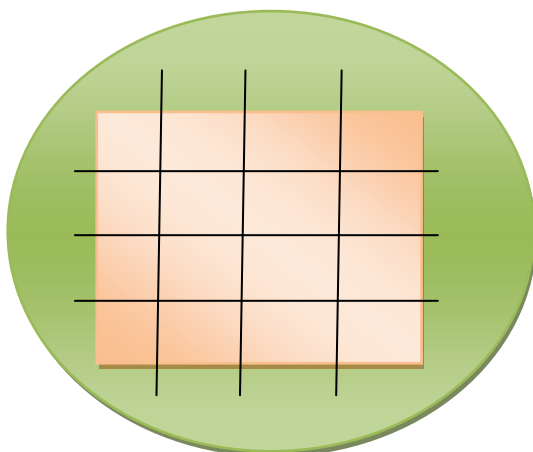


Figura 1- Desenho esquemático do corte da amostra, obtendo-se os palitos.

Para o teste de microtração, cada palito foi medido com um paquímetro digital para obtenção dos seus dois lados e, dessa forma, cada valor de área foi anotado, individualmente em ficha, para utilização no momento do teste.

Cada palito foi colado com a cola Loctite 454 gel (Henkel, Itapevi, SP, Brasil) pelas extremidades no dispositivo para o teste, posicionados, paralelamente, ao longo eixo da força de tração e

devidamente numerados para evitar equívocos quanto ao grupo pertencente. Aguardou-se 24 h antes de submetê-los ao ensaio de microtração, para a perfeita secagem da cola utilizada. Para o teste de microtração, na máquina EMIC DL-1000 (Equipamentos e Sistemas Ltda., São José dos Pinhais, PR, Brasil) a carga utilizada foi a célula de 10 kgf, na velocidade de 0,5 mm/min, conforme ISO/TR 11405:1994. Os dispositivos para os palitos foram posicionados na máquina de teste e submetidos ao ensaio, registrando-se os valores de resistência no visor da EMIC. Estes valores foram anotados individualmente para cada palito, tendo-se ao final do ensaio todos os dados coletados em MPa. Numa primeira fase os palitos correspondentes as 12 amostras, após as 24 h em estufa bacteriológica a 37 °C, foram submetidos ao ensaio (Figura 2).

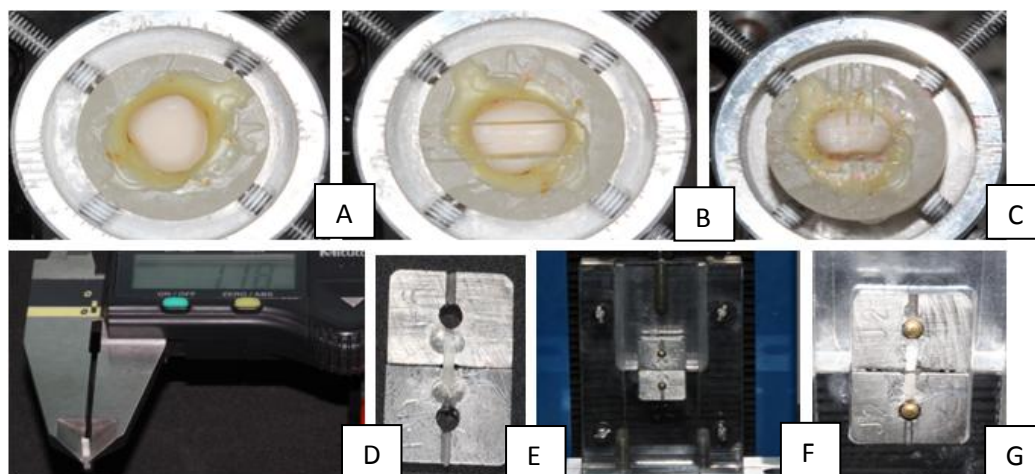


Figura 2 - A) Amostra fixada sobre resina acrílica; B) Corte longitudinal da amostra; C) Corte transversal da amostra; D) Paquímetro medindo palito; E) Palito colado no dispositivo de metal; F) Dispositivo na máquina de testes universais; G) Palito fraturado. *Foto cortesia Prof. Dr César Rogério Pucci.*

Para simular o envelhecimento das amostras, por 6 meses, os palitos correspondentes às outras 12 amostras e, após as 24 h, em estufa bacteriológica a 37 °C, foram submetidos a termociclagem (5000 ciclos, entre 55 e 5 °C em banhos de 30 s com intervalos de 3 s), correspondendo a um envelhecimento acelerado, segundo Gale e Darvell (1999). Após este período, os palitos seguiram a mesma seqüência

descrita anteriormente, quanto a colagem em dispositivo e submissão ao teste de microtração.

#### **4.6 Preparo das amostras para submissão aos ensaios de macrotração**

Na área delimitada de todos os cps ( $2 \text{ mm}^2$ ) foi realizado o condicionamento ácido total da dentina, com gel de ácido fosfórico a 37% e, a seguir, procedeu-se a lavagem da superfície de dentina com jato de água, seguida da remoção do excesso de água com filtro de papel, mantendo a superfície dentinária úmida. Realizou-se a aplicação de duas camadas finas e consecutivas do adesivo, seguida de suave jato de ar para secagem por 2 a 5 s e fotopolimerização, por 15 s, conforme especificação do fabricante. Para inserção da resina composta foi utilizada uma matriz de cobre bipartida na qual era adaptado um anel de contenção com um orifício em formato de cone invertido, tendo uma base menor de 2 mm e a maior 4 mm e com comprimento de 4 mm. Esta permaneceu centralizada sobre a dentina preparada, delimitada e que já recebeu sistema adesivo. A inserção da resina composta foi pela técnica incremental com porções de 2 mm cada uma, até o completo preenchimento da matriz, empregando uma espátula de ponta romba que permitiu a perfeita adaptação do material; sendo que cada incremento foi fotopolimerizado por 20 s. Depois, o dispositivo que foi utilizado como matriz de inserção da resina ter sido cuidadosamente removido, verificou-se a união do cone de resina na estrutura da dentina (Figuras 3 e 4).

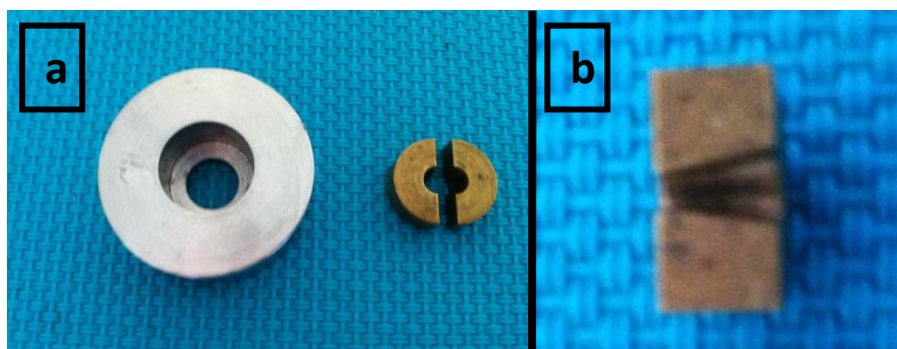


Figura 3 – a) Dispositivo para inserção da resina composta sobre a dentina; b) Formato de cone invertido da matriz.

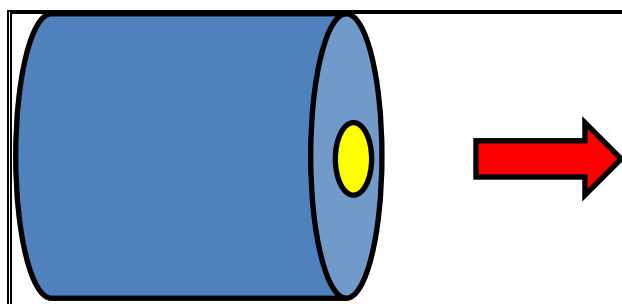


Figura 4 - Desenho esquemático do corpo-de-prova (Dentina + Resina Composta).

Com o objetivo de realizar o ensaio de macrotração, foi acoplado ao cilindro de resina outro dispositivo de cobre, bipartido, que recebia um anel de aço para união das partes do dispositivo de cobre e o conjunto acoplado por um parafuso que permitia a fixação na máquina de ensaio Emic (Figuras 5 e 6).

Para o teste de macrotração na máquina EMIC (Figura 7) a célula de carga utilizada foi de 10 kgf, na velocidade de 0,5 mm/min e com limite máximo e mínimo definidos previamente. As amostras foram posicionadas na máquina de teste e submetidas ao ensaio, registrando-se os valores de resistência no visor da EMIC. Estes valores foram anotados

individualmente em uma ficha, tendo-se ao final do ensaio todos os dados coletados em MPa.

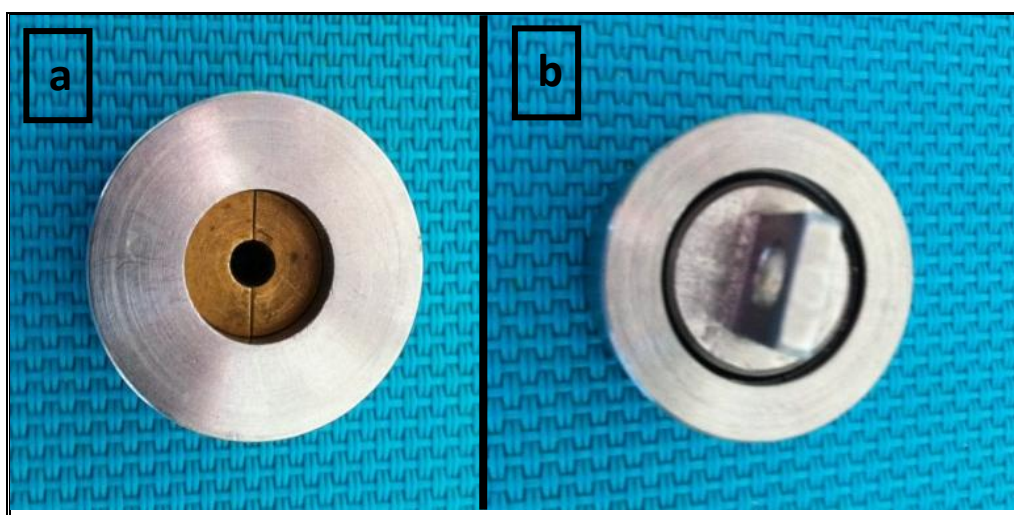


Figura 5- a) Dispositivo para transferência do corpo-de-prova para o ensaio; b) Parafuso acoplado para encaixe na máquina Emic.

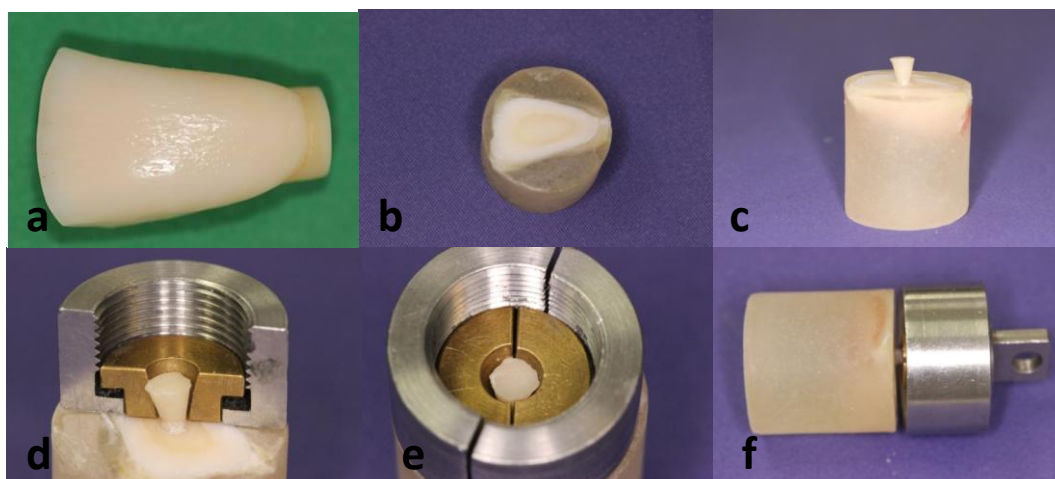


Figura 6 – a) Dente Bovino seccionado; b) Desgaste da superfície vestibular; c) Resina composta inserida; d) Adaptação do dispositivo de cobre bipartido; e) Adaptação do anel de aço bipartido; f) Conjunto acoplado para fixação a máquina de ensaio Emic.

Todos os procedimentos descritos acima foram repetidos para o segundo grupo de 12 cps, que foram submetidos à termociclagem. A seguir, foi realizado o teste de macrotração.



Figura 7 - Máquina de Testes Universais.

#### **4.7 Avaliação do tipo de fratura na microtração e macrotração após 24 h e após o envelhecimento acelerado**

Após a submissão das amostras ao ensaio de microtração e macrotração, todas foram observadas no estereomicroscópio Karl Zeiss/ Stemi 2000C-MC-80-DX (Figura 8).





Figura 8 - Estereomicroscópio óptico - Karl Zeiss/ Stemi 2000C-MC-80-DX.

Para análise do tipo de fratura ocorrida, sendo essas classificadas conforme (Figura 9), em:

- 1) Fratura coesiva na resina composta;
- 2) Fratura coesiva na dentina;
- 3) Fratura adesiva na interface dentina/adesivo;
- 4) Fratura adesivo/resina;
- 5) Fratura mista, nos casos em ocorreram combinação de fratura coesiva e adesiva.

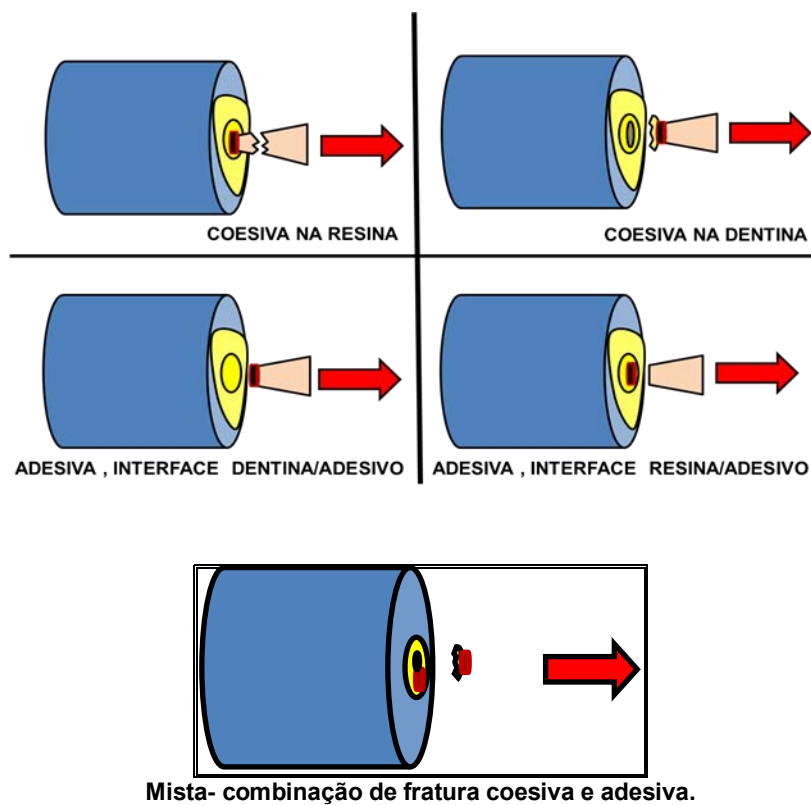


Figura 9 - Esquema ilustrativo das fraturas.

#### 4.8 Delineamento experimental e análise estatística

O delineamento experimental deste trabalho utilizou como fatores, ou variáveis experimentais, o tipo de armazenamento (24 h e 6 meses) e o método (macrotração e microtração), (Figura 10).

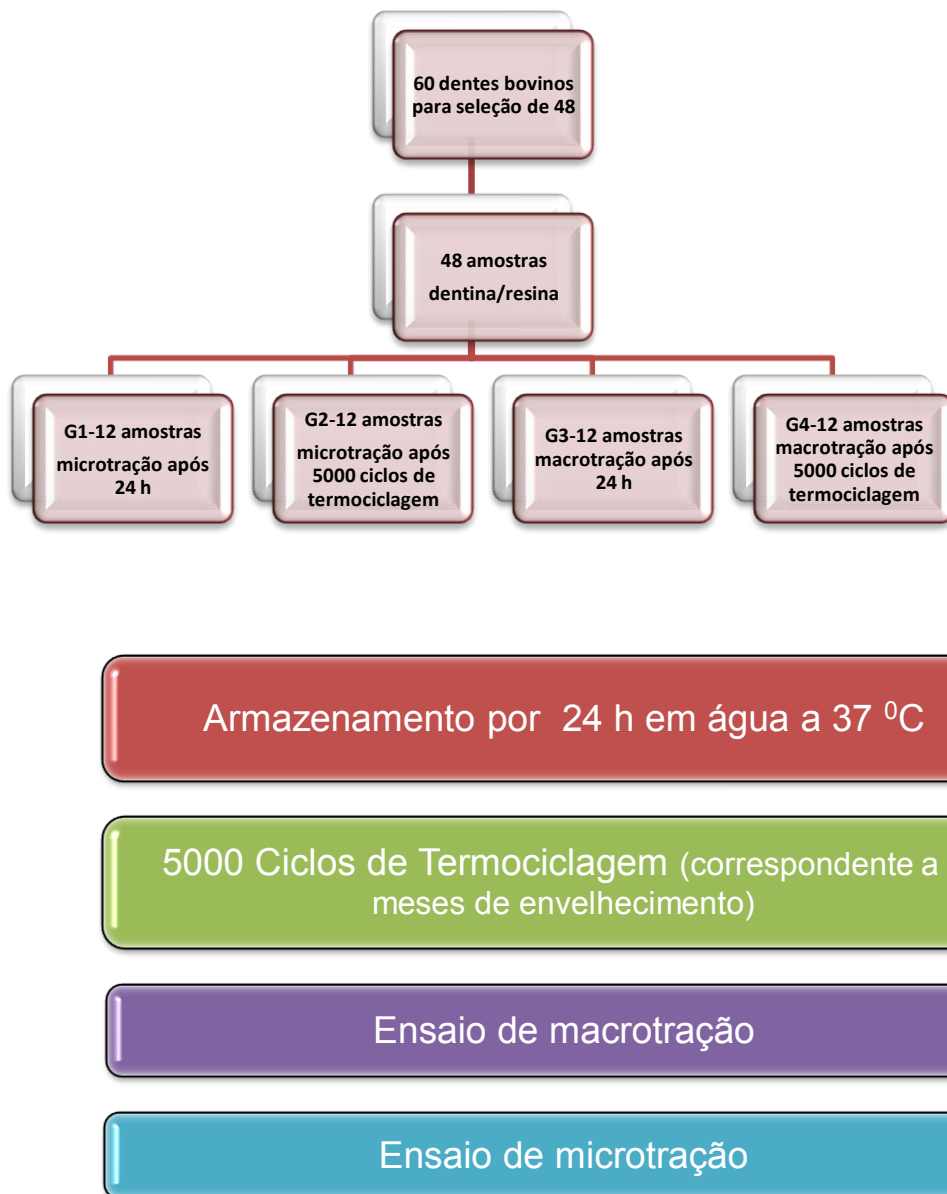


Figura 10- Delineamento Experimental

Neste experimento, que segue um esquema fatorial tipo 2 x 2, a variável resposta é o valor de resistência de união (MPa) obtido no ensaio mecânico.

A unidade experimental considerada foi o corpo-de-prova formado pelo substrato dentinário/sistema restaurador.

Os cps foram designados, aleatoriamente, às quatro condições experimentais estabelecidas pelos dois fatores.

O número de réplicas, tamanho amostral, foi estimado a partir de um estudo de poder do teste, sob duas condições de variabilidade populacional. Na primeira condição, a variabilidade foi expressa via desvio padrão igual a 5 MPa (Al-Salehi, Burke 1997). Na outra condição o valor foi de 10 MPa (Braga et al., 2010). Foi observado que a faixa de valores de dispersão comumente encontrados situa-se entre 5 e 10 MPa. Assim, numa comparação entre os ensaios mecânicos sob probabilidade acima de 80%, com 12 réplicas (dentes) é possível constatar uma diferença média significativa de 5 MPa (Apêndice A). Foram, então, selecionados 48 dentes bovinos correspondentes às quatro condições experimentais sob doze repetições

Os dados de RU (MPa) foram submetidos a uma análise exploratória por meio dos gráficos: de pontos (*dotplot*), de colunas e de caixa (*boxplot*) utilizando-se do programa PRISM (GraphPad Inc, version 6.0, 2013). Empregou-se o programa computacional MINITAB (Minitab, version 16.1, 2010) para os cálculos de média, desvio padrão, coeficiente de variação, componentes de variação do modelo ANOVA (*nested*), erro de medição (Bland, Altman, 1996) e análise de Weibull.

A estatística inferencial consistiu nos testes (i) quiquadrado; (ii) *t-Student* de amostras independentes; (iii) ANOVA (dois fatores); (iv) Teste Exato de Fisher; (v) Kruskal-Wallis e Dunn utilizando-se o programa Statistix (version 9.1, 2012, Analytical Software).

O modelo estatístico da análise de variância, ANOVA (dois fatores), considera três possíveis efeitos: a existência de diferença estatisticamente significativa entre os ensaios; entre a os períodos de 24 h e 6 meses de armazenamento e a interação entre os dois fatores.

As hipóteses estatísticas de nulidade ( $H_0$ ) e alternativa ( $H_1$ ), foram as seguintes:

- $H_{0A}$ : A resistência de união é igual para 24 h e 6 meses de armazenamento.
- $H_{1A}$ : A resistência de união é diferente para 24 h e 6 meses de armazenamento.
- $H_{0B}$ : A resistência de união é igual para os tipos de testes mecânicos.
- $H_{1B}$ : A resistência de união é diferente para os tipos de testes mecânicos.
- $H_0$  AB: Não há interação dos dois fatores em estudo.
- $H_1$  AB: Há interação dos dois fatores em estudo.

Os testes estatísticos ANOVA (2 fatores), Tukey, t-*Student* e Exato de Fisher, foram realizados com o programa computacional MINITAB (Minitab, version 16.1, 2010).

O nível de significância escolhido foi o valor convencional de 5%.

## **5 RESULTADOS**

Os valores de RU (MPa) obtidos no ensaio de microtração encontram-se nos Apêndices (B e C).

Nesse item, a análise estatística dos dados será efetuada em quatro partes. Nas duas primeiras serão considerados os valores encontrados nos ensaios de macro e microtração; enquanto, na terceira será considerada a influência da termociclagem nos ensaios. Na última parte será realizada uma avaliação comparativa entre as condições de termociclagem, segundo o tipo de falha observada.

### **5.1 Ensaio de macrotração**

Os dados de RU (MPa) obtidos no ensaio de macrotração são apresentados na Tabela 1, mostrada seguir.

Diante de dados com elevada variabilidade, valores de cv (%) acima de 45%, foi aplicado o modelo de Weibull para as duas condições de termociclagem (sem e com) e, a seguir, para os dados independentemente do tipo de termociclagem. Assim, em cumprimento à orientação da norma ISO/TS 11405: 2003 (E); foi aplicado o modelo de Weibull para análise de dados de resistência de união. Verificou-se que os valores de RU seguem esse modelo de probabilidade nas duas condições de sem e com termociclagem.

Tabela 1 - Valores de RU(MPa) obtidos\*, segundo o envelhecimento

	Termociclagem	
	Sem	Com
Ensaio de macrotração	0,92	0,79
	1,36	0,79
	1,81	2,29
	2,85	2,29
	3,26	2,30
	3,49	2,84
	3,67	2,97
	3,80	2,97
	4,94	5,44
	5,66	5,90
n	10	10
média	3,176	2,858
dp	1,505	1,682
cv(%)	47,38	58,84

\*perderam-se dois dentes

Os parâmetros dessa distribuição foram estimados, segundo o método dos mínimos quadrados. Os dois parâmetros estimados: a forma (ou módulo) e a localização (ou escala) são apresentados na Tabela 2 e Figura 11.

Tabela 2 - Análise de Weibull para os dados de macrotração, segundo o envelhecimento

Estatística	Termociclagem	
	Sem	Com
módulo	1,959	1,754
escala	3,644	3,218
coef. correlação (r)	0,984	0,945
mediana	3,022	2,612
Tensão:1º percentil	0,348	0,239
5º percentil	0,800	0,592
10º percentil	1,156	0,892

Pode-se verificar: (i) os valores de localização (ou escala) são similares (teste  $\chi^2 = 0,237$ ; gl = 1; p-valor = 0,626 > 0,05); (ii) os

valores de módulo são similares, não diferem estatisticamente (teste  $\chi^2 = 0,0627$ ; gl =1; p-valor = 0,802 > 0,05) e (iii) esses valores de resistência de união seguem o modelo de Weibull, pois o valor de indicação do ajuste, o valor “r”, é próximo da unidade.

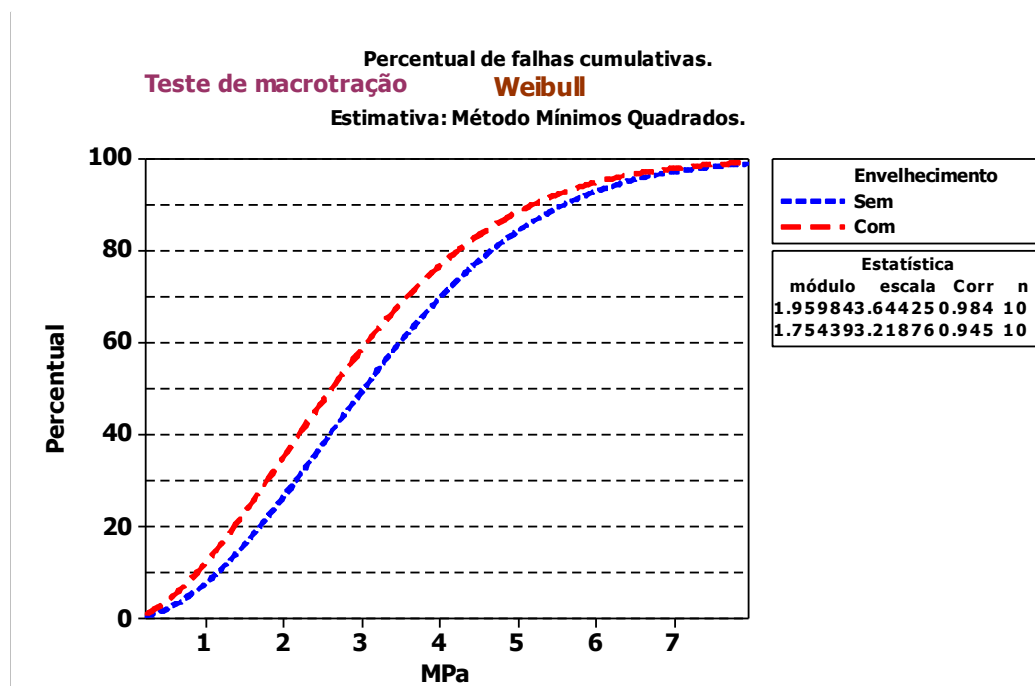


Figura 11 – Curva de sobrevivência cumulativa dos valores de RU (MPa), segundo a condição de termociclagem.

Tendo em vista o mesmo comportamento das condições de termociclagem, foi avaliado o modelo de Weibull para os todos os valores de macrotração (Tabela 3, Figura 12).



Tabela 3 - Análise de Weibull para os dados de macrotração, independentemente da condição de termociclagem

módulo	1,946
escala	3,415
coef. correlação (r)	0,978
Mediana	2,829
Tensão: 1º percentil	0,321
5º percentil	0,742
10º percentil	1,074

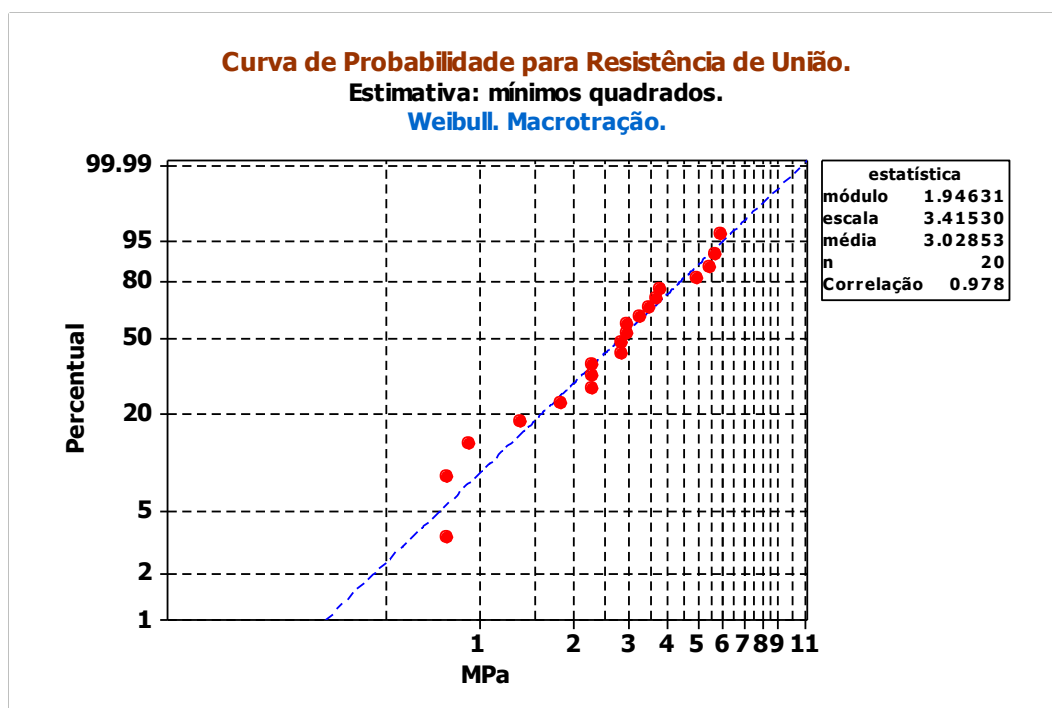


Figura 12 – Probabilidade de falha *versus* valores de RU (MPa) obtidos no ensaio de macrotração, independentemente da condição de termociclagem.

Pode-se verificar no ensaio de macrotração que (i) os valores seguem o modelo de Weibull, pois o valor de indicação do ajuste, o valor “r”, é próximo de 1; (ii) não houve diferença entre os dois tipos de armazenamento; (iii) os valores de módulo encontrados são baixos (valores entre 1,75 e 1,96) indicando baixa confiabilidade da adesão.

## 5.2 Ensaio de microtração

Nesse item, os dados de microtração são submetidos (**Distribuição de Weibull**) a um teste de adequação à distribuição de Weibull e, em seguida, a uma (**Análise exploratória**) avaliação preliminar ou análise exploratória, onde seguem diversos métodos e estratégias de exploração com o auxílio de gráficos e resumos numéricos.

**Distribuição de Weibull:** os valores da variável em análise (valor médio dos valores das amostras testadas no teste de microtração) são apresentados na Tabela 4. Esses valores submetidos à distribuição de Weibull indicaram um bom ajuste dos dados a esse modelo (Tabela 5 e Figura 13).

Tabela 4 - Valores médios de RU(MPa) obtidos em cada dente, segundo a condição de envelhecimento

*(continua)*

	Termociclagem	
	Sem	Com
Ensaio de microtração	4,603	9,412
	4,677	12,952
	4,772	14,855
	9,966	16,546
	10,579	18,205
	10,855	18,344
	11,109	20,322
	11,473	20,900
	14,248	23,023
	15,292	24,793
	15,650	33,344
	15,929	_*

Tabela 4 - Valores de RU (MPa) obtidos\*, segundo a condição de envelhecimento

		<i>(continuação)</i>	
	n	12	11
	média	10,76	19,34
	dp	4,21	6,42
	cv(%)	39,16	33,21

\* perdeu-se um dente durante a termociclagem.

Tabela 5 - Análise de Weibull para os dados de microtração segundo a condição de envelhecimento

Estatística	Termociclagem	
	Sem (n=12)	Com (n =11)
módulo	2,548	3,362
escala	12,101	21,497
coef. correlação (r)	0,934	0,986
Mediana	10,480	19,277
Tensão: 1º percentil	1,990	5,473
5º percentil	3,773	8,887
10º percentil	5,004	11,008

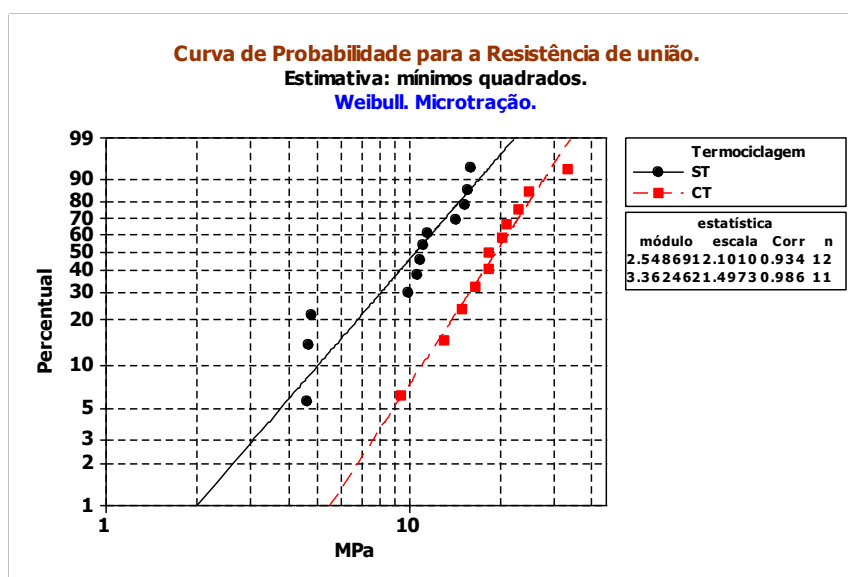


Figura 13 - Probabilidade de falha *versus* valores de RU (MPa) obtidos no ensaio de microtração, de acordo com o tipo de termociclagem.

Pode-se verificar que os valores de localização (ou escala) diferem (teste  $\chi^2 = 14,283$ ; gl = 1; p-valor = 0,0001 > 0,05); enquanto, os valores de módulo são similares (teste  $\chi^2 = 0,532$ ; gl = 1; p-valor = 0,466 > 0,05); e os valores seguem o modelo de Weibull, pois a estatística de indicação do ajuste, o valor “r”, é próximo da unidade.

Assim, diferentemente do que ocorreu para os valores de macrotração, a condição de termociclagem tem influência na resistência de união. O valor mediano da condição com termociclagem (19,277 MPa) é, aproximadamente, duas vezes o valor mediano da condição sem termociclagem (10,480 MPa). O mesmo ocorre se for considerada a tensão de resistência característica ou valor de escala que corresponde ao percentil 63,26% (sem: 12,101 MPa e com: 21,497 MPa).

**Análise exploratória:** no ensaio de microtração, para os valores de RU (MPa), a variável em análise considerada foi o valor médio dos palitos testados em cada dente.

Nesse item, a estatística descritiva será apresentada sob duas abordagens.

Na primeira, foram calculadas as estatísticas da média e do desvio padrão para todos os valores; e, na segunda, as mesmas estatísticas foram calculadas para os valores situados na faixa de percentis de 10 a 90%.

A justificativa para tal procedimento se deve à conhecida elevada variabilidade dos dados e, ainda, à conhecida influência dos valores extremos de uma distribuição nas medidas de tendência central e de dispersão. As estatísticas calculadas são apresentadas nas Tabelas numeradas de 6 a 10 e Figura 14.

Tabela 6 - Condição sem termociclagem. 84 valores. Estatística descritiva para os dados de RU (MPa) no ensaio de microtração, em cada unidade experimental (dente)

<i>todos os valores</i>				
dente	nº de palitos	média	dp	cv(%)
1	7	9,966	6,471	64,929
2	5	15,293	3,204	20,950
3	4	10,580	2,879	27,217
4	11	15,651	4,113	26,281
5	10	10,855	1,775	16,356
6	8	11,109	5,301	47,714
7	11	11,473	4,178	36,415
8	5	4,603	4,421	96,060
9	6	4,772	2,432	50,977
10	5	4,677	3,381	72,307
11	6	14,248	8,801	61,770
12	6	15,929	9,194	57,719

Tabela 7 - Condição sem termociclagem. 68 valores na faixa percentil (de 10% a 90%). Estatística descritiva para os dados de RU (MPa) no ensaio de microtração, em cada unidade experimental (dente)

<i>percentis: de 3,22 a 19,98 MPa</i>				
dente	nº de palitos	média	dp	cv(%)
1	6	11,356	5,833	51,373
2	4	14,290	2,644	18,501
3	4	10,580	2,879	27,217
4	8	14,005	3,512	25,080
5	10	10,855	1,775	16,356
6	8	11,109	5,300	47,714
7	11	11,473	4,178	36,415
8	3	7,187	3,685	51,275
9	4	6,036	1,746	28,928
10	4	5,835	2,511	43,031
11	3	13,397	4,627	34,539
12	3	14,358	4,418	30,775

Tabela 8 - Condição com termociclagem. Todos os 66 valores. Estatística descritiva para os dados de RU (MPa) no ensaio de microtração, em cada unidade experimental (dente)

<i>todos os valores</i>				
dente	nº de palitos	média	dp	cv(%)
1	4	12,952	7,685	59,333
3	7	16,546	10,389	62,792
4	7	14,855	9,417	63,392
5	5	20,900	12,238	58,556
6	2	33,344	1,417	4,250
7	8	18,344	7,148	38,968
8	10	24,793	8,423	33,974
9	9	18,205	12,710	69,816
10	4	23,023	7,040	30,579
11	6	20,322	5,279	25,977
12	4	9,412	0,611	6,491

Tabela 9 - Condição com termociclagem. 54 valores na faixa percentil (de 10 a 90%). Estatística descritiva para os dados de RU (MPa) no ensaio de microtração, em cada unidade experimental (dente)

<i>percentis: de 6,71 a 32,68 MPa</i>				
dente	nº de palitos	média	dp	cv(%)
1	3	15,143	7,732	51,063
3	6	18,912	9,084	48,036
4	6	16,489	9,166	55,587
5	3	21,386	9,348	43,713
6	1	32,342	-	-
7	8	18,344	7,148	38,968
8	7	20,534	5,886	28,665
9	6	17,671	6,909	39,099
10	4	23,023	7,040	30,579
11	6	20,322	5,279	25,977
12	4	9,4120	0,611	6,491

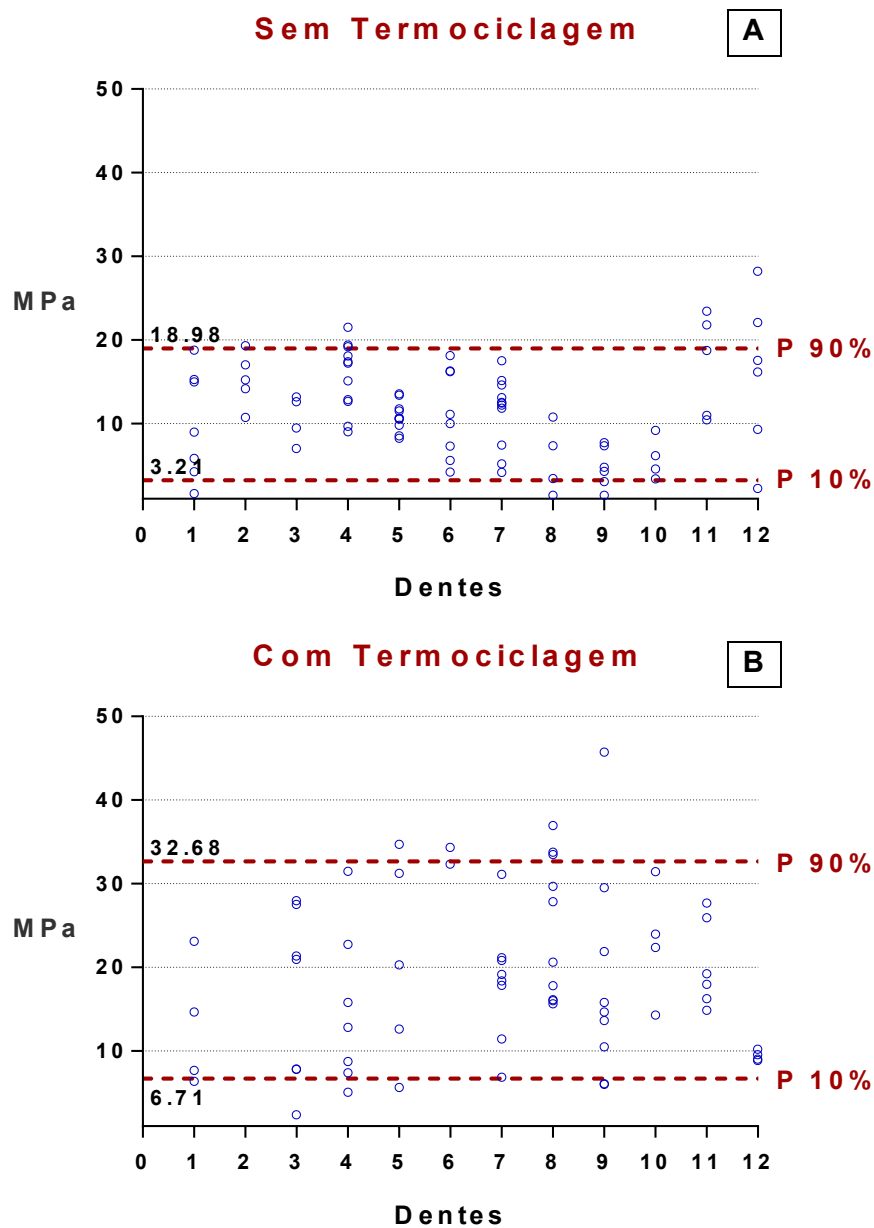


Figura 14 - Gráfico de pontos (*dotplot*) dos valores de RU obtidos nos ensaio de microtração em cada “palito” (indicado pelo círculo de cor azul), independentemente do tipo de falha (TF), de acordo com o dente. Linhas tracejadas indicam os valores percentis 10% e 90%. A) sem termociclagem; B) com termociclagem.

Tabela 10 - Estatística descritiva para os dados de RU (MPa) no ensaio de microtração, de acordo com a condição de envelhecimento

Estatística	Termociclagem			
	Sem (n = 12)		Com (n = 11)	
	todos os valores	*valores na faixa de P <sub>10%</sub> a P <sub>90%</sub>	todos os valores	**valores na faixa de P <sub>10%</sub> a P <sub>90%</sub>
média	10,76	10,87	19,34	19,42
dp	4,22	3,06	6,42	5,63
cv(%)	39,16	28,16	33,21	29,02

\*de 3,21 a 18,98 MPa; \*\*de 6,71 a 32,68 MPa.

Por meio das informações contidas na Tabela 10 foi observado (i) redução dos valores de variabilidade; (ii) valores próximos de coeficiente de variação e (iii) nenhuma influência de valores extremos sobre os valores médios.

Para uma melhor visualização da influência do valor extremo sobre o valor médio, em cada dente, é apresentado um gráfico de pontos (*dotplot*) ao redor do valor médio dos valores de RU (MPa), segundo a condição de termociclagem (Figura 15).

Em continuação à nossa análise exploratória, diante dos valores com elevada variabilidade, foi efetuada uma análise de componentes de variação em cada condição experimental, ou seja, foi avaliado o quanto de resistência de união obtida se deve à variabilidade devido aos dentes e o quanto se deve às amostras do respectivo dente. O resultado dessa análise é apresentado na Tabela 11 e Figuras 16 e 17.



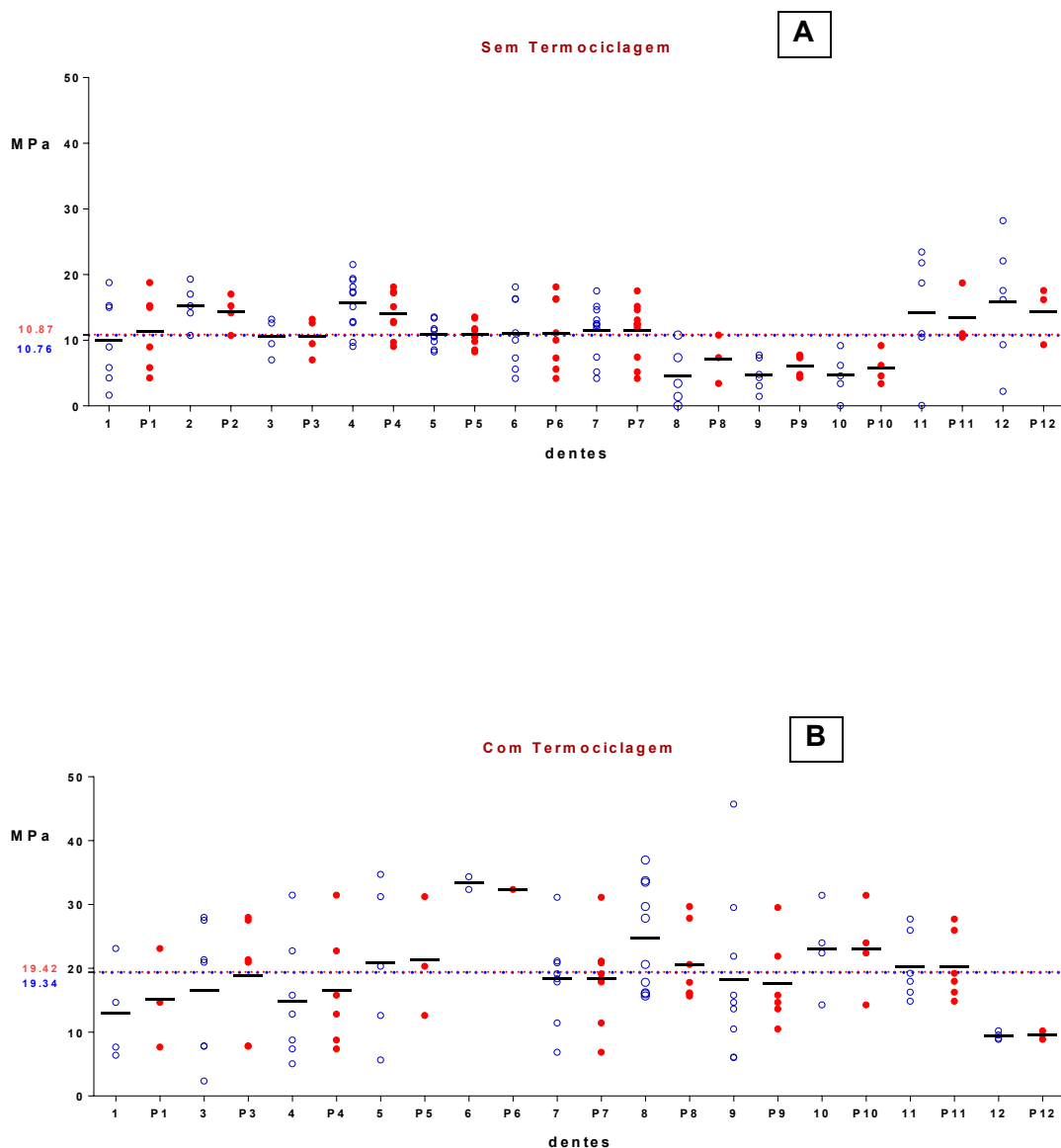


Figura 15 - Gráfico de pontos (*dotplot*) representando os valores de RU (MPa), ao redor do valor médio (representado pelo traço horizontal cor preta), segundo a condição de termociclagem. A) sem termociclagem; B) com termociclagem. Os valores médios são indicados por linhas tracejadas: a linha tracejada, cor vermelha, corresponde aos valores na faixa de percentis de 10% e 90%; a linha tracejada, cor azul, corresponde a todos os valores.

Tabela 11 - Sem *versus* Com Termociclagem. Análise comparativa, em termos de valores estimados de variabilidade, de acordo com o método de componentes de variação devido ao fator dente (efeito aleatório) em relação aos palitos

Variabilidade (MPa)	Sem		Com	
	Todos os valores	de P <sub>10%</sub> a P <sub>90%</sub>	Todos os valores	de P <sub>10%</sub> a P <sub>90%</sub>
Dente	11,83	4,165	11,87	4,648
Erro (palitos)	25,69	14,984	82,47	51,641
Total	37,52	19,149	94,34	56,289
Razão (%) (dente/Total)	31,53%	21,75%	12,58%	8,26%

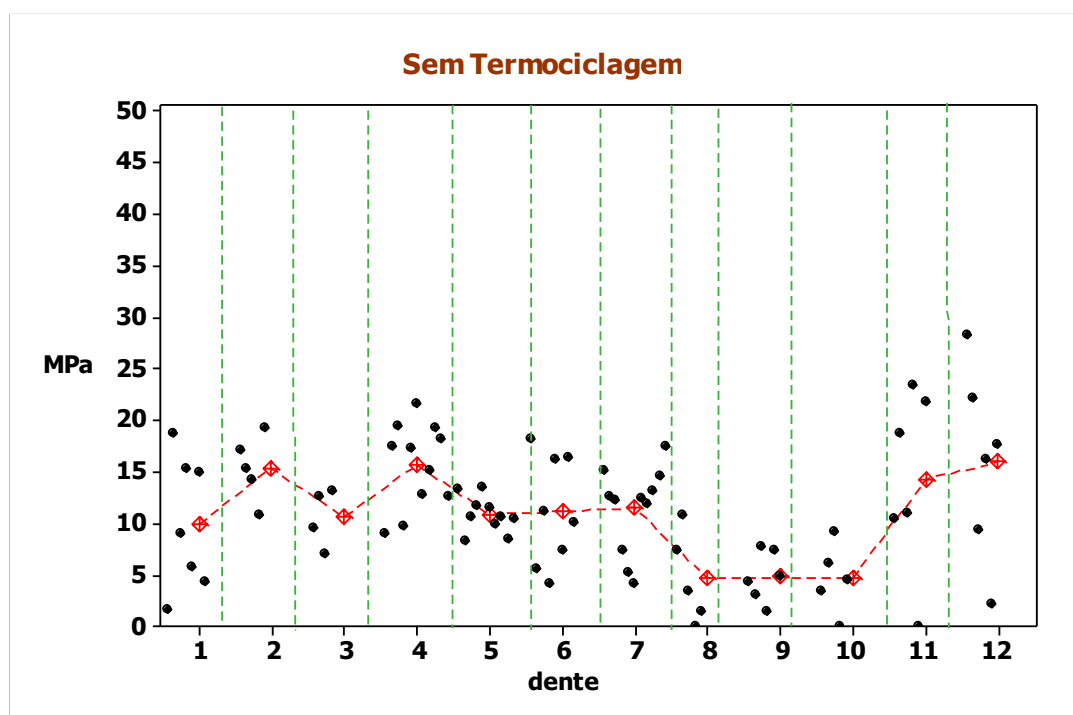


Figura 16 - Sem termociclagem. Representação dos valores de RU (indicadas pelo círculo de cor preta), correspondendo aos palitos testados em cada dente e respectivo valor médio. A linha tracejada, cor verde, indica os palitos obtidos em cada dente. A linha tracejada, cor vermelha, indica a variabilidade entre os dentes.

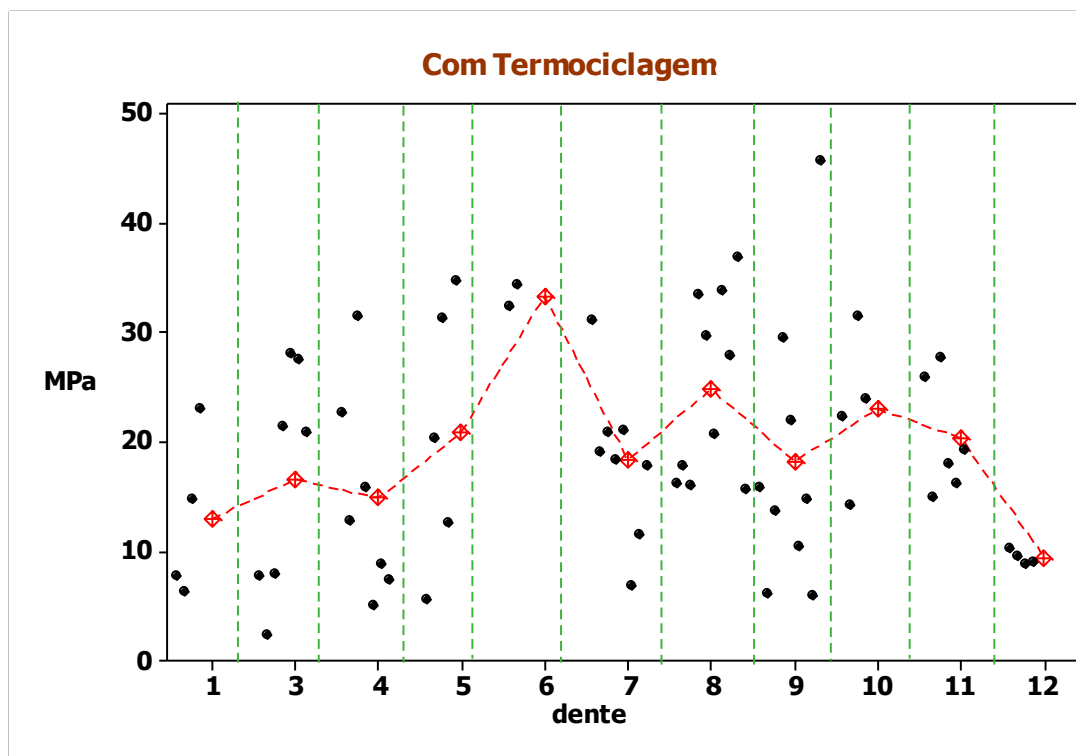


Figura 17 - Com termociclagem. Representação dos valores de RU (indicadas pelo círculo de cor preta), correspondendo aos palitos testados em cada dente e respectivo valor médio. A linha tracejada, cor verde, indica os palitos obtidos em cada dente. A linha tracejada, cor vermelha, indica a variabilidade entre os dentes.

Assim, por meio da informação contida na Tabela 11, pode-se estabelecer que se tem uma menor variabilidade, entre os dentes (aproximadamente 12%), para a condição com termociclagem; e uma situação menos favorável para a condição sem a termociclagem (valor próximo de 32%). Para os dentes submetidos à termociclagem (Figura 16), quando se exclui o dente número 6, a variabilidade entre os dentes é reduzida pela metade. Com o dente número 6, dois palitos foram testados apresentando valores de RU acima de 30 MPa.

Ainda, por meio da informação contida na Tabela 11, se pode estabelecer os valores de erro de medição, proposto por Bland e Altman (1996), também expressa como repetibilidade, no sentido de estimarmos o quanto se pode chegar o valor diferença entre duas medições, isto é, o quanto pode ser o valor diferença entre dois palitos

testados no ensaio de microtração. O resultado dessa avaliação é apresentado a seguir (Tabela 12).

Tabela 12 - Erro de medição estimado para os palitos em cada condição experimental

Termociclagem	Faixa de valores	Erro (palitos)*	$1,96\sqrt{2}$	Repetibilidade (Erro)* $1,96\sqrt{2}$
Sem	geral	5,068	2,772	14,048
	percentis	3,871		10,730
Com	geral	9,082	2,772	25,174
	percentis	7,186		19,919

\*desvio padrão (médio) dos valores obtidos nos palitos em cada dente.

Assumindo distribuição normal dos valores diferença pode-se supor que 95% das medidas repetidas situam-se dentro de contornos (limites) entre 10 e 25 MPa. Pode-se notar que a diferença é grande para a condição com termociclagem. A diferença média pode ser duas vezes maior em relação à situação de palitos não termocicladados.

### 5.3 Influência da termociclagem nos ensaios de macro e de microtração

Nesse item será avaliado o efeito da termociclagem, nos dois tipos de ensaios.

Diante dos dados numéricos de RU, obtidos no teste de microtração, há duas possibilidades de análise. São possibilidades que surgem devido à ocorrência usual de falhas pré-teste (FPT). Para essa análise é usual, também, desconsiderá-las, porém, se o experimento apresenta alto valor de prevalência, então, é aconselhável considerá-las

e, dessa forma, se pode avaliar com maior confiabilidade o efeito da termociclagem.

Em nosso experimento ocorreram falhas pré-teste nos dois condições de termociclagem. A distribuição dessa ocorrência é apresentada na Tabela 13.

Tabela 13 - Distribuição da ocorrência de falhas pré-teste (FPT) em cada dente, segundo a condição de termociclagem

Termociclagem					
Sem			Com		
Dente	n° de palitos testados realmente	n° de FPT	dente	n° de palitos testados realmente	n° de FPT
1	7	4	1	4	2
2	5	4	2	0	6
3	4	4	3	7	4
4	11	1	4	7	0
5	10	2	5	5	1
6	8	3	6	2	2
7	11	0	7	8	2
8	5	4	8	10	0
9	6	2	9	9	3
10	5	5	10	4	1
11	6	1	11	6	0
12	6	1	12	4	0
Total:	84	31		66	21
FPT(%):	31/84 = 36,90%			21/66 = 31,82%	

Tendo em vista que os valores de prevalência das FPT: 37% (condição sem) e 32% (condição com) são elevados, viu-se a necessidade de conhecer o efeito dos cps não efetivamente testados para avaliar a influência da termociclagem.

Quando não considerada as FPT observa-se que a distribuição dos valores de macrotração independe da condição de termociclagem. O contrário ocorre para os dados de microtração (Figura 18).

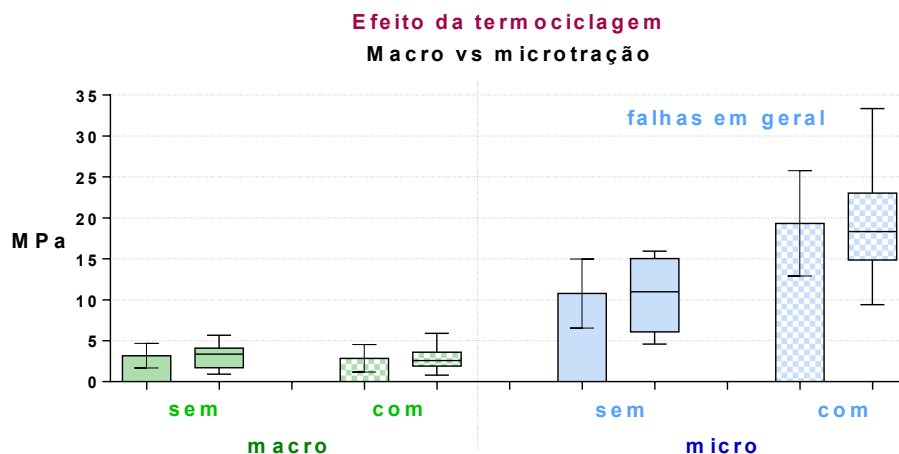


Figura 18 - Gráfico de colunas (média  $\pm$  desvio padrão) e correspondente gráfico de caixa (*boxplot*) dos valores de resistência de união obtidos em dentes bovinos, segundo o tipo de teste e da condição de termociclagem, desconsiderando as FPT.

Quando as FPT são consideradas, sabe-se que há diversas abordagens para quantificar os palitos perdidos antes dos testes e, ainda, de que não há um consenso na literatura quanto à forma mais adequada para a análise numérica. Porém, é usual atribuir valores 0 MPa (Heintze, 2013) ou 4 MPa (Reis et al., 2004) ou, ainda, de ser considerado a metade do menor valor obtido em cada condição experimental (Roulet, Van Meerbeek, 2007; Van Meerbeek et al., 2010). Dessa forma, foi avaliada a influência das falhas FPT- em termos de valores de tendência central (média) e de dispersão (desvio padrão) – no efeito da termociclagem.

Em relação aos dados de microtração, se pode observar (Figura 19), que o efeito termociclagem se mantém, considerando ou não as FPT. A condição com termociclagem apresenta valores superiores de RU. E essa superioridade é estatisticamente significativa quando são comparados os valores médios, via teste *t-Student* de amostras independentes (Tabela 14).

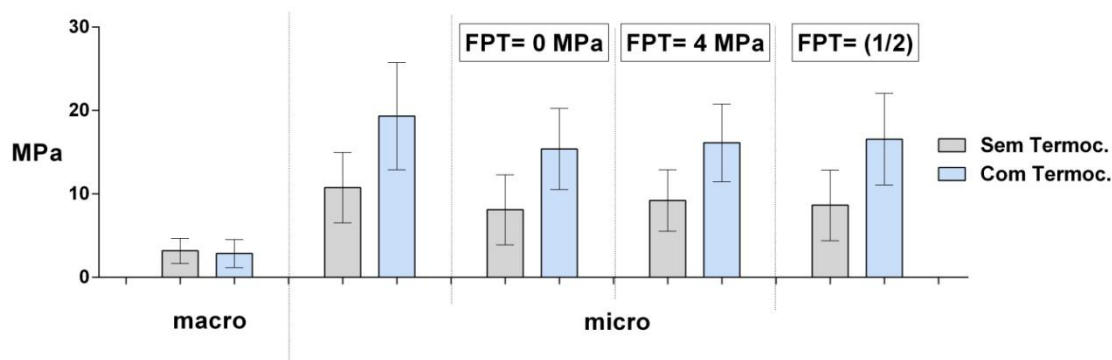


Figura 19 - Gráfico de colunas (média±dp) dos valores de RU (MPa), segundo as condições experimentais. FPT: falha pré-teste (valores atribuídos: zero, 4 MPa e metade do valor mínimo no grupo).

Tabela 14 - Sem Termociclagem versus Com Termociclagem. Média ( $\pm$  desvio padrão) dados de RU (MPa) nos ensaios de macro e microtração. Intervalo de confiança (IC: 95%) e teste de hipótese na comparação dos valores médios. Resultado do teste *t-Student*.

Ensaio	ST	CT	<i>t-Student</i> gl (faixa) (17 a 19)	IC (95%)	p-valor
macro	3,18 $\pm$ 1,50	2,86 $\pm$ 1,68	0,45	-1,18 a 1,82	p = 0,662
micro	10,76 $\pm$ 4,21	19,34 $\pm$ 6,42	3,75	3,75 a 13,40	p = 0,002*
micro (FPT=0)	8,12 $\pm$ 4,21	15,40 $\pm$ 4,86	3,82	3,30 a 11,26	p = 0,001*
micro (FPT=4)	9,22 $\pm$ 3,68	16,13 $\pm$ 4,66	3,92	3,22 a 10,60	p = 0,001*
micro (FPT=1/2)	8,65 $\pm$ 4,24	16,57 $\pm$ 5,48	3,85	3,60 a 12,24	p = 0,001*

FPT: falha pré-teste (valores atribuídos: zero, 4 MPa e metade do valor mínimo no grupo)

\*p < 0,05

Diante das informações contidas na Tabela 14, nota-se que os valores de desvio padrão não são similares, ou seja, o desvio padrão do ensaio de micro supera de 3 a 4 vezes o valor do desvio padrão do ensaio de macro. E, nesse caso, quando se pretende comparar, de forma direta o ensaio de macro com o de micro, via modelo análise de variância (ANOVA), nota-se que o requisito de homocedasticidade não é atendido, impossibilitando, portanto, a aplicação do modelo ANOVA.

Diante de problemas de dados com heterocedasticidade, é prática usual realizar o modelo ANOVA com os dados transformados na escala logarítmica. E, ainda, outra prática usual é desconsiderar os valores extremos ou discrepantes, cuja presença pode explicar a heterocedasticidade.

Optou-se pela análise com os dados originais e, também, sob escala logarítmica. Ainda, para avaliar o efeito de medidas extremas foi efetuada a análise com os dados na faixa percentil, com o intuito de que se pudesse, então, atender a suposição de homocedasticidade. Assim, foi realizada a comparação direta entre os dois tipos de ensaios de resistência de união, via teste de comparação múltipla de médias de Tukey (5%).

O resultado dessa comparação pode ser expresso por meio de três grupos de mesmo desempenho em termos de resistência de união (Tabela 15).

Tabela 15 - Resultado do teste de comparação múltipla de médias de Tukey (5%) para as quatro condições experimentais. Formação de grupos homogêneos em termos de resistência de união

Ensaio	Termoc.	todos os valores		faixa percentil		Grupos homogêneos
		<sup>(1)</sup> média MPa	<sup>(2)</sup> média log(MPa)	<sup>(3)</sup> média MPa	<sup>(4)</sup> média log(MPa)	
Macro	sem	3,176	0,445	3,176	0,445	a
	com	2,858	0,378	2,858	0,378	a
Micro	sem	10,763	0,992	10,874	1,017	b
	com	19,336	1,264	19,416	1,271	c

<sup>(1)</sup> ANOVA 2-way, efeito interação, estatística  $F_{gl(1;39)} = 12,60$ ; p-valor = 0,001; <sup>(2)</sup> estatística  $F_{gl(1;39)} = 17,54$ ; p-valor = 0,001; <sup>(3)</sup> estatística  $F_{gl(1;39)} = 5,94$ ; p-valor = 0,020; <sup>(4)</sup> estatística  $F_{gl(1;39)} = 3,23$ ; p-valor = 0,017.

Pode-se notar que, independentemente do tipo de tratamento dos dados diante da heterocedasticidade, o resultado final de comparação múltipla se mantém, isto é, (i) os dados obtidos no ensaio



macro diferem estatisticamente dos dados obtidos no ensaio de micro sem ou com termociclagem; (ii) a termociclagem influe no ensaio de microtração.

Uma abordagem não paramétrica, via teste de Kruskal-Wallis ( $k_w = 31,77$ ;  $gl = 3$ ;  $p\text{-valor} = 0,001 < 0,05$ ), seguido do teste de Dunn-Bonferroni, (5%) indica (i) diferentemente da abordagem paramétrica, que apresenta maior poder estatístico, que o efeito envelhecimento não ocorre no ensaio de microtração; (ii) e, concordando com a abordagem paramétrica, que o efeito envelhecimento não ocorre no ensaio de macrotração e, ainda, que os valores de micro diferem estatisticamente dos valores de macrotração, Apêndice D.

#### **5.4 Avaliação comparativa entre as condições de termociclagem, segundo o tipo de falha observada**

Nesse item se pretende expressar os valores de RU obtidos de acordo com o tipo de falha e a condição de termociclagem. Foram consideradas as falhas pré-teste e os tipos de fratura dos cps avaliados em microscópio óptico, após a fratura.

Os tipos de falha foram classificados conforme a região da fratura em quatro aspectos: adesiva; coesiva em dentina; coesiva em resina e mista. Na avaliação aqui proposta será demonstrado, primeiramente, de forma gráfica o número absoluto e relativo da ocorrência dos tipos de falha (Figuras 20 e 21).

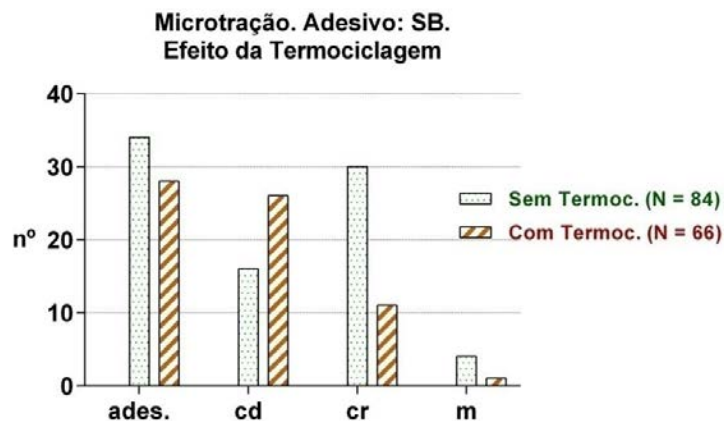


Figura 20 - Distribuição da frequência absoluta (nº) de amostras testadas no ensaio de microtração, segundo o tipo de falha e condição de termociclagem (sem e com). (ades.: adesiva; cd: coesiva na dentina; cr: coesiva na resina; m: mista).

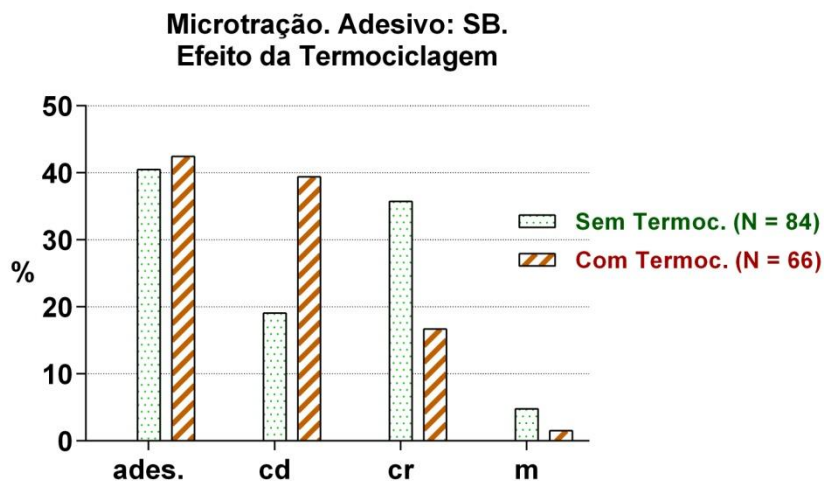


Figura 21 - Distribuição da frequência relativa (%) dos palitos testadas no ensaio de microtração, segundo o tipo de falha e condição de termociclagem (sem e com). (ades.: adesiva; cd: coesiva na dentina; cr: coesiva na resina; m: mista).

Ao serem avaliadas as prevalências das falhas, duas abordagens são possíveis em termos de estatística inferencial. Se for considerado o palito, como unidade experimental, numa suposição de

amostras independentes, se pode aplicar o Teste Exato de Fisher. Nessa suposição, considerada incorreta por Eckert e Platt (2007) se pode observar (Figura 21) que (i) valores próximos de prevalência das falhas adesivas entre as condições de termociclagem. A prevalência de falhas adesivas observada para a condição não termociclada foi de 40,48% (= 34/84), que é próxima da prevalência de 42,42% (= 28/66) observada para a condição com termociclagem. Tais proporções não diferiram estatisticamente, segundo o teste Exato de Fisher (p-valor = 0,868 > 0,05); (ii) quanto às falhas tipo cd, a condição com termociclagem apresentou prevalência de 39,39% (= 26/66) superior às amostras sem termociclagem sob prevalência de 19,05% (= 16/84). Tais proporções diferiram estatisticamente, segundo o teste Exato de Fisher (p-valor = 0,01 < 0,05); (iii) quanto às falhas tipo cr, a condição sem termociclagem apresentou prevalência de 35,71% (= 30/84) superior às amostras com termociclagem sob prevalência de 16,67% (= 11/66). Tais proporções diferiram estatisticamente, segundo o teste Exato de Fisher (p-valor = 0,006 < 0,05); (iv) quanto às falhas mistas, para a condição sem termociclagem a prevalência de 4,76% (= 4/84) não diferiu de 1,51% (= 1/66) da condição com termociclagem, segundo o teste Exato de Fisher (p-valor = 0,385 > 0,05).

Se for considerado o dente, como unidade experimental, podem ser efetuadas comparações dos valores de prevalência (Apêndices E e F) por meio do teste *t-Student*. Verificou-se que nenhum dos tipos de falhas diferem estatisticamente (adesivas:  $t = 0,17$ ;  $gl = 15$ ; p-valor = 0,864 > 0,05; cd:  $t = 1,73$ ;  $gl = 17$ ; p-valor = 0,102 > 0,05; cr:  $t = 1,92$ ;  $gl = 17$ ; p-valor = 0,071 > 0,05; m:  $t = 1,28$ ;  $gl = 19$ ; p-valor = 0,215 > 0,05).

Para avaliar o efeito de termociclagem foram obtidas medidas-resumo e representação gráfica dos valores de RU, de acordo com o tipo de falha (Tabela 16; Figuras 22 e 23).

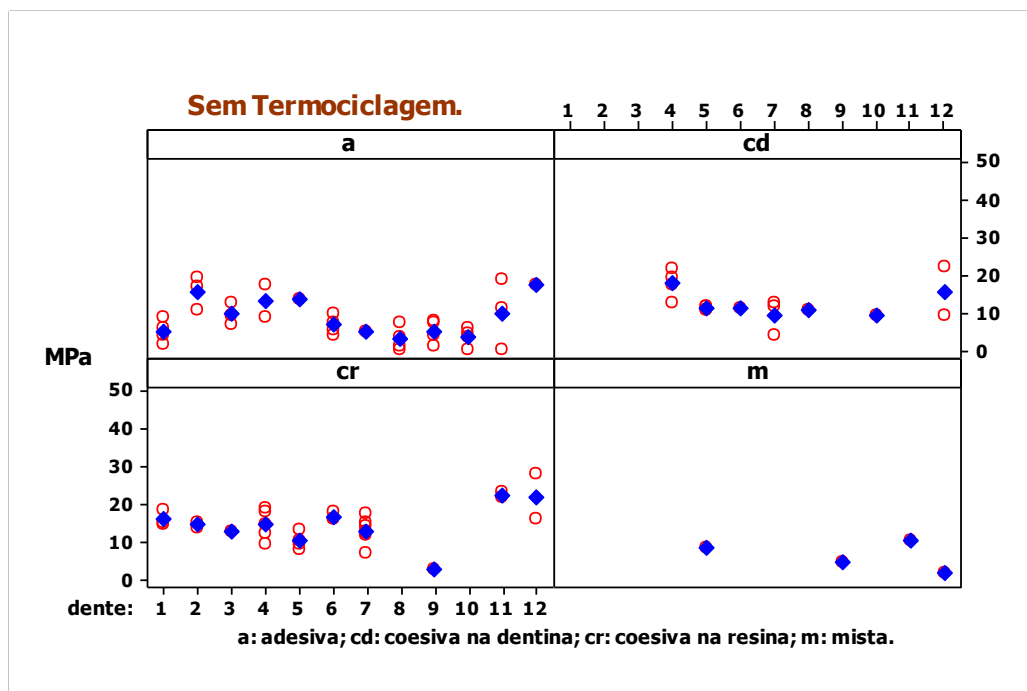


Figura 22 - Condição Sem Termociclagem versus Tipo de Falha. Gráfico de pontos (*dotplot*) dos valores de RU. O símbolo círculo, cor vermelha, corresponde aos 84 valores dos palitos testados em cada dente. O símbolo losango, cor azul, corresponde ao valor médio dos palitos em cada dente.

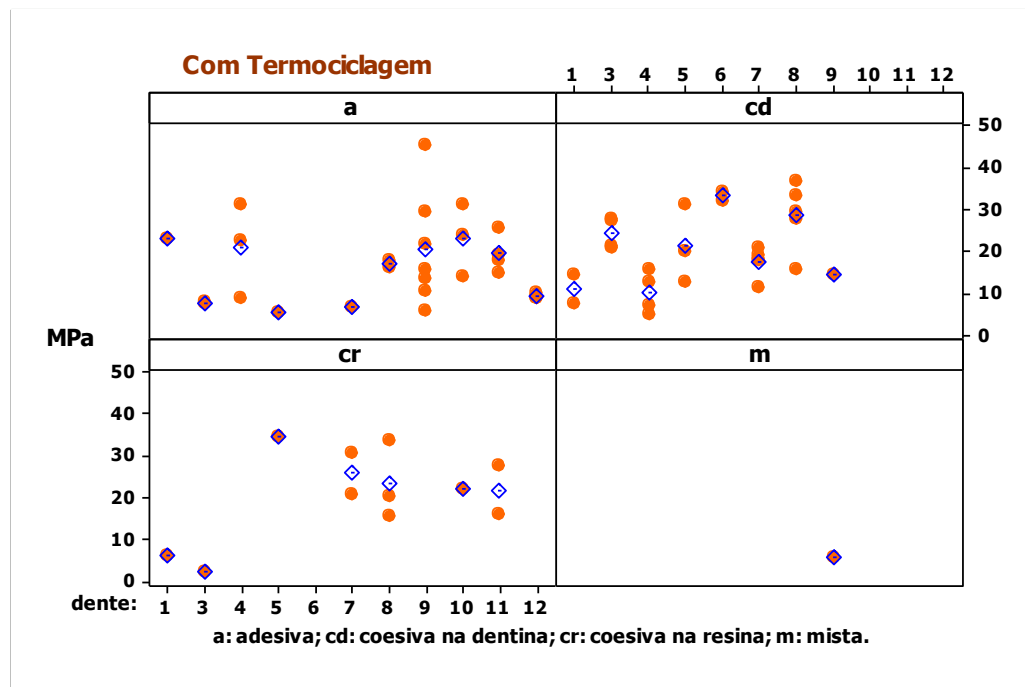


Figura 23 - Condição Com Termociclagem versus Tipo de Falha. Gráfico de pontos (*dotplot*) dos valores de RU. O símbolo círculo, cor vermelha, corresponde aos 66 valores dos palitos testados em cada dente. O símbolo losango cor azul corresponde ao valor médio dos palitos em cada dente.

Tabela 16 - Estatística descritiva dos valores de RU (MPa), de acordo com o tipo de falha e da condição de termociclagem

estatística	adesivas		cd		cr		m	
	sem	com	sem	com	sem	com	sem	com
n	12	10	7	8	10	7	4	1
média	9,05	15,40	12,16	20,20	14,77	19,61	6,50	6,09
dp	4,97	7,14	3,24	8,30	5,62	11,32	3,70	-
cv(%)	54,89	46,34	26,66	41,11	38,04	57,76	56,95	-
mínimo	3,06	5,64	9,19	10,26	3,04	2,35	2,23	6,09
mediana	8,24	18,24	11,10	19,49	14,85	22,39	6,65	6,09
máximo	17,57	23,24	17,69	33,34	22,61	34,71	10,47	6,09

Pode-se verificar que, em termos de RU, as amostras termocicladas apresentaram maiores valores de resistência para as falhas tipo adesivas, cd e cr (Figura 24). Segundo o teste *t-Student*, os valores médios diferiram estatisticamente no caso das falhas adesivas ( $t = 2,32$ ;  $gl = 15$ ;  $p\text{-valor} = 0,031 < 0,05$ ) e no caso das falhas cd ( $t = 2,53$ ;  $gl = 9$ ;  $p\text{-valor} = 0,032 < 0,05$ ), porém, não foi verificada diferença para o caso das falhas tipo cr ( $t = 1,04$ ;  $gl = 8$ ;  $p\text{-valor} = 0,327 > 0,05$ ). Quanto às falhas mistas tal comparação não é possível devido ao pequeno número de amostras testadas.

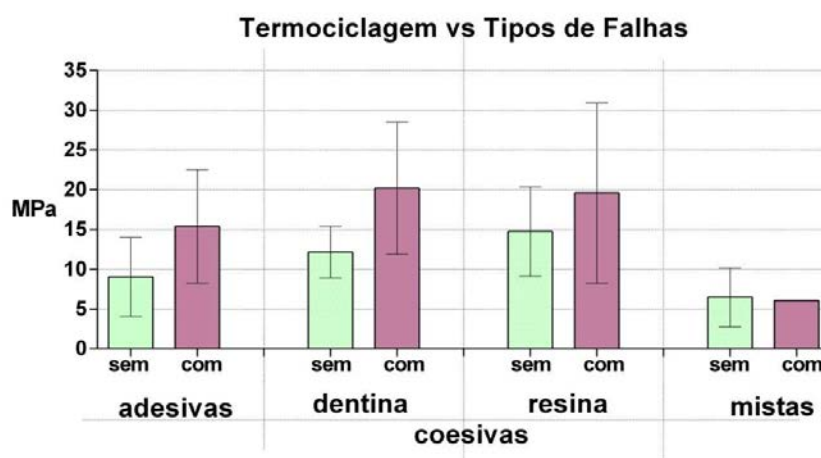


Figura 24 - Gráfico de colunas (média  $\pm$  dp) dos valores de resistência de união, segundo o tipo de falha e condição de termociclagem (sem e com).

Os valores de RU das falhas tipo adesivas e mistas, quando comparadas com os valores de macrotração e das falhas em geral, apresentam um desempenho quase intermediário. No sentido de que os valores de RU, correspondente às falhas tipo adesivas e mistas, são superiores aos valores obtidos no ensaio de macro, pois não se observa sobreposição das faixas interquartis, porém, não muito inferiores aos obtidos para as falhas em geral (Figura 25).

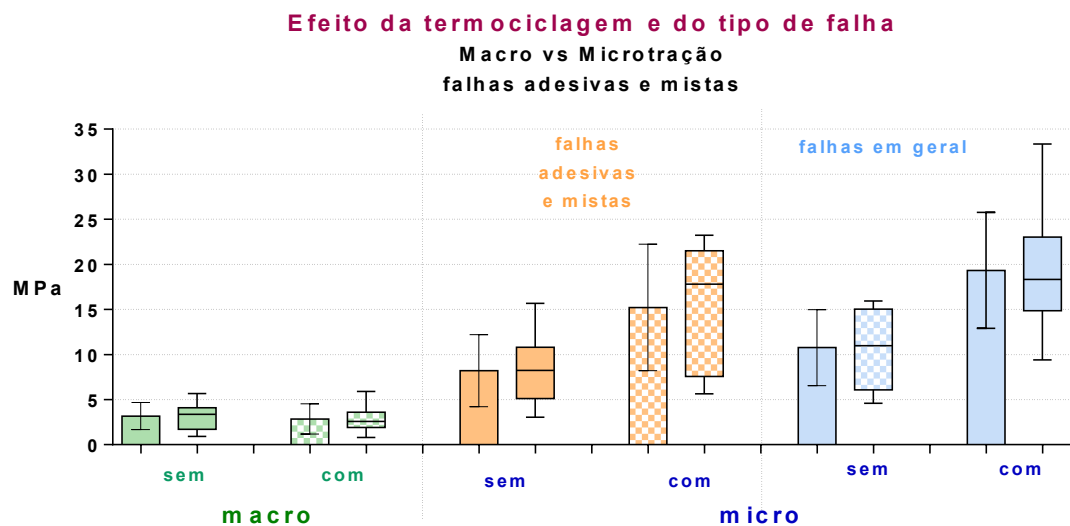


Figura 25 - Gráfico de colunas (média  $\pm$  desvio padrão) e correspondente gráfico de caixa (*boxplot*) dos valores de resistência de união obtidos em dentes bovinos, segundo o tipo de teste, de condição de termociclagem e do tipo de falha

## **6 DISCUSSÃO**

### **6.1 Da Metodologia**

Mudanças significativas ocorreram na odontologia a partir dos procedimentos adesivos que, inicialmente, foram idealizados para a união das resinas ao esmalte (Buonocore, 1955). E, após muitos estudos, surgiram os adesivos dentinários, possibilitando grandes avanços quanto à concepção dos preparos cavitários, à preservação das estruturas dentárias e à cimentação de restaurações indiretas (Nakabayashi et al., 1982; Nakabayashi, Pashley, 1998; Sano et al., 1999).

Iniciou-se o emprego do condicionamento ácido em esmalte e dentina, inicialmente pouco aceito entre os pesquisadores, que temiam possíveis danos à polpa (Retief et al., 1974; Stanley et al., 1973). Todavia, pesquisas demonstraram que a falta de selamento marginal e microinfiltração bacteriana, eram as principais causas de inflamação pulpar e que pouca quantidade de ácido penetrava na dentina, ao contrário do que se pensava (Cox et al., 1987; Pashley, Carvalho, 1997). Assim, o condicionamento ácido total passou a ser empregado por diversos sistemas adesivos aumentando as indicações e possibilidades de restaurações diretas e indiretas uma vez que estes sistemas são indicados para a adesão ao remanescente dentinário, de resinas compostas e porcelanas (Araújo MA, Bottino, 1998).

A adesão às estruturas dentinárias é assunto de inúmeras pesquisas e de diferentes protocolos técnicos para que a eficiência e longevidade de restaurações de resina composta ou cimentações de cerâmicas sejam obtidas (De Munck et al., 2003; Araujo

MAM et al., 2005). O emprego de testes laboratoriais é necessário para dar suporte à análise do comportamento de diferentes sistemas adesivos existentes no mercado odontológico e, ainda, de técnicas e procedimentos que possam minimizar as freqüentes dificuldades devido à complexidade da estrutura dentinária (Tao, Pashley, 1988; Heintze, 2013).

O substrato empregado nas diferentes pesquisas tem sido proveniente de dentes humanos e de bovinos, sendo este último usado com grande freqüência, pois apesar de não ser morfológicamente idêntico aos dentes humanos, fica muito próximo em semelhança e pode ser empregado, uma vez que os dentes humanos são de difícil aquisição devido a fatores éticos e, além disso, existe dificuldade de padronização do tipo de dente e da idade dos mesmos, variáveis que podem ser contornadas quando se usa dentes bovinos (Anido, 2001; Mellberg, 1992; Schilke et al., 2000; Braga et al., 2010). Watanabe e Nakabayashi (1994) consideraram que se justifica o uso de dentes bovinos para as pesquisas de adesão a dentina em função da dificuldade de se obter dentes humanos, e que as diferenças nas dentinas humanas ou bovinas interferem nos resultados de resistência adesiva. Entretanto, é conhecido que os valores de RU obtidos com os dentes bovinos serão inferiores aqueles com dentes humanos devido as diferenças de morfologia existentes. Pelas razões expostas e apesar das diferenças morfológicas existentes (Sano et al., 1994; Schilke et al., 2000; Anido, 2001), optou-se pela utilização da dentina bovina, de fácil obtenção e com potencial de nos informar, laboratorialmente, as condições que nos propusemos a pesquisar. Os dentes bovinos obtidos, após abate dos animais em frigorífico foram armazenados em freezer a  $-18^{\circ}\text{C}$ , com a finalidade de manter a integridade do substrato dentinário, até o momento do preparo dos cps, não ultrapassando 28 dias (Gonçalves, 1997; Araujo RM, 1999).

A profundidade da dentina é um dos fatores que influenciam a adesão, uma vez que na sua dependência haverá variação no número, diâmetro e orientação dos túbulos dentinários, variabilidade



química e física em função de seu conteúdo orgânico e inorgânico, estrutura tubular variável, quantidade de dentina tubular, peritubular e intertubular, esclerose dentinária, prolongamentos odontoblasticos e umidade (Tao, Pashley, 1988; Oilo, Olsson, 1990; Anido, 2001).

Mc Cabe e Rusby (1992), testaram diferentes profundidades de dentina, quanto à resistência de união, em ensaios de microtração. Verificaram que a dentina superficial exibiu os maiores valores de resistência de união e, à medida que a dentina vai se tornando mais profunda, o condicionamento ácido promove abertura dos túbulos dentinários não favorecendo uma adesão efetiva.

Pelos motivos encontrados na literatura, o desgaste dos dentes foi padronizado apenas na dentina superficial e, sempre, na face vestibular dos dentes; por apresentar maior resistência de união se comparada à dentina profunda (Mc Cabe, Rusby, 1992; Coelho, 2004; Goracci et al., 2004).

São necessários testes laboratoriais que comprovem a eficiência e qualidade dos materiais. Devido à dificuldade de reproduzir experimento *in vivo*, por motivos éticos, tempo e custo elevado, os estudos laboratoriais, *in vitro*, são indicados para avaliação inicial desses materiais (Van Meerbeek et al., 2010).

As pesquisas têm se voltado para a avaliação da longevidade das restaurações através da técnica de armazenamento (Manuja et al., 2012), por se constituir num procedimento que possibilita reduzir o período de pesquisa.

A proposta desta pesquisa foi comparar dois tipos de ensaio mecânico: microtração e macrotração, para analisar as vantagens e dificuldades de cada um deles. Sano et al. (1999), De Munck et al. (2003) e Castro et al. (2004), consideram que o teste de microtração permite avaliar uma amostra em diferentes regiões, podendo proporcionar resultados mais confiáveis. No teste de macrotração não há necessidade de cortes, sendo a resistência de união avaliada em única amostra.

Na microtração, para se obter a área de teste foi utilizada a matriz de silicone com abertura de 8 mm<sup>2</sup>, a fim de permitir que se elaborassem cps de resina composta em dimensões passíveis de se proceder os cortes, para obtenção de um número de palitos suficientes para a validação da pesquisa, isto é, uma média de 5 palitos por corpo-de-prova. Segundo Goracci et al., em 2004, esta forma de amostra (palitos) supera as do tipo ampulheta. A técnica é bastante trabalhosa exigindo do operador um cuidado especial no momento dos cortes, que são realizados em cortadeira, com secções milimétricas e passíveis de erros e perda de amostras. Também a fixação dos palitos em dispositivo especial para acoplagem na máquina de ensaio é delicada e também passível de erros. As dificuldades inerentes ao processamento técnico para os ensaios de microtração podem, ao final, levar a resultados semelhantes ou mesmo inferiores àqueles obtidos com a macrotração (Van Meerbeek et al., 2010).

Na macrotração o procedimento de execução é mais simples sendo uma amostra única por cp, (Takemori et al., 1993; Al-Salehi, Burke, 1997), o que provavelmente induz a menor probabilidade de erros processuais. Nesta pesquisa a área de teste pré-determinada no substrato dentinário foi de 2 mm<sup>2</sup>. Pesquisas realizada por Sano et al. (1994); Phrukkanon et al. (1998a); Escribano et al. (2003) sobre a correlação da área adesiva e aumento da resistência de união, verificaram que quanto maior a área menor a resistência de união. Sendo que Escribano et al. (2003) consideraram que até 3 mm<sup>2</sup> de área os resultados foram mais favoráveis para ensaios de macrotração. Goracci et al. (2004) verificaram que espécimes em forma de palitos com área de 1 mm<sup>2</sup>, garantiram baixa variabilidade nos resultados.

Para avaliação da adesividade, foi utilizado o sistema adesivo atual o Adper Single Bond 2-SE. Trata-se de um agente adesivo dental de condicionamento total, ativado por luz visível. Foi utilizada, também, a resina composta Z350XT. Que é um sistema restaurador

universal com nanotecnologia, fotopolimerizável e indicada para dentes anteriores e posteriores. Tanto o adesivo quanto a resina foram, ambos, do mesmo fabricante. Evitando-se, assim, adição de outra variável. Na utilização se teve em conta de, sempre, seguir o protocolo elaborado pelo fabricante.

Optou-se neste estudo por um sistema adesivo que indica o condicionamento total da dentina por 15 s com ácido fosfórico a 35%, promovendo-se desta forma, segundo Pioch et al. (1998), o alargamento da embocadura dos túbulos dentinários, devido à dissolução da dentina peritubular, com o objetivo de reforçar a adesão. Assim, com a penetração do monômero hidrofílico, seguido da colocação de resina hidrofóbica permite um reforço das fibras colágenas expostas pelo condicionamento ácido, criando uma camada denominada de híbrida (Van Meerbeek et al., 1993).

A formação da camada híbrida tem importante papel no sucesso da adesão; entretanto, deficiências podem ocorrer devido à incompleta penetração dos monômeros adesivos entre as fibras colágenas, expostas pelo condicionamento ácido e, conseqüente, colapso dessas fibras. Ainda, poderá ocorrer: a polimerização incompleta do adesivo; a secagem excessiva da dentina; ou, ainda, a exposição ao meio bucal, que por longos períodos promove a infiltração da interface dente-restauração (Hashimoto et al., 2010; Susin et al., 2007; Carrilho et al., 2007). Outro fator que vem sendo pesquisado, sobre a lise das fibras colágenas expostas, é a presença das metaloproteinases; presentes na saliva, substrato dentário e matriz extracelular de células humanas e que estão relacionadas à degradação da interface adesiva (Susin et al., 2007; Fonseca, 2012; Da Silva, 2013).

De acordo com De Munck et al. (2005), a resistência de união imediata não pode ser relacionada com a durabilidade das restaurações. Pois, a degradação da camada híbrida ocorre com o tempo. E, quando em contato com a água é favorecida pela dificuldade de

infiltração dos monômeros resinosos, resultando em colágeno exposto suscetível à ação dos fluidos orais e das MMPs, o que compromete a longevidade da restauração (Shirai et al., 2005).

Para simular o armazenamento por 6 meses, metade das amostras foram submetidas à termociclagem por 5000 ciclos que, segundo Gale e Darvell (1999), corresponde ao período acima citado e em concordância com Al-Salehi e Burke (1997) como sendo a condição de termociclagem mais prevalente entre muitas pesquisas.

Após a aplicação do sistema adesivo, a resina foi condensada sobre a superfície fazendo-se uso de uma matriz metálica com dimensões de 2 mm (macrotração) ou 8 mm<sup>2</sup> (microtração), dependendo do tipo de ensaio que seria executado. Na microtração, a amostra inicial (8 mm<sup>2</sup>) é cortada permitindo a análise de várias sub-áreas de cerca de 1 mm<sup>2</sup>, da mesma amostra (Guzmán-Ruiz et al., 2001; De Munck et al., 2003; Castro et al., 2004; Betamar et al., 2007; Gamborgi et al., 2007; Li et al., 2011). Na macrotração a amostra é única, sendo observada a resistência de, apenas, uma interface (Retief et al., 1986; Oilo, Olsson, 1990; Takemori et al., 1993; Al-Salehi, Burke, 1997; Escribano et al., 2003).

No caso dos testes de microtração supõe-se que, devido à análise das várias regiões do espécime, e, às variações na camada do adesivo; ou mesmo, a presença de irregularidades e bolhas pode ser amenizada. Porém, o contrário ocorre no teste de macrotração; pois, por ser amostra única, esses inconvenientes podem ocorrer e, assim, comprometer os resultados finais da análise (Cardoso et al., 1998). Por outro lado, a técnica de microtração é mais trabalhosa; e é comum a perda de palitos, durante os procedimentos de corte. Difícil, também, a obtenção de amostras com o mesmo número de palitos; daí a necessidade de se trabalhar com essa variável. Deve-se acrescentar, ainda, que os resultados podem ser influenciados pela tensão originada durante o corte dos espécimes: pelo modo de fixação, dos espécimes nos

dispositivos de teste; pelo formato das amostras; pela velocidade e carga aplicada durante os ensaios (Poitevin et al., 2008; Botta et al., 2009). Segundo Braga et al. (2010), há semelhança nos resultados dos dois testes e, por questão de simplificação, os testes de macrotração continuam em uso.

Metade dos cps ( $n = 24$ ) foi submetida aos dois tipos de ensaio, 24 h após a preparação (Burrow et al., 1994; Al-Salehi, Burke 1997), utilizando-se como meio de estocagem a água (Nakajima et al., 1995; Al-Salehi, Burke, 1997). E, aguardando-se a completa polimerização da resina composta, sendo este o tempo mais prevalente entre os autores para se iniciar o ensaio (Oilo, Olsson, 1990; Al-Salehi, Burke, 1997). A outra metade das amostras ( $n = 24$ ) foi submetida ao envelhecimento artificial acelerado em termocicladora (5000 ciclos, entre 55 e 5 °C, banhos de 30 s com intervalos de 3 s). O número de ciclos correspondeu ao envelhecimento de 6 meses (Gale, Darvell, 1999; Mundim et al., 2010; Rigo, 2011), sendo a seguir as amostras submetidas aos testes de microtração e macrotração.

Com este procedimento simulamos o envelhecimento acelerado dos espécimes e os resultados podem nos mostrar a longevidade da adesão, uma vez que em longo prazo a adesão tende a diminuir, comprometendo o sucesso clínico das restaurações, devido a conseqüente microinfiltração marginal (Nakabayashi et al., 1992, Hashimoto et al., 2003; Armstrong SR et al., 2004). A fibra colágena, quando exposta aos fluidos orais ou a água por períodos de tempo e de temperatura, sofre degradação o que leva ao aumento de falhas na interface e conseqüente comprometimento da resistência de união (De Munck et al., 2005; Shirai et al., 2005). Desta forma, não só a resistência de união imediata aos procedimentos deve ser avaliada, como também a RU após períodos de armazenamento; para que se possa ter uma avaliação mais próxima do comportamento do sistema adesivo, que se está utilizando, sabendo-se, entretanto, que quanto maior o tempo de

envelhecimento da amostra, provavelmente, também menor será a resistência de união.

Convém mencionar, para se obter ao final do experimento o mesmo número de amostras que, inicialmente, foi planejado, muitos outros cps foram realizados; devido às perdas ocorridas, durante os procedimentos laboratoriais, na execução dos dois ensaios.

## 6.2 Dos Resultados

Apesar da grande evolução dos materiais adesivos, ainda, vários estudos têm sido conduzidos e dúvidas persistem sobre o assunto. A adesão ao esmalte é considerada satisfatória; entretanto, na dentina a adesão é um desafio, devido à sua complexidade.

As pesquisas existentes abordam diferentes aspectos relacionados à adesão dos materiais. Estabelecer uma correlação entre elas é difícil, devido aos diferentes protocolos estabelecidos, gerando vários resultados (Stamatacos-Mercer, Hottel., 2005; Scherrer et al., 2010; Heintze, 2013).

Testes *in vitro* sofrem uma grande variabilidade nos resultados devido às metodologias e técnicas de avaliação. Entretanto, são considerados como uma importante referência para que se possa saber o comportamento clínico dos materiais odontológicos. Isso dificulta a interpretação dos resultados e a comparação com outras pesquisas (Farret et al., 2010; Oilo,Olsson, 1990). As variáveis referem-se ao tipo de substrato empregado, idade e armazenamento dos dentes, formato dos cps, velocidade de carga aplicada pela máquina de ensaio, técnica de condicionamento e inserção dos materiais, grau de fotopolimerização das amostras e até a interpretação estatística dos dados obtidos (Heintze, 2013).

Na sua maioria empregam testes mecânicos para avaliar a adesão entre substrato dentinário e material, variando tanto o substrato dentinário como o material empregado. Dentre os testes, algumas pesquisas obtiveram resultados favoráveis empregando a macrotração (Retief et al., 1986; Oilo, Olsson, 1990; Jamil et al., 1992; Takemory et al., 1993; Burow et al., 1994; Al-Salehi, Burke, 1997; Escribano et al., 2003). Outras elegeram a microtração para seus testes (Cardoso et al., 1998; Fonseca, 2012; Da Silva, 2013; Bouillaguet et al., 2003; Goracci et al., 2004; Burrow et al., 2004; Betamar et al., 2007; Ghassemieh., 2008; Cantanhede et al., 2012; Fonseca, 2012; Da Silva, 2013), como sendo aquela que permite maior fidelidade de resultados, por analisar várias áreas de um mesmo corpo-de-prova, em diminutas regiões do mesmo.

Watanabe e Nakabayashi (1994) consideraram que os testes de tração eram eficientes para mensurar a resistência de união; entretanto, existiam complicações durante a fase de execução devido à metodologia.

Verifica-se, também, que muitas vezes a forma de avaliação das amostras e, até a metodologia estatística, podem determinar variações nos resultados, comprometendo as comparações entre as pesquisas (Van Noort et al., 1989; Burrow et al., 2004).

A metodologia estatística, arte de análise de dados, diante da variabilidade encontrada nos ensaios de tração, oferece a possibilidade de empregar diversas estratégias, a fim de se obter resultados confiáveis e transparentes.

Assim, cientes desta possibilidade, nesta pesquisa procurou-se estabelecer uma comparação entre ensaios de macro e microtração, em períodos de avaliação diferentes (24 h e envelhecimento acelerado equivalente a 6 meses) sob diferentes abordagens estatísticas para os dados obtidos, com o objetivo de mostrar se os resultados diferem, diante das possibilidades existentes.

Gamborgi et al. (2007) e Catanhede et al. (2012) não verificaram alterações na resistência de união após armazenamento dos espécimes. No caso da termociclagem, para Oilo e Austrheim (1993), esta reduziu os valores de resistência de união. Para Heintze em 2013, em uma revisão de literatura, verificou que na maioria das pesquisas avaliadas, a termociclagem teve influência desprezível na diminuição da resistência de união.

Convém salientar, os resultados obtidos *in vitro* não podem ser completamente extrapolados para as condições *in vivo*. Porque, nessas condições, somam-se os estresses mastigatórios podendo reduzir os valores de resistência de união (Watanabe, Nakabayashi, 1994; Takahashi et al., 2002). Embora os testes laboratoriais sejam importantes para a avaliação dos materiais (Bayne, 2012), as evidências clínicas são os únicos meios confiáveis para verificação do comportamento dos materiais e, sobretudo, dos sistemas adesivos (Donassolo et al., 2010). Segundo Heintze (2013), os testes de tração permitem aos clínicos ter evidência científica com relação aos tratamentos que executam.

Foi utilizado nesta pesquisa um modelo *in vitro* com a intenção de simular as condições fisiológicas durante o processo adesivo e para tanto, foram avaliados os valores de resistência adesiva obtidos nos testes de tração.

Os resultados obtidos indicam que, na macrotração, a condição de envelhecimento acelerado não influíu nos valores de resistência de união (Tabela 1). E, na análise de Weibull, já empregada por Burrow et al. (2004), os valores do parâmetro módulo foram semelhantes (Tabela 2), podendo-se observar na Figura 11 a mesma inclinação da reta. Gamborgi et al. (2007); Catanhede et al. (2012), também, não encontraram diferenças significantes entre as duas condições.



Na microtração os valores obtidos foram superiores aos da macro e, na condição de envelhecimento, os módulos são similares e o valor de tensão de resistência característica, ou valor de escala, é superior (Tabelas 4 e 5 e Figura 13). Assim, a condição de envelhecimento acelerado, simulando 6 meses de armazenamento, apresentou diferença estatisticamente significativa em concordância com Heintze (2013). Entretanto, Cantanhede et al. (2012), não encontraram valores diferentes nos dois períodos de armazenamento

Na análise exploratória (Tabela 10) é apresentada a conclusão dos valores extremos em relação aos valores médios (Tabelas 6 a 9), verificando-se que se pode realizar a análise dos dados desconsiderando 10% dos valores extremos, obtendo assim maior representatividade dos dados, com redução do coeficiente de variação. Nas Figuras 14 e 15 tem-se a representação considerando os valores extremos. Observa-se que sem a termociclagem, os valores são inferiores a 20 MPa e, com o envelhecimento, houve maior dispersão dos valores, concentrando-se em até 30 MPa.

A variabilidade de palitos obtidos por dente foi observada na pesquisa e justificada pela complexidade na técnica para obtê-los, estando em concordância com outros autores (Guzman-Ruiz et al., 2001, Fonseca, 2012; Da Silva, 2013). Apresenta-se, Tabelas 11 e 12, a quantificação da variabilidade dos palitos por dente e, ainda, à elevada diferença entre as condições com e sem termociclagem.

Houve necessidade de realizar um número maior de amostras que o proposto: devido à perda dos palitos, durante o procedimento de corte, e à variação no número obtido de amostras por dente; fato este observado por Guzman-Ruiz et al. (2001) que, em sua pesquisa empregando 74 espécimes, durante a etapa de corte dos palitos, teve uma perda de 60% dos palitos, devido às dificuldades da técnica, avaliando ao final, apenas, 30 palitos.

Se forem desconsideradas as falhas pré-teste, no teste de microtração, nota-se o efeito do envelhecimento, quando são avaliados os valores de RU, em termos da estatística média (Figura 18). Ainda, desconsideradas as falhas pré-teste e, independentemente do tipo de falhas, existe diferença de comportamento entre macro e microtração diante do envelhecimento.

Na Figura 19 e Tabela 14, observa-se que os valores médios da situação considerando ou não as falhas pré-teste. Bouillaget et al. (2003), também, realizaram este modelo de avaliação pré-teste e verificaram que os resultados diferiram do ponto de vista de significância estatística.

Numa comparação direta entre macro e microtração por meio do modelo ANOVA, foi considerado o requisito de mesma variabilidade e, por várias abordagens, foi verificado, sempre, o mesmo desempenho (Tabela 15). Também, nas Tabelas 1 (macrotração) e 4 na microtração se pode observar que o coeficiente de variação foi elevado, corroborando com Scherrer et al. (2010) e Heintze (2013).

Este fato justifica-se pelo número de áreas analisadas num mesmo espécime na microtração e conforme Gamborgi et al. (2007) a periferia de uma amostra pode ficar mais susceptível a degradação de sua interface adesiva e, portanto, resultar em menores valores de resistência de união. No caso da microtração, por terem sido analisadas diferentes áreas do mesmo corpo-de-prova, no centro e na periferia, pode ter havido uma compensação dos valores, uma vez que os palitos centrais sempre apresentam maiores valores e, talvez, por isso os resultados foram mais satisfatórios que na macrotração; onde a avaliação é única e falhas podem comprometer o resultado em seu todo.

Outra possibilidade da macrotração ter resultado em valores inferiores pode ter sido o formato cônico das amostras, que gerou tensões não uniformes e valores baixos de resistência de união. Sherrer et al. (2010) verificaram, por elementos finitos, que a distribuição de

tensão é não uniforme devido às propriedades geométricas de carregamento nos testes realizados. Ghassemieh (2008) compararam diferentes formatos de amostras e concluíram que a forma de ampulheta (cônica) foi a que resultou nos piores valores de resistência de união. Esse resultado, também, foi encontrado por Goracci et al. (2004). Convém, neste caso, mencionar uma pesquisa realizada no campo da engenharia: - o trabalho de Ribeiro e Rodrigues (2009), que analisaram a influência da forma de amostras, quadradas e cônicas, quanto à concentração de tensão e verificaram ser, a forma cônica, aquela de maior tensão. Stamatacos-Mercer e Hottel (2005) consideraram que, dependendo do tamanho das amostras, os resultados podem ser 3 a 4 vezes maiores.

Com os resultados obtidos, se pode estabelecer que o teste de microtração apresenta valores de resistência de união mais elevados que a macrotração; em conformidade com as pesquisas de Silvestre et al. (2006); Cardoso et al. (1998) e, ainda, com a revisão de pesquisas realizada por Heintze (2013), que, após verificação, considerou a microtração como o melhor método para avaliar a resistência de união. Stamatacos-Mercer e Hottel (2005) consideram que os fabricantes atribuem muita ênfase para os altos valores de resistência de união encontrados; e, ainda, de que deveria haver maior cuidado na interpretação desses dados e, sobretudo, uma padronização da metodologia das pesquisas, para que os resultados possam ser fidelizados.

A avaliação e classificação dos padrões de fraturas, após análise em estéreomicroscópio, indicam a ocorrência de falhas coesivas, mistas e predominância das adesivas em ambos os testes, com prevalência das adesivas. Em geral, as falhas coesivas representam uma união adesiva muito alta, que leva à fratura da dentina ou da resina composta utilizada e que, ainda, pode representar a fragilidade da união

adesiva (Phrukkanon et al., 1998b; Betamar et al., 2007; Fonseca , 2012; Da Silva, 2013).

Para o teste de microtração, quanto aos padrões de fratura, foi realizada uma avaliação comparativa entre as condições de envelhecimento acelerado. Observa-se, Figura 21, a mesma prevalência de falhas adesivas, ficando em torno de 40% para o grupo não termociclado e 42% para o termociclado. Na falha coesiva de dentina e de resina houve diferença de prevalência. Na Figura 22 e 23 os gráficos representam os valores de resistência, segundo o tipo de falha. A prevalência de falhas adesivas também foi encontrada por Sano et al. (1994), Betamar et al. (2007), Fonseca (2012) e Da Silva (2013).

Na macrotração as falhas foram predominantemente adesivas (80%) e os 20% restantes das amostras foram coesivas de resina. Estes resultados podem ser devido a menor área da amostra (2 mm<sup>2</sup>) e, segundo Phrukkanon et al. (1998b), áreas de teste menores resultam em maior número de falhas adesivas.

Avaliando o efeito da termociclagem nas falhas adesivas nota-se que houve diferença de médias, assim como nas coesivas de dentina, o que não ocorreu para as coesivas de resina (Tabela 16 e Figura 24). Na Figura 25, foram consideradas as falhas adesivas, juntamente com as mistas, e foi verificado que os valores continuaram superiores aos obtidos com a macrotração e, ainda, ligeiramente inferiores aos valores, independentes do tipo de falha.

Quanto á variação dos testes estatísticos empregados, pode-se considerar que, na microtração, há a possibilidade de diferentes abordagens no tratamento estatístico. Percebe-se, então, a necessidade de uma análise exploratória dos dados (exame inicial), para que mais informações sejam apresentadas. Em geral, a apresentação usual de tabelas e gráficos é vital, mas com frequência omite informações relevantes. O exame inicial dos dados é de extrema importância; não apenas para resumir os dados, mas também para selecionar e realizar a

análise inferencial adequada de forma correta (Chatfield, 1995). Uma boa exploração requer muitas e variadas análises dos mesmos dados, e uma certa quantidade de tentativa e erro é esperada. A criatividade na abordagem pode ser, portanto, crucial. Para o estatístico Tukey (1977), a precisão e eficiência em qualquer análise em particular não são quase tão crítica como a robustez (validade) e a praticidade (conveniência). E diferentes abordagens estatísticas devem ser realizadas com discernimento e transparência, na apresentação dos dados, para não conduzir o leitor a conclusões errôneas.

Foram empregados nesta pesquisa, além da análise de Weibull testes paramétricos e não paramétricos; sem, contudo verificar diferenças nos comportamentos encontrados.

Pode-se estabelecer que, devido à grande variabilidade dos testes e metodologias, não é assunto trivial comparar os resultados obtidos entre várias pesquisas; ou até mesmo numa mesma pesquisa. Tem-se que considerar que os procedimentos são diferentes: - durante a execução das amostras e, também, como na forma como se procede a análise das mesmas. Entretanto, é fato que o teste de microtração, apesar dos resultados mais favoráveis encontrados é de grande complexidade de execução, demanda cuidados especiais e operadores calibrados; enquanto, a macrotração é mais simples e, portanto, pode ser recomendado. Segundo revisão de literatura realizada por Heintze (2013), os testes de microtração não oferecem vantagens sobre os de macrotração; e, ainda, deveriam ser realizados entre 24 h e 3 meses, no máximo, com o objetivo de minimizar a degradação da interface adesiva. A opção por um formato de corpo-de-prova que induza a menos estresse, também, deve ser considerada.

Em testes de microtração, convém realizar uma análise exploratória para justificar a seleção dos dados de RU que serão considerados na análise estatística. Com a análise exploratória, podem ser estabelecidos critérios que justifiquem, diante da alta variabilidade

comumente encontrada, a exclusão ou não de dentes e/ou palitos obtendo, dessa forma, uma situação de maior transparência dos resultados.

## 7 CONCLUSÃO

As diferentes estratégias estatísticas (análise de Weibull, análise exploratória e abordagem paramétrica) indicaram os mesmos resultados, ou seja, a existência do efeito envelhecimento, apenas, para a microtração. Na macrotração, o formato cônico da resina composta pode ter induzido a valores baixos de resistência de união; não houve diferença antes e após termociclagem e as falhas adesivas foram prevalentes. Na microtração, houve acentuada perda de palitos, influência da termociclagem e as falhas adesivas foram prevalentes. Na comparação entre macro e microtração, houve dificuldade de avaliação direta (no modelo anova paramétrico), entre os dois tipos de ensaio, devido à diferença de variabilidade.

## 8 REFERÊNCIAS\*

Al-Salehi SK, Burke FJT. Methods used in dentin bonding tests: an analysis of 50 investigations on bond strength. *Quintessence Int.* 1997; 28(11):717-23.

Anido AA. Dentina humana e bovina, estudo comparativo da resistência de união em tres profundidades: teste de cisalhamento [dissertação]. São José dos Campos (SP): Faculdade de Odontologia de São José dos Campos, UNESP - Univ Estadual Paulista; 2001.

Araujo MAM, Pagani C, Valera MC, Rodrigues JR, Di Nicoló R. *Estética para o clínico geral.* São Paulo: Artes Médicas; 2005.

Araujo MAM, Bottino MA. Como melhor explorar os adesivos dentinários nos procedimentos restauradores. In: Gonçalves EAM, Feller C. *Atualização na clínica odontológica.* São Paulo: Artes Médicas; 1998. p. 61-82.

Araújo, RM. Araujo MAM, Silva RCSP, Gonçalves SEP, Huhtala MFRL, Rodrigues JR. Influência de diferentes meios de armazenamento de dentes extraídos na infiltração marginal. *J Bras de Clin.* 1999;3(14):31-5.

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;26(2):e50-62.

Armstrong SR, Vargas MA, Chung I, Pashley DH, Campbell JA, Laffon JE, et al. Resin-Dentin interfacial ultrastructure and microtensile dentin bond strength after five year water storage. *Oper Dent.* 2004;29(6):705-12.

Balducci I, Pagani C, Barcellos DC, Cardoso M. Microtensile test in dental research. Controversial aspects in statistical analysis (experimental unit and premature failures). *Braz Dent Sci.* 2013;16(3):7-17.

---

\* Baseado em:

International Committee of Medical Journal Editors Uniform Requirements for Manuscripts Submitted to Biomedical journals: Sample References [homepage na Internet]. Bethesda: US NLM; c2003 [disponibilidade em 2008 ago; citado em 25 ago.] Disponível em: [http://www.nlm.nih.gov/bsd/uniform\\_requirements.htm](http://www.nlm.nih.gov/bsd/uniform_requirements.htm)



Bayne SC. Correlation of clinical performance with 'in vitro tests' of restorative dental materials that use polymer-based matrices. *Dent Mater.* 2012 Jan;28(1):52-71.

Betamar N, Cardew G, Van Noort R. Influence of specimen designs on the microtensile bond strength to dentin. *J Adhes Dent.* 2007 Apr;9(2):159-68.

Bland JM, Altman DG. Measurement error. *BMJ.* 1996 Sep 21; 313(7059):744. Retraction of: Bland JM, Altman DG. Measurement error. *BMJ.* 1996 Jun 29;312(7047):1654.

Botta AC, Salvia ACRD, Nogueira Júnior L, Pavanelli CA, Pagani C. Influência de diferentes dispositivos de microtração nos valores de resistência coesiva. *Braz Dent Sci.* 2009;12(4):34-9.

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.

Braga RR, Meira JB, Boaro LC, Xavier TA. Adhesion to tooth structure: a critical review of "macro" test methods. *Dent Mater.* 2010 Feb; 26(2):e38-49.

Buonocore MA. Simple method of increasing the adhesion of acrylic filling materials to enamel surfaces. *J Dent Res.* 1955;34(6):849-53.

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.

Burrow MF, Thomas D, Swain MV, Tyas MJ. Analysis of tensile bond strengths using Weibull statistics. *Biomaterials.* 2004 Sep;25(20):5031-5.

Cantanhede de Sá RB, Oliveira CA, Puppim-Rontani RM, Ambrosano GM, Nikaido T, Tagami J, et al. Effects of water storage on bond strength and dentin sealing ability promoted by adhesive systems. *J Adhes Dent.* 2012;14(6):543-9.

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.

Carrilho MR, Carvalho RM, de Goes MF, di Hipólito V, Geraldeli S, Tay FR, et al. Chlorhexidine preserves dentin bond in vitro. *J Dent Res* 2007;86(1):90-4.

Castro AKBB, Amaral CM, Ambrosano GMB, Pimenta LAF. Effect of sodium hypochlorite gel on shear bond strength of one-bottle adhesive systems. *Bras J Oral Sci.* 2004;3(9):465-9.

Chatfield C. *Problem Solving. A statistician's guide.* 2th ed. London: Chapman-Hall; 1995.

Coelho LGC. Avaliação da resistência de união de resina compost em dentina bovina, tratada com hipoclorito de sódio, laser de Er:YAG e Nd:YAG, empregando sistema adesivo convencional e autocondicionante: teste de cisalhamento [tese]. São José dos Campos (SP): Faculdade de Odontologia de São José dos Campos, UNESP- Univ Estadual Paulista; 2004.

Cox CF, Keall CL, Keall HJ, Ostro E, Bergeholtz G. Biocompatibility of surface sealed dental materials against exposed pulps. *J Prosthet Dent.* 1987;57(1):1-8.

Da Silva PRP. Influência do tratamento dentinário com Clorexidina, Ácido Hialurônico e Vitamina C na resistência adesiva e propriedades mecânicas da camada híbrida, em dois períodos de avaliação [tese]. São José dos Campos (SP): Instituto de Ciência e Tecnologia, UNESP- Univ Estadual Paulista; 2013.

De Munck J, Van Landuyt K, Peumans M, Poitevin A, Lambrechts P, Braem M, et al. A critical review of the durability of adhesion to tooth tissue: methods and results. *J Dent Res.* 2005;84(2):118-32.

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;82(2):136-40.

Donassolo TA, Lima FG, Rodrigues Jr AS, Coelho de Souza FH, Demarco FF. Adesão aos substratos dentários e seus principais aspectos: uma revisão de literatura. *Stomatos* 2010; 16(31):55-68.

Eckert GJ, Platt JA. A statistical evaluation of microtensile bond strength methodology for dental adhesives. *Dent Mater.* 2007 Mar;23(3):385-91.

Escribano NI, Del-Nero MO, de la Macorra JC. Inverse relationship between tensile bond strength and dimensions of bonded area. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater.* 2003 Jul 15;66(1):419-24.

Farret MM, Gonçalves TS, Lima EMS, Menezes LM, Oshima HMS, Kochenborger R, Freitas MPM. Influência de variáveis metodológicas na

resistência de união ao cisalhamento. Dent Press J Orthod. 2010;15(1):80-8.

Feitosa FA. Avaliação de diferentes tratamentos de superfície na resistência de união de cerâmica de di-silicato de lítio [dissertação]. São José dos Campos (SP): Instituto de Ciência e Tecnologia, UNESP - Univ Estadual Paulista; 2014.

Fonseca MB. Influência *in vitro* da clorexidina e do chá verde na durabilidade de união adesiva resina composta-dentina [dissertação]. São José dos Campos (SP): Instituto de Ciência e Tecnologia, UNESP- Univ Estadual Paulista; 2012.

Gale MS, Darvell BW. Thermal cycling procedures for laboratory testing of dental restorations. J Dent. 1999; 27(2):89-99.

Gamborgi GP, Loguercio AD, Reis A. Influence of enamel border and regional variability on durability of resin-dentin bonds. J Dent. 2007 May;35(5):371-6.

Garbui BU, Azevedo CS, Matos AB. Ensaio de resistência adesiva por microtração: revisão de literatura. Rev Odontol Univ Cid São Paulo. 2013; 25(1):47-57.

Ghassemieh E. Evaluation of sources of uncertainties in microtensile bond strength of dental adhesive system for different specimen geometries. Dent Mater. 2008 Apr;24(4):536-47.

Gonçalves SEP. Pré-tratamento dentinário- influência do condicionamento ácido, radiação laser e hipermineralização na resistência ao cisalhamento de sistema adesivo multiuso [tese]. São José dos Campos (SP): Faculdade de Odontologia de São José dos Campos: UNESP - Univ Estadual Paulista; 1997.

Goracci C, Sadek FT, Monticelli F, Cardoso PE, Ferrari M. Influence of substrate, shape, and thickness on microtensile specimens' structural integrity and their measured bond strengths. Dent Mater. 2004 Sep;20(7): 643-54.

Guzmán-Ruiz S, Armstrong SR, Cobb DS, Vargas MA. Association between microtensile bond strength and leakage in the indirect resin composite/dentin adhesively bonded joint. J Dent. 2001;29(2):145-53.

Hashimoto M, Fujita S, Nagano F, Ohno H, Endo K. Ten-years degradation of resin-dentin bonds. Eur J Oral Sci. 2010;118(4):404-10.

Hashimoto M, Ohno H, Sano H, Kaga M, Oguchi H. Degradation patterns of different adhesives and bonding procedures. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater.* 2003;66(1):324-30.

Heintze SD. Clinical relevance of tests on bond strength, microleakage and marginal adaptation. *Dent Mater.* 2013 Jan;29(1):59-84.

Jamil M, Aboush YE, Elderton RJ. Bond strengths of dentine bonding agents to dentine. *Br Dent J.* 1992 May 9;172(9):344-7.

Li J, Li H, Yun X, Fok AS. A comparison of bond strengths measured using cantilever bending and micro-tensile methods. *Dent Mater.* 2011 Dec; 27(12):1246-51.

Kemper K, Kilian R. New test system of tensile bond strength testing [abstract 308]. *J Dent Res.* 1976; 55 (Spec Iss B): abstract 308.

Manuja N, Nagpal R, Pandit IK. Dental adhesion: mechanism, techniques and durability. *J Clin Pediatr Dent.* 2012;36(3):223-34

McCabe JF, Rusby S. Dentine bonding agents--characteristic bond strength as a function of dentine depth. *J Dent.* 1992 Aug;20(4):225-30.

Mellberg JR. Hard-tissue substrates for evaluation of cariogenic and anti-cariogenic activity in situ. *J Dent Res.* 1992;71:913-9.

Mobarak EH, El-Badrawy W, Pashley DH, Jamjoom H. Effect of pretest storage conditions of extracted teeth on their dentin bond strengths. *J Prosthet Dent.* 2010 Aug;104(2):92-7.

Mundim FM, Garcia L da F, Pires-de-Souza F de C. Effect of staining solutions and repolishing on color stability of direct composites. *J Appl Oral Sci.* 2010 May-June;18(3):249-54.

Nakabayashi N, Ashizawa M, Nakamura M. Identification of a resin – dentin hybrid layer in vital human dentin created in vivo: durable bonding to vital dentin. *Quintessence Int.* 1992;135-41.

Nakabayashi N, Kojima K, Masuhara E. The promotion of adhesion by the infiltration of monomers into tooth substrates. *J Biomed Mater Res.* 1982;16(3):265-73.

Nakabayashi N, Pashley DH. *Hybridization of dental hard tissues.* Tokyo: Quintessence; 1998.

Nakajima M, Sano H, Burrow MF, Tagami J, Yoshiyama M, Ebisu S, et al. Tensile bond strength and SEM evaluation of caries-affected dentin using dentin adhesives. *J Dent Res*. 1995 Oct;74(10):1679-88.

Oilo G, Austrheim EK. In vitro quality testing of dentin adhesives. *Acta Odontol Scand*. 1993 Aug;51(4):263-9.

Oilo G, Olsson S. Tensile bond strength of dentin adhesives: a comparison of materials and methods. *Dent Mater*. 1990;6(2):138-44.

Pashley DH, Carvalho RM. Dentin permeability and adhesion. *J Dent* 1997; 25(5):355-72.

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.

Phrukkanon S, Burrow MF, Tyas MJ. Effect of cross-sectional surface area on bond strengths between resin and dentin. *Dent Mater*. 1998a Mar;14(2):120-8.

Phrukkanon S, Burrow MF, Tyas MJ. The influence of cross-sectional shape and surface area on the microtensile bond test. *Dent Mater*. 1998b Jun;14(3): 212-21.

Pioch T, Stotz S, Buff E, Duschner H, Staehle HJ. Influence of different etching times on hybrid layer formation and tensile bond strength *Am J Dent*. 1998;11(5):202-6.

Poitevin A, De Munck J, Van Landuyt K, Coutinho E, Peumans M, Lambrechts P, et al. 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.

Pucci CR. Estudo comparativo in vitro da resistência ao cisalhamento de sistemas adesivos em dentina humana: uso de hipoclorito de sódio em sistemas convencionais ou primers acidificados [tese]. São José dos Campos (SP): Faculdade de Odontologia de São José dos Campos: UNESP - Univ Estadual Paulista; 2003.

Reis A, Loguercio AD, Carvalho RM, Grande RH. Durability of resin dentin interfaces: effects of surface moisture and adhesive solvent component. *Dent Mater*. 2004 Sep;20(7):669-76.

Retief DH, Austin JC, Fatti LP. Pupal response to phosphoric acid. *J Oral Pathol*. 1974;3(3):114-121.

Retief DH, Gross JD, Bradley EL, Denys FR. Tensile bond strengths of dentin bonding agents to dentin. *Dent Mater.* 1986 Apr;2(2):72-7.

Ribeiro S, Rodrigues JA. Influência da forma e do processo de obtenção do entalhe na carga máxima e na energia de fratura de argamassas utilizando o método de cunha para propagação estável de trinca. *Cerâmica.* 2009;55 (334):181-9.

Rigo LC. Estabilidade da cor e rugosidade superficial de resinas compostas imersas em diferentes substâncias [dissertação]. Florianópolis (SC). Universidade Federal de Santa Catarina, Centro de Ciências da Saúde; 2011.

Roulet JF, Van Meerbeek B. Editorial: Statistics a nuisance, a tool, or a must? *J Adhes Dent.* 2007;9(3):287-8.

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.

Sano H, Yoshikawa T, Pereira PNR, Kanemura N, Morigami M, Tagami J, et al. Long-term durability of dentin bonds made with a self-etching primer, in vivo. *J Dent Res.* 1999;78(4):906-11.

Scherrer SS, Cesar PF, Swain MV. Direct comparison of the bond strength results of the different test methods: a critical literature review. *Dent Mater.* 2010 Feb;26(2):e78-93.

Schilke R, Lisson JA, Baub O, Geurtsen W. Comparison of the number and diameter of dentinal tubules in human and bovine dentine by scanning electron microscopic investigation. *Arch Oral Biol.* 2000;45(5):355-61.

Sengun A, Unlu N, Ozer F, Ozturk B. Bond strength of Five current adhesives to caries-affected dentin. *J Oral Rehabil.* 2002 Aug;29(8):777-81.

Shirai K, De Munck J, Yoshida Y, Inoue S, Lambrechts P, Suzuki K, et al. Effect of cavity configuration and aging on bonding effectiveness of six adhesives to dentin. *Dent Mater.* 2005;21(2):110-24.

Silvestre FDS, Marques BA, Uceda-Gomez N, Oda M, Pinheiro SL. Análise comparativa dos testes de tração e microtração utilizando diferentes sistemas adesivos. *RPG.* 2006;13(1):45-9.

Soares CJ, Pereira JC, Souza SJ, Menezes MS, Armstrong SR. The effect of prophylaxis method on microtensile bond strength of indirect restorations to dentin. *Oper Dent*. 2012;37(6): 602-9.

Stamatacos-Mercer C, Hottel TL. The validity of reported tensile bond strength utilizing non-standardized specimen surface areas. An analysis of in vitro studies. *Am J Dent*. 2005 Apr;18(2):105-8.

Stanley HR, Going RE, Chauncey HH. Human pulp response to acid pretreatment of dentin and to composite restorations. *J Am Dent Assoc*. 1973;91:817-22.

Susin AH, Vasconcellos WA, Saad JR, Oliveira Junior OB. Tensile Bond strength of self-etching versus total-etching adhesive systems under different dentinal substrate conditions. *Braz Oral Res*. 2007; 21(1):81-6.

Takahashi A, Inoue S, Kawamoto C, Ominato R, Tanaka T, Sato Y, et al. In vivo long-term durability of bond to dentin using two adhesive system. *J Adhes Dent*. 2002;4(2):151-9.

Takemori T, Chigira H, Itoh K, Hisamitsu H, Wakumoto S. Factors affecting tensile bond strength of composite to dentin. *Dent Mater*. 1993 Mar;9(2):136-8.

Tao L, Pashley DH. Shear bond strengths to dentin: effects of surface treatments, depth and position. *Dent Mater*. 1988;4(6):371-8.

Tukey JW. *Exploratory Data Analysis*. Reading, Massachusetts: Addison-Wesley; 1977.

Van Meerbeek B, Dhem A, Goret-Nicaise M, Braem M, Lambrechts P, VanHerle G. Comparative SEM and TEM examination of the ultrastructure of the resin-dentin interdiffusion zone. *J Dent Res*. 1993;72(2):495-501.

Van Meerbeek B, Peumans M, Poitevin A, Mine A, Van Ende A, Neves A, et al. Relationship between bond-strength tests and clinical outcomes. *Dent Mater*. 2010;26(2):100-21.

Van Noort R, Noroozi S, Howard IC, Cardew G. A critique of bond strength measurements. *J Dent*. 1989 Apr;17(2):61-7.

Watanabe I, Nakabayashi N. Measurements methods for adhesion to dentine: the current status in Japan. *J Dent*. 1994 Apr;22(2):67-72

**APÊNDICE A** - Estudo do poder de teste por meio do programa Minitab  
(Minitab Inc., version 16.1.0; 2010)

As figuras de poder de teste, mostradas a seguir, foram geradas no programa Minitab a partir dos seguintes comandos:

Comandos do Minitab: janela de comando *Ctrl+L*.

```
Power;  
FDesign;  
NLevels 2 2;  
Reps 5 8 10 12 15;  
MaxDifference 3 5 10 15;  
Sigma 5;  
TOrder 2;  
Alpha 0.05;  
GPCurve;  
NSize 5 8 10 12 15.
```

```
Power;  
FDesign;  
NLevels 2 2;  
Reps 5 8 10 12 15;  
MaxDifference 3 5 10 15;  
Sigma 10;  
TOrder 2;  
Alpha 0.05;  
GPCurve;  
NSize 5 8 10 12 15.
```



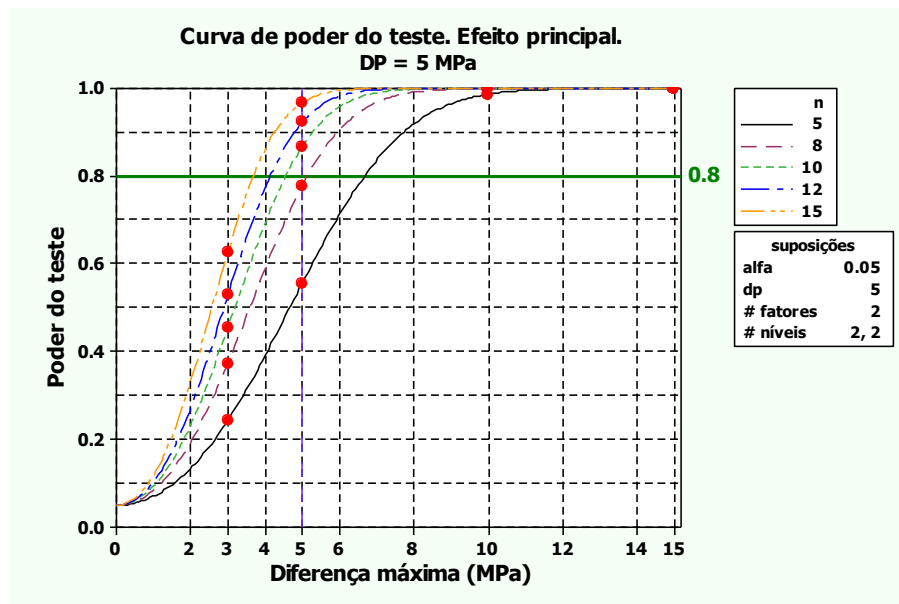


Figura 26 – Curva de poder do teste, para um delineamento experimental (tipo 2 x 2), sob diferentes tamanhos amostrais (n), sob erro experimental estimado (dp) igual a 5 MPa.

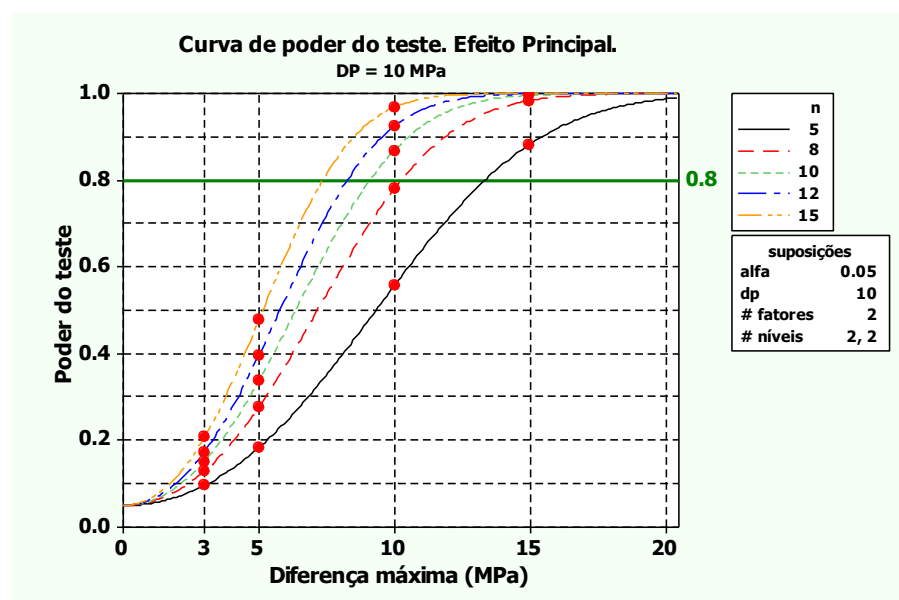


Figura 27 – Curva de poder do teste, para um delineamento experimental (tipo 2 x 2), sob diferentes tamanhos amostrais (n), sob erro experimental estimado (dp) igual a 10 MPa.

**APÊNDICE B – Valores obtidos no ensaio de microtração para a condição sem termociclagem**

Tabela 17 – Condição: sem Termociclagem. Valores de RU (MPa) obtidos no ensaio de microtração (L1: largura; L2: espessura; TF: tipo de falha)

(continua)

dente	palito	L1	L2	Área mm <sup>2</sup>	Área cm <sup>2</sup>	kgf	MPa	TF
1	1	1,890	1,40	2,6460	0,026460	0,44	1,6296	a
1	2	1,310	1,76	2,3056	0,023056	4,42	18,7873	cr
1	3	1,920	1,50	2,8800	0,028800	2,64	8,9833	a
1	4	1,360	1,86	2,5296	0,025296	3,94	15,2641	cr
1	5	1,410	1,88	2,6508	0,026508	1,58	5,8413	a
1	6	1,420	1,73	2,4566	0,024566	3,76	14,9996	cr
1	7	1,410	1,86	2,6226	0,026226	1,14	4,2599	a
2	1	1,300	1,75	2,2750	0,022750	3,95	17,0154	a
2	2	1,440	1,96	2,8224	0,028224	4,39	15,2431	cr
2	3	1,500	1,90	2,8500	0,028500	4,12	14,1670	cr
2	4	1,410	1,56	2,1996	0,021996	2,41	10,7374	a
2	5	1,420	1,87	2,6554	0,026554	5,23	19,3018	a
3	1	1,290	1,81	2,3349	0,023349	2,26	9,4856	a
3	2	1,630	1,42	2,3146	0,023146	2,98	12,6173	a
3	3	1,290	1,71	2,2059	0,022059	1,58	7,0194	a
3	4	1,360	1,78	2,4208	0,024208	3,26	13,1973	cr
4	1	1,860	1,41	2,6226	0,026226	2,42	9,0429	a
4	2	1,630	1,30	2,1190	0,021190	3,76	17,3893	a
4	3	1,500	1,29	1,9350	0,019350	3,83	19,3974	cr
4	4	1,470	1,82	2,6754	0,026754	2,64	9,6703	cr
4	5	1,450	1,81	2,6245	0,026245	4,61	17,2139	cd
4	6	1,785	1,29	2,3026	0,023026	5,06	21,5352	cd
4	7	1,760	1,27	2,2352	0,022352	2,93	12,8463	cd
4	8	1,720	1,35	2,3220	0,023220	3,58	15,1094	cr
4	9	1,370	1,54	2,1098	0,021098	4,13	19,1838	cd
4	10	1,380	1,80	2,4840	0,024840	4,59	18,1087	cr
4	11	1,650	1,29	2,1285	0,021285	2,75	12,6615	cr
5	1	1,840	1,31	2,4104	0,024104	3,29	13,3762	cr
5	2	2,000	1,70	3,4000	0,034000	2,86	8,2435	cr
5	3	1,900	1,52	2,8880	0,028880	3,14	10,6551	cr
5	4	2,080	1,62	3,3696	0,033696	4,04	11,7498	cd
5	5	1,530	1,83	2,7999	0,027999	3,87	13,5455	a
5	6	1,440	1,79	2,5776	0,025776	3,03	11,5200	cd
5	7	1,930	1,47	2,8371	0,028371	2,84	9,8100	cr
5	8	1,260	1,90	2,3940	0,023940	2,59	10,6023	cd
5	9	1,530	1,99	3,0447	0,030447	2,65	8,5296	m
5	10	1,360	1,87	2,5432	0,025432	2,73	10,5198	cd
6	1	1,410	1,79	2,5239	0,025239	4,67	18,1330	cr
6	2	1,410	1,83	2,5803	0,025803	1,47	5,5831	a
6	3	1,950	1,41	2,7495	0,027495	3,12	11,1206	cd
6	4	1,300	1,89	2,4570	0,024570	1,05	4,1880	a
6	5	1,360	1,91	2,5976	0,025976	4,30	16,2227	cr
6	6	1,350	1,77	2,3895	0,023895	1,78	7,3003	a

Tabela 17 – Condição: sem Termociclagem. Valores de RU (MPa) obtidos no ensaio de microtração (L1: largura; L2: espessura; TF: tipo de falha)

*(continuação)*

dente	palito	L1	L2	Área mm <sup>2</sup>	Área cm <sup>2</sup>	kgf	MPa	TF
6	8	1,360	1,82	2,4752	0,024752	2,53	10,0170	a
7	1	1,180	1,54	1,8172	0,018172	2,81	15,1541	cr
7	2	1,370	1,76	2,4112	0,024112	3,08	12,5182	cd
7	3	1,430	1,89	2,7027	0,027027	3,37	12,2196	cr
7	4	1,350	1,80	2,4300	0,024300	1,84	7,4206	cr
7	5	1,360	1,82	2,4752	0,024752	1,31	5,1867	a
7	6	1,620	2,00	3,2400	0,032400	1,38	4,1741	cd
7	7	1,460	1,90	2,7740	0,027740	3,53	12,4708	cr
7	8	1,380	1,83	2,5254	0,025254	3,05	11,8357	cd
7	9	1,370	1,83	2,5071	0,025071	3,35	13,0948	cr
7	10	1,370	1,81	2,4797	0,024797	3,70	14,6227	cr
7	11	1,280	1,74	2,2272	0,022272	3,98	17,5126	cr
8	1	1,260	1,24	1,5624	0,015624	1,17	7,3387	a
8	2	1,260	1,65	2,0790	0,020790	2,29	10,7946	cd
8	3	1,220	1,64	2,0008	0,020008	0,70	3,4286	a
8	4	1,580	1,65	2,6070	0,026070	0,01	0,0376	a
8	5	1,310	12,21	15,9951	0,159951	2,31	1,4153	a
9	1	1,200	1,29	1,5480	0,015480	0,68	4,3049	a
9	2	1,610	1,28	2,0608	0,020608	0,64	3,0435	cr
9	3	1,800	1,26	2,2680	0,022680	1,79	7,7346	a
9	4	1,410	1,25	1,7625	0,017625	0,26	1,4457	a
9	5	1,380	1,55	2,1390	0,021390	1,60	7,3305	a
9	6	1,190	1,19	1,4161	0,014161	0,69	4,7751	m
10	1	1,860	1,21	2,2506	0,022506	0,78	3,3964	a
10	2	1,190	1,24	1,4756	0,014756	0,93	6,1765	a
10	3	1,800	1,54	2,7720	0,027720	2,60	9,1919	cd
10	4	1,890	1,18	2,2302	0,022302	0,01	0,0439	a
10	5	1,700	1,31	2,2270	0,022270	1,04	4,5766	a
11	1	1,210	1,47	1,7787	0,017787	1,90	10,4683	m
11	2	1,310	1,27	1,6637	0,016637	3,18	18,7317	a
11	3	1,330	1,20	1,5960	0,015960	1,79	10,9912	a
11	4	1,180	1,41	1,6638	0,016638	3,98	23,4427	cr
11	5	1,100	1,24	1,3640	0,013640	0,01	0,0718	a
11	6	1,180	1,38	1,6284	0,016284	3,62	21,7858	cr
12	1	1,170	1,17	1,3689	0,013689	3,94	28,2066	cr
12	2	1,310	1,21	1,5851	0,015851	3,57	22,0718	cd
12	3	1,400	1,60	2,2400	0,022400	2,13	9,3187	cd
12	4	1,440	1,56	2,2464	0,022464	3,71	16,1850	cr
12	5	1,710	1,21	2,0691	0,020691	0,47	2,2261	m
12	6	1,210	1,24	1,5004	0,015004	2,69	17,5700	a

**APÊNDICE C** - Valores obtidos no ensaio de microtração para a condição com termociclagem

Tabela 18 – Condição: com Termociclagem. Valores de RU (MPa) obtidos no ensaio de microtração (L1: largura; L2: espessura; TF: tipo de falha)

(continua)

dente	palito	L1	L2	Área mm <sup>2</sup>	Área cm <sup>2</sup>	kgf	MPa	TF
1	1	1,30	1,28	1,6640	0,016640	1,300	7,6563	cd
1	2	1,09	1,25	1,3625	0,013625	0,887	6,3799	cr
1	3	1,23	1,20	1,4760	0,014760	2,210	14,6734	cd
1	4	1,39	1,23	1,7097	0,017097	4,030	23,1000	a
3	1	1,75	1,75	3,0625	0,030625	2,440	7,8080	a
3	2	1,19	1,82	2,1658	0,021658	0,520	2,3529	cr
3	4	1,32	1,78	2,3496	0,023496	1,880	7,8413	a
3	5	1,28	1,75	2,2400	0,022400	4,880	21,3500	cd
3	6	1,16	1,25	1,4500	0,014500	4,140	27,9807	cd
3	7	1,19	1,22	1,4518	0,014518	4,080	27,5410	cd
3	8	1,49	1,24	1,8476	0,018476	3,950	20,9515	cd
4	1	1,21	1,19	1,4399	0,014399	3,340	22,7321	a
4	2	1,58	1,20	1,8960	0,018960	2,480	12,8186	cd
4	3	1,20	1,29	1,5480	0,015480	4,970	31,4638	a
4	4	1,19	1,21	1,4399	0,014399	2,320	15,7900	cd
4	5	1,60	1,26	2,0160	0,020160	1,040	5,0556	cd
4	6	1,29	1,57	2,0253	0,020253	1,810	8,7582	a
4	7	1,58	1,22	1,9276	0,019276	1,450	7,3719	cd
5	1	1,19	1,87	2,2253	0,022253	1,280	5,6370	a
5	2	1,41	1,03	1,4523	0,014523	3,010	20,3112	cd
5	3	1,16	1,02	1,1832	0,011832	3,770	31,2255	cd
5	4	1,20	1,21	1,4520	0,014520	1,870	12,6212	cd
5	5	1,20	1,16	1,3920	0,013920	4,930	34,7083	cr
6	1	1,23	1,18	1,4514	0,014514	4,790	32,3426	cd
6	2	1,50	1,05	1,5750	0,015750	5,520	34,3467	cd
7	1	1,42	1,30	1,8460	0,018460	5,860	31,1094	cr
7	2	1,27	1,10	1,3970	0,013970	2,730	19,1510	cd
7	3	1,14	1,13	1,2882	0,012882	2,740	20,8446	cr
7	4	1,26	1,55	1,9530	0,019530	3,660	18,3656	cd
7	5	1,05	1,51	1,5855	0,015855	3,420	21,1391	cd
7	6	1,60	1,52	2,4320	0,024320	1,700	6,8503	a
7	7	1,70	1,25	2,1250	0,021250	2,480	11,4372	cd
7	8	1,05	1,04	1,0920	0,010920	1,990	17,8590	cd
8	1	1,58	1,46	2,3068	0,023068	3,800	16,1436	a
8	2	1,21	1,60	1,9360	0,019360	3,520	17,8182	a
8	3	1,22	1,25	1,5250	0,015250	2,490	16,0013	cr
8	4	1,20	1,21	1,4520	0,014520	4,960	33,4766	cd
8	5	1,16	1,25	1,4500	0,014500	4,390	29,6703	cd
8	6	1,19	1,63	1,9397	0,019397	4,080	20,6135	cr
8	7	1,23	1,23	1,5129	0,015129	5,210	33,7484	cr

Tabela 18 – Condição: com Termociclagem. Valores de RU (MPa) obtidos no ensaio de microtração (L1: largura; L2: espessura; TF: tipo de falha)

(continuação)

dente	palito	L1	L2	Área mm2	Área cm2	kgf	MPa	TF
8	8	1,32	1,16	1,5312	0,015312	4,350	27,8409	cd
8	9	1,31	1,19	1,5589	0,015589	5,880	36,9645	cd
8	10	1,26	1,59	2,0034	0,020034	3,200	15,6534	cd
9	1	1,22	1,16	1,4152	0,014152	2,280	15,7886	a
9	2	1,01	1,21	1,2221	0,012221	0,760	6,0944	m
9	3	1,22	1,13	1,3786	0,013786	1,920	13,6486	a
9	4	1,18	1,17	1,3806	0,013806	4,160	29,5292	a
9	5	1,28	1,14	1,4592	0,014592	3,260	21,8942	a
9	6	1,15	1,47	1,6905	0,016905	1,810	10,4928	a
9	7	1,15	1,51	1,7365	0,017365	2,600	14,6732	cd
9	8	1,12	1,28	1,4336	0,014336	0,880	6,0156	a
9	9	1,18	1,11	1,3098	0,013098	6,110	45,7154	a
10	1	1,25	1,66	2,0750	0,020750	4,740	22,3865	cr
10	2	1,69	1,47	2,4843	0,024843	3,620	14,2801	a
10	3	1,22	1,64	2,0008	0,020008	6,420	31,4454	a
10	4	1,26	1,20	1,5120	0,015120	3,700	23,9815	a
11	1	1,50	1,05	1,5750	0,015750	4,170	25,9467	a
11	2	1,18	1,51	1,7818	0,017818	2,700	14,8502	a
11	3	1,11	1,09	1,2099	0,012099	3,420	27,7015	cr
11	4	1,28	1,18	1,5104	0,015104	2,770	17,9727	a
11	5	1,18	1,16	1,3688	0,013688	2,270	16,2522	cr
11	6	1,32	1,14	1,5048	0,015048	2,950	19,2119	a
12	1	1,42	1,25	1,7750	0,017750	1,850	10,2141	a
12	2	1,24	1,39	1,7236	0,017236	1,680	9,5521	a
12	3	1,22	1,55	1,8910	0,018910	1,710	8,8620	a
12	4	1,54	1,27	1,9558	0,019558	1,800	9,0193	a

**APÊNDICE D** - Resultado do teste de não paramétrico de Kruskal-Wallis para os valores de de RU (MPa) obtidos nos ensaios de macro e microtração, sob duas condições de envelhecimento

Tabela 19 – Formação de grupos homogêneos em termos de RU (MPa), via teste de Dunn (5%), das condições experimentais, (ST: sem termociclagem; CT: com termociclagem), obtido por meio do programa computacional Statistix (Analytical Software, version 9.1, 2012)

<b>Grupo</b>	<b>posto médio</b>	<b>Grupos Homogêneos</b>
G2: CT-Micro	36,545	A
G1: ST-Micro	26,833	A
G3: ST-Macro	12,200	B
G4: CT-Macro	10,000	B
Alfa	0,05	
Z Valor crítico (bilateral)	2,638	
Valor crítico para comparação	13,828 a 14,815	
Kruskal-Wallis (estatística kw)	31,7704	
P-Valor	0,0001	

**APÊNDICE E-** Condição sem termociclagem: a) distribuição da frequência dos tipos de observados em cada dente e (b) cálculo da proporção de falhas, segundo a condição de envelhecimento

Tabela 20 – Condição sem termociclagem. Distribuição da frequência dos tipos de observados em cada dente

Condição <b>sem</b> termociclagem					
Dente	Adesivas	CD	CR	Mista	nº de palitos/dente
1	4	0	3	0	7
2	3	0	2	0	5
3	3	0	1	0	4
4	2	4	5	0	11
5	1	4	4	1	10
6	4	1	3	0	8
7	1	3	7	0	11
8	4	1	0	0	5
9	4	0	1	1	6
10	4	1	0	0	5
11	3	0	2	1	6
12	1	2	2	1	6
Total	34	16	30	4	84

Tabela 21 – Cálculo da proporção de falhas (condição sem termociclagem)

Condição <b>sem</b> termociclagem				
Dente	Adesivas (%)	CD (%)	CR (%)	Mista (%)
1	0,5714*	0,0000	0,4285	0,0000
2	0,4285	0,0000	0,2857	0,0000
3	0,4285	0,0000	0,1428	0,0000
4	0,2857	0,5714	0,7142	0,0000
5	0,1428	0,5714	0,5714	0,1428
6	0,5714	0,1428	0,4285	0,0000
7	0,1428	0,4285	1,0000	0,0000
8	0,5714	0,1428	0,0000	0,0000
9	0,5714	0,0000	0,1428	0,1428
10	0,5714	0,1428	0,0000	0,0000
11	0,4285	0,0000	0,2857	0,1428
12	0,1428	0,2857	0,2857	0,1428

\*0,571429 = (4 / 7) = (4 palitos com falha adesiva num dente / em relação a 84 palitos / 12 dentes)

Tabela 22 – Estatística descritiva das prevalências, segundo o tipo de falha para a condição sem termociclagem

Falhas	n	média	dp	cv(%)
Adesivas	12	0,4048	0,1810	44,73
CD	12	0,1905	0,2224	116,77
CR	12	0,3571	0,2953	82,68
Mista	12	0,0476	0,0703	147,71

**APÊNDICE F** - Condição com termociclagem: a) distribuição da frequência dos tipos de observados em cada dente e (b) cálculo da proporção de falhas

Tabela 23 – Condição com termociclagem. Distribuição da frequência dos tipos de observados em cada dente

Condição com termociclagem					
Dente	Adesivas	CD	CR	Mista	nº de palitos/dente
1	1	2	1	0	4
3	2	4	1	0	7
4	3	4	0	0	7
5	1	3	1	0	5
6	0	2	0	0	2
7	1	5	2	0	8
8	2	5	3	0	10
9	7	1	0	1	9
10	3	0	1	0	4
11	4	0	2	0	6
12	4	0	0	0	4
Total	28	26	11	1	66

Tabela 24 – Cálculo da proporção de falhas (condição com termociclagem)

Condição com termociclagem				
Dente	Adesivas (%)	CD (%)	CR (%)	Mista (%)
1	0,1666*	0,6667	0,1667	0,0000
3	0,3333	0,6666	0,0000	0,0000
4	0,5000	0,5000	0,1667	0,0000
5	0,1666	0,3333	0,0000	0,0000
6	0,0000	0,8333	0,3333	0,0000
7	0,1666	0,8333	0,5000	0,0000
8	0,3333	0,1667	0,0000	0,1667
9	1,1666	0,0000	0,1667	0,0000
10	0,5000	0,0000	0,3333	0,0000
11	0,6667	0,0000	0,0000	0,0000
12	0,6667	0,6667	0,1667	0,0000

\* 0,1616 = (1/ 6) = 1 palito com falha adesiva num dente / em relação a 66 palitos / 11 dentes)

Tabela 25 – Estatística descritiva das prevalências, segundo o tipo de falha para a condição com termociclagem

Falhas	n	média	dp	cv(%)
Adesivas	11	0,424	0,328	77,31
CD	11	0,394	0,367	83,33
CR	11	0,167	0,167	100,00
Mista	11	0,015	0,050	331,66