



UNIVERSIDADE ESTADUAL PAULISTA
“JÚLIO DE MESQUITA FILHO”
Campus de Araçatuba

PEDRO HENRIQUE FANECO GARROTI

**Efeito do condicionamento seletivo da dentina na
durabilidade da resistência de união de restaurações
dentais usando adesivos universais**

Araçatuba - SP
2024

PEDRO HENRIQUE FANECO GARROTI

**Efeito do condicionamento seletivo da dentina na
durabilidade da resistência de união de restaurações
dentais usando adesivos universais**

Trabalho de Conclusão de Curso
apresentado à Faculdade de
Odontologia de Araçatuba da
Universidade Estadual Paulista “Júlio de
Mesquita Filho” – Unesp, como parte
dos requisitos para a obtenção do título
de Bacharel em Odontologia

Orientador: Prof. Dr. Anderson Catelan

Araçatuba - SP

2024

*Dedico esse trabalho aos meus pais e
aos meus avós, tudo até aqui e a partir daqui só
aconteceu graças a cada um deles.*

AGRADECIMENTOS

À Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho”, na pessoa do diretor da Faculdade de Odontologia de Araçatuba Prof. Dr. Alberto Carlos Botazzo Delbem e ao vice-diretor Prof. Dr. Luciano Tavares Angelo Cintra.

À Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de São Paulo (FAPESP) pelo apoio financeiro, por meio da bolsa de Iniciação Científica, para a realização dessa pesquisa. Processo nº 2022/15686-4.

À Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de São Paulo (FAPESP) que propiciou a aquisição do equipamento de termociclagem usado neste estudo. Processo nº 2021/08529-7.

Ao meu professor e orientador, Anderson Catelan, que sempre me auxiliou, com muita paciência e respeito, e que sempre me manteve motivado a continuar. Sou muito grato por ter realizado este projeto ao seu lado, levarei para o resto da minha vida tudo que aprendi com o senhor.

A todos do Departamento de Odontologia Preventiva e Restauradora, pela convivência e por toda a ajuda em diversos momentos desta caminhada.

A todos os professores que contribuíram com a minha formação

e que me estimularam a buscar conhecimento. Em especial ao professor Aldiéris Alves Pesqueira, que sou muito grato por ter aceitado fazer parte de minha banca, por todos os ensinamentos durante as clínicas e laboratórios.

À Karen Milaré, por todas as dicas ao longo do desenvolvimento desta pesquisa, que tornaram o desenvolvimento mais simples e eficaz. Agradeço por ter aceitado fazer parte de minha banca e por ter me apoiado em um momento de extrema dificuldade. Dificilmente eu teria continuado sem sua ajuda e das meninas.

Ao meu amigo e pós-graduando, Guilherme, que tanto me ajudou ao longo do projeto, sempre me acompanhando e sempre oferecendo ajuda, mesmo este não sendo o seu projeto de mestrado.

Aos meus pais, Luciane e Ronaldo, que são os grandes responsáveis por eu estar aqui hoje. Tudo que eu fui, sou, e ainda serei é graças a vocês. Obrigado por todo o esforço para me manter por longos 6 anos em outra cidade, por todos os valores que me passaram, e sobretudo, por todo apoio, que foi extremamente necessário para que eu não desistisse no meio do caminho.

Aos meus avós, José, Celina e Helena, que me acolheram para que eu pudesse me preparar da melhor forma para o vestibular, me permitindo ficar por um longo e difícil ano junto a vocês. Sem vocês, provavelmente eu não estaria prestes a me formar em uma das melhores universidades da América Latina, obrigado!

À Mariana Furuse e Natália Ferracin, que juntamente com a Karen Milaré estiveram comigo em um dos momentos mais difíceis desta caminhada, e que realizaram a coleta dos dentes que possibilitaram o desenvolvimento desta pesquisa.

À Lara Esteves, Mariana Queiroz e Erika Omoto, por toda a paciência e ensinamentos que me passaram ao longo da clínica da graduação, me motivando a gostar mais de dentística e a seguir nessa área.

Aos meus melhores amigos César, Mileni, Rodrigo, Vitor e Yasmine, por me incentivarem constantemente a me tornar um aluno melhor, e também um ser humano melhor. Obrigado por todo o companheirismo durante toda a graduação.

À minha namorada Caroline, que esteve comigo durante os momentos mais difíceis da graduação, sempre me ouvindo e me apoiando, e sobretudo, me oferecendo o suporte que foi crucial nessa reta final para que tudo ocorresse adequadamente.

*Só se pode alcançar um grande
êxito quando nos mantemos fiéis a nós
mesmos.*

Friedrich Nietzsche

RESUMO

GARROTI, P.H.F. **Efeito do condicionamento seletivo da dentina na durabilidade da resistência de união de restaurações dentais usando adesivos universais.** 2024. Trabalho de Conclusão de Curso. Faculdade de Odontologia de Araçatuba, Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho”, Araçatuba, 2024.

O objetivo neste estudo foi avaliar o efeito do condicionamento seletivo da dentina (CSD) na durabilidade da resistência de união de restaurações em resina composta usando diferentes sistemas adesivos universais, antes e após a ciclagem térmica. A superfície vestibular de quarenta e oito incisivos bovinos ($n = 8$) foi desgastada para exposição de dentina média, então os dentes foram divididos de acordo com o protocolo adesivo (CSD e autocondicionante), composição do adesivo (com HEMA: 2-hidroxietil metacrilato e BPA: Bisfenol A; sem BPA; e sem BPA e HEMA) e período de avaliação (24 h de armazenamento em água destilada e após ciclagem térmica). No modo autocondicionante, o adesivo foi aplicado ativamente por 20 s, volatilizado por 5 s e fotoativado por 10 s. O CSD foi realizado com ácido fosfórico 35% por 3 s, seguida pela lavagem, secagem mantendo a umidade dentinária e aplicação do adesivo como previamente descrito. Então um bloco retangular (4 x 5 mm e 3 mm de espessura) de compósito foi confeccionado em incremento único. A fotoativação dos materiais foi realizada pelo tempo recomendado pelos fabricantes com um LED polywave com irradiância de 1000 mW/cm². Os espécimes foram cortados em palitos de 1 x 1 mm, sendo que metade dos palitos foram avaliados após 24 h ou 20.000 ciclos térmicos (5 e 55°C, tempo de permanência de 30 s). A RU pelo teste de microtração foi obtida usando uma máquina semi-universal de ensaios. Os dados foram analisados estatisticamente pela ANOVA três critérios e teste de Tukey ($\alpha = 0,05$). O CSD ($18,7 \pm 63,62$ MPa) apresentou maior RU comparado ao modo autocondicionante ($14,76 \pm 4,39$ MPa) ($p < 0,0001$) e a ciclagem térmica ($14,63 \pm 4,73$ MPa) reduziu os valores de RU comparado à 24h ($18,89 \pm 2,99$ MPa) ($p < 0,0001$), sendo que o CSD apresentou maiores valores de RU tanto em 24 h como após a termociclagem ($p = 0,0458$). A RU não foi afetada pelo tipo de adesivo ($p = 0,2956$).

Conclui-se que o CSD poderia ser uma alternativa viável para melhorar a interação de adesivos universais e aumentar a durabilidade da adesão.

Palavras-chave: Adesivos Dentinários. Condicionamento Ácido do Dente. Resinas Compostas.

ABSTRACT

GARROTI, P.H.F. **Effect of selective dentin conditioning on the durability and bond strength of dental restorations using universal adhesives**. 2024. End of course paper – Dental School, São Paulo State University, Araçatuba, 2024.

The aim in this study was to evaluate the effect of selective dentin etching (SDE) on the bond strength (BS) durability of resin composite restorations using different universal adhesive systems, before and after thermal cycling. Labial surface of forty-eight ($n = 8$) bovine incisors was abraded to expose mid-dentin, then the teeth were divided according to adhesive protocol (SDE and self-etching), adhesive composition (with HEMA: 2-hydroxyethyl methacrylate and BPA: Bisphenol A (BPA); BPA-free; and BPA-free and HEMA-free) and evaluation period (24h storage in distilled water and after thermal cycling). In self-etching mode, the adhesive was actively applied for 20 s, volatilized for 5 s and light cured for 10 s. SDE was carried out using 35% phosphoric acid for 3 s, followed by washing, drying, maintaining dentin humidity, and adhesive application as previously described. Then a rectangular block (4 x 5 mm and 3 mm thickness) of composite was made in a single increment. Light curing of the materials was carried out for the time recommended by the manufacturers with a polywave LED with an irradiance of 1,000 mW/cm². Specimens were cut into 1 x 1 mm beams, with half of the sticks were evaluated after 24 h or 20,000 thermal cycles (5 and 55°C, residence time of 30 s). BS by microtensile test was obtained using a semi-universal testing machine. Data were statistically analyzed using three way ANOVA and Tukey's test ($\alpha=0.05$). SDE (18.7 ± 63.62 MPa) showed higher BS compared to the self-etching mode (14.76 ± 4.39 MPa) ($p < 0.0001$) and thermal cycling (14.63 ± 4.73 MPa) reduced BS values compared to 24 h (18.89 ± 2.99 MPa) ($p < 0.0001$), with the SDE showing higher BS values both at 24 h and after thermocycling ($p = 0.0458$). BS was not affected by the type of adhesive ($p = 0.2956$). It is concluded that SDE could be a viable alternative to improve the interaction of universal adhesive and increase the durability of adhesion.

Keywords: Dentin Adhesives. Acid Etching, Dental. Composite Resins.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - A) Desgaste do terço médio de dente bovino com lixa de carboneto de silício #320. B) Superfície vestibular do dente após a exposição da dentina.....	22
Figura 2 - A) Aplicação do ácido fosfórico 35% em dentina por 3 s. B) Lavagem abundante com água destilada. C) Aplicação do sistema adesivo por 20 s de forma ativa. D) Fotoativação por 10 s.....	23
Figura 3 - A) Confeção do bloco de resina com auxílio da matriz de silicone. B) Fotoativação da resina composta por 40 segundos. C) Aspecto final da restauração.....	24
Figura 4 - A) Palitos obtidos após o corte. B) Palito fixado com cianoacrilato em dispositivo especial.....	25

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Média (desvio padrão) da resistência de união (MPa) de acordo com o protocolo de aplicação do adesivo universal e o período de avaliação.....27

Tabela 2 - Média (desvio padrão) da resistência de união (MPa) de acordo com a composição do sistema adesivo.....28

LISTA DE GRÁFICOS

Gráfico 1 - Padrão de fratura (%) de acordo com o protocolo de aplicação do adesivo universal, a composição do sistema adesivo e o período de avaliação.....28

LISTA DE ABREVIATURAS, SÍMBOLOS E SIGLAS

#	número da granulação
%	porcentagem
*	asterisco
~	aproximadamente
<	menor
>	maior
°	graus
°C	graus celcius
µm	micrômetro
10-MDP	10-metacriloxidecil dihidrogenofosfato
ANOVA	análise de variância
Bis-EMA	bisfenol A etoxilado dimetacrilato
Bis-GMA	bisfenol A glicidil metacrilato
BPA	bisfenol A
CSD	condicionamento seletivo da dentina
EUA	Estados Unidos da América
h	hora
HEMA	2-hidroxetil metacrilato
IL	Illinois
KgF	kilograma força
LED	diodo emissor de luz
mm	milímetro
mm/min	milímetro por minuto
mm ²	milímetro quadrado
MMP	metaloproteinase

MN	Mineápolis
MPa	mega Pascal
mW/cm ²	miliWatt por centímetro quadrado
NC	Carolina do Norte
P&BU	Prime&Bond Universal
PB	Paraíba
p	valor-p
s	segundo
SBU	Single Bond Universal
SiC	carboneto de silício
SC	Santa Catarina
SP	São Paulo
SUP	Scotchbond™ Universal Plus
™	<i>Trade Mark</i>
UT	Utah
x	vezes
WI	Wisconsin
α	alpha

SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO.....	16
2. OBJETIVOS.....	20
3. MATERIAIS E MÉTODOS.....	21
3.1.DELINEAMENTO EXPERIMENTAL.....	21
3.2.OBTENÇÃO DOS ESPÉCIMES.....	21
3.3.RESISTÊNCIA DE UNIÃO.....	24
3.4.PADRÃO DE FRATURA.....	26
3.5.ANÁLISE ESTATÍSTICA.....	26
4. RESULTADO.....	27
5. DISCUSSÃO.....	29
6. CONCLUSÃO.....	32
REFERÊNCIAS.....	33

1. INTRODUÇÃO

Com o advento da odontologia adesiva, as técnicas e os materiais restauradores estéticos evoluíram significativamente ao longo dos anos, propiciando o uso e a indicação cada vez maior do sistema adesivo aliado à resina composta para a realização de restaurações dentais. A grande variedade de aplicações dos materiais a base de resina é uma vantagem, já que podem ser utilizados em restaurações diretas e indiretas, provisórios, selamento de fóssulas e fissuras, cimentação, obturação, entre outras.¹ Além disso, pesquisas têm focado no desenvolvimento de materiais restauradores com propriedade autoadesiva e com reduzida contração e tensão de polimerização.¹

Contudo, mesmo com os sistemas adesivos contemporâneos assegurando uma adequada união imediata, a estabilidade da adesão ao substrato dentinário ainda permanece como um desafio que afeta a longevidade das restaurações, devido à degradação da interface dentina-restauração que promove a redução da resistência de união.^{2,3} Sendo a degradação da interface adesiva relacionada à permanência de fibrilas colágenas expostas e não hibridizadas e deterioração da resina.^{4,5} Os adesivos devem ser suficientemente hidrófilos para adequada infiltração na dentina que é intrinsicamente úmida, e por outro lado, devem ser relativamente hidrófobos para minimizar a degradação hidrolítica pela plasticização provocada pela sorção de fluidos orais;⁴ além da degradação enzimática, causadas pelas metaloproteinases de matriz e cisteína catepsinas que são ativadas durante a hibridização da dentina em sistemas adesivos convencionais e autocondicionantes.^{5,6}

Desta forma, os adesivos odontológicos têm sofrido constante melhora no que se diz respeito a suas propriedades químicas, físicas, mecânicas e de manipulação, visando garantir um selamento da interface dente-restauração duradouro e efetivo. Recentemente surgiu uma nova classe de sistema adesivo, denominado adesivo universal, sendo este usado de acordo com a preferência do profissional, podendo ser aplicado sobre os substratos dentais com condicionamento ácido prévio (convencional) ou no modo autocondicionante.⁷ Entretanto, a maioria dos estudos *in vitro*⁸⁻¹¹ indica que a estratégia

autocondicionante parece ser a que apresenta melhor efetividade na adesão. Em contrapartida, um estudo clínico randomizado duplo-cego de 3 anos de acompanhamento de lesões cervicais não cariosas restauradas com compósito usando um sistema adesivo universal nas técnicas, convencional e autocondicionante, observou que não houve diferença nas estratégias adesivas avaliadas, mas que houve sinais de degradação quando o adesivo universal foi aplicado no modo autocondicionante.¹² Todavia, o condicionamento seletivo da dentina por um curto período de tempo (3 s) tem sido recomendado para adesivos universais,¹³⁻¹⁵ por melhorar a qualidade da interface de união com aumento da resistência de união imediata e em longo prazo.¹⁴

O condicionamento seletivo da dentina é uma abordagem relativamente nova para melhorar a união resina-dentina por preservar os minerais no colágeno dentinário, uma vez que na estratégia adesiva convencional após o condicionamento da dentina com ácido fosfórico 30-40% por 15 s, os cristais de hidroxiapatita na matriz mineralizada são quase completamente dissolvidos em uma profundidade de 5-8 μm .^{14,16} Com este propósito, Li *et al.* (2016)¹⁶ avaliaram diferentes concentrações de ácido fosfórico (1, 5, 10, 20, 30 e 40%) e verificaram que a concentração de 5% apresentou a maior resistência de união à microtração para um adesivo de condicionamento ácido prévio de 2 passos, por manter os minerais intrafibrilares e propiciar maior eliminação de água da dentina parcialmente desmineralizada, sem se preocupar com o colapso da matriz de colágeno livre de minerais.¹⁶ Desta forma, Takamizawa *et al.* (2016)¹³ avaliaram diferentes tempos (3, 10, e 15 s) de condicionamento ácido para dois adesivos autocondicionantes (1 passo e 2 passos) e dois adesivos universais; os autores observaram uma melhor performance de união imediata para os adesivos universais testados quando o condicionamento com ácido fosfórico 35% foi realizado por um curto período e sem afetar negativamente a adesão mesmo com condicionamento ácido por 15 s quando comparado aos controles (sem aplicação de ácido fosfórico prévio).

Stape *et al.* (2018)¹⁴ relataram que o condicionamento da dentina com ácido fosfórico 32% por 3 s melhorou a profundidade de interação de um adesivo universal, devido à remoção da *smear layer* sem superexposição de colágeno desmineralizado ou reduzir o conteúdo de cálcio disponível na interface de união para adesão química promovida pelo 10-MDP (10-metacriloiloxidecil dihidrogenofosfato).¹⁴ Além disso, a resistência de união permanece

significativamente maior mesmo após o envelhecimento em longo prazo, propiciando menor nanoinfiltração em comparação ao grupo em que a dentina não foi condicionada.¹⁴ Em outro estudo, Stape *et al.* (2021)¹⁵ evidenciam por meio de teste de fadiga que o condicionamento seletivo da dentina por 3 s para um sistema adesivo universal aumenta significativamente o limite de resistência, uma vez que o desempenho de adesão foi abaixo do ideal quando a interface de união foi criada com o uso deste adesivo aplicado no modo autocondicionante. Entretanto, a composição química destes adesivos universais pode apresentar resultados distintos, já que a resistência de união não foi beneficiada pelo condicionamento seletivo da dentina por 3 s quando um sistema adesivo livre de HEMA (2-hidroxietil metacrilato) foi avaliado.¹⁷

Comumente nos adesivos comerciais, o monômero monofuncional HEMA é frequentemente adicionado como um componente essencial.^{18,19} Por seu pequeno tamanho molecular, o HEMA propicia a infiltração dos monômeros resinosos no substrato dentinário com aumento do molhamento da superfície.^{19,20} Além disso, por possuir natureza hidrofílica atua como um cossolvente para outros monômeros hidrófobos e previne a separação de fases dos componentes hidrófobos e hidrófilos dos adesivos simplificados.^{18,19,21,22} Contudo, tem sido relatado que o HEMA favorece a degradação hidrolítica pela formação de um hidrogel instável.²³ Entretanto, a remoção total do HEMA propicia a separação de fase do adesivo e diminui a sua eficácia de união,²⁴ sendo a concentração de 10% benéfica para o desempenho do sistema adesivo.²⁴ Em contrapartida, tem sido reportado que o HEMA apresenta baixo grau de conversão^{19,25} e interfere negativamente na interação química do 10-MDP com a hidroxiapatita,^{19,26} monômero funcional frequentemente encontrado em adesivos autocondicionantes e universais.

Um outro componente comumente encontrado nos sistemas adesivos é o BPA (bisfenol A), este composto orgânico sintético é conhecido como um desregulador endócrino com a capacidade de interferir e mimetizar os hormônios estrogênicos.²⁷ Há algum tempo preocupação sobre a exposição de baixo nível ao BPA e seu possível efeito adverso à saúde, uma vez que tem sido reportado a detecção de BPA na saliva e urina humana após o tratamento com materiais resinosos que contêm Bis-GMA (bisfenol A glicidil metacrilato) e Bis-EMA (bisfenol A etoxilado dimetacrilato).²⁷⁻²⁹ Embora não há evidência conclusiva sobre a quantidade liberada suficiente de BPA e o seu efeito em curto ou longo prazo para

representar um risco à saúde humana, o uso de materiais livres de BPA é uma medida de precaução eficaz para reduzir o risco de exposição e seus possíveis efeitos deletérios,³⁰ muitas vezes requerida por pacientes e/ou profissionais.

Uma vez que há poucos estudos avaliando o efeito do condicionamento seletivo da dentina, principalmente usando sistemas adesivos universais com diferentes composições, tais como sem HEMA e/ou BPA, esta pesquisa poderá propiciar melhor entendimento sobre esta abordagem que visa melhorar a efetividade da união resina-dentina e sua durabilidade em longo prazo quando sistemas adesivos universais são empregados no procedimento restaurador.

2. OBJETIVO

O propósito neste estudo foi avaliar o efeito do condicionamento seletivo da dentina na durabilidade da resistência de união de restaurações em resina composta usando diferentes sistemas adesivos universais, após 24 h de armazenamento em água destilada e ciclagem térmica.

3. MATERIAIS E MÉTODOS

3.1. Delineamento experimental

Unidades experimentais: 48 incisivos bovinos

Fatores em estudo:

Protocolo de aplicação do adesivo universal em em dois níveis

- Autocondicionante;
- Condicionamento seletivo da dentina por 3 s.

Composição do sistema adesivo em três níveis

- Com BPA e HEMA (Single Bond Universal – 3M/ESPE, Sumaré, SP, Brasil);
- Sem BPA (Scotchbond™ Universal Plus – 3M Deutschland GmbH, Neuss, Alemanha);
- Sem BPA e HEMA (Prime&Bond Universal – Dentsply Sirona, Charlotte, NC, EUA).

Período de avaliação em dois níveis:

- 24 h de armazenamento em água destilada;
- Ciclagem térmica (20.000 ciclos térmicos).

Variável de resposta: resistência de união pelo ensaio de microtração.

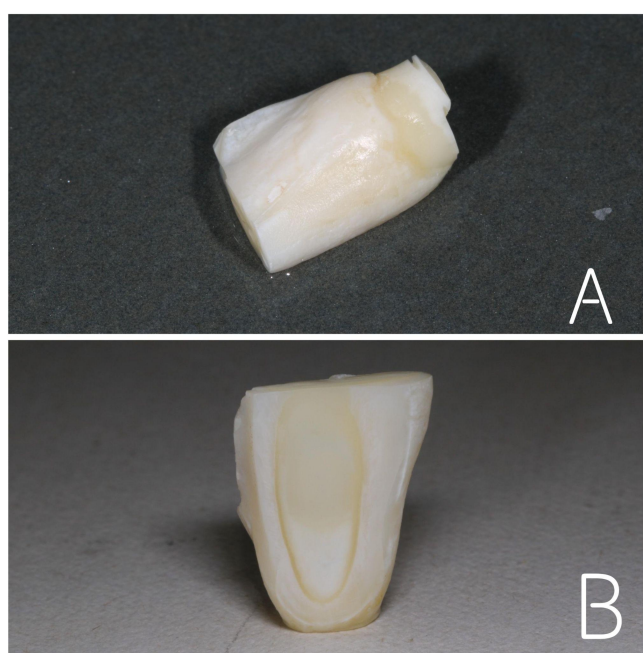
Forma de designação: processo aleatório por meio de sorteio.

3.2. Técnica de preparo dos espécimes

Neste estudo foram selecionados quarenta e oito incisivos bovinos, os quais foram limpos com o auxílio de curetas periodontais e submetidos a profilaxia com escova de Robson e pasta de pedra pomes e água em baixa rotação. Em seguida os dentes foram desinfetados em solução de timol 0,1% durante 7 dias, lavados e mantidos em água destilada à 4°C. A água foi trocada semanalmente e os dentes usados em até 3 meses após a coleta.

Os dentes inicialmente foram avaliados com auxílio de uma lupa para verificação da ausência de trincas e defeitos estruturais, caso seja observada alguma anormalidade o dente foi descartado. Então o terço médio da face vestibular foi desgastada com lixa de carboneto de silício (SiC) com granulação #320 (CarbiMet; Buehler, Lake Bluff, IL, EUA) até obter uma área plana de dentina de profundidade média exposta, de aproximadamente 4 mm no sentido mésio-distal e 5,3 mm no sentido cérvico-incisal, adaptado de Barboza (2019)³¹ e Barboza *et al.* (2021).³² Para padronização da *smear layer* a dentina foi polida por 60 s com lixa de SiC com granulação #320 (CarbiMet; Buehler) (Figura 1).¹⁴

Figura 1 - A) Desgaste do terço médio de dente bovino com lixa de carboneto de silício #320. B) Superfície vestibular do dente após a exposição da dentina.

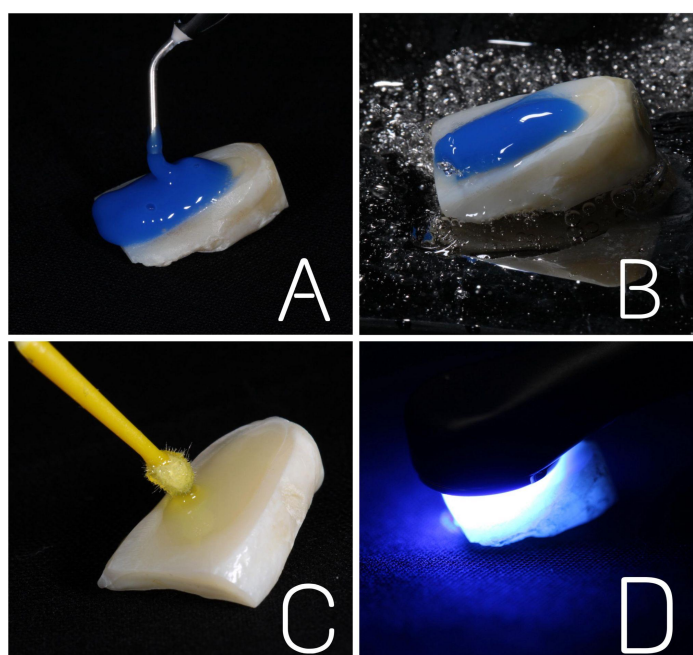


Fonte: elaborado pelo autor (2024)

Os sistemas adesivos universais no modo autocondicionante foram aplicados de forma ativa por 20 s com auxílio de um aplicador descartável (KG Brush Regular; KG Sorensen, Cotia, SP, Brasil), seguida da volatilização por 5 s e fotoativação por 10 s usando um aparelho LED (*light emitting-diode*) de terceira geração (Valo; Ultradent) com irradiância de 1000 mW/cm², constantemente monitorada com um radiômetro (modelo L.E.D. Radiometer; Kerr Corporation, Middleton, WI, EUA). Para aplicação no modo condicionamento seletivo da dentina, foi realizado o

condicionamento com ácido fosfórico 35% (Ultra-Etch; Ultradent, South Jordan, UT, EUA) durante 3 s,¹⁴ lavagem com água destilada usando uma seringa tríplice e secagem sem ressecar a dentina usando papel absorvente. O sistema adesivo foi aplicado como descrito anteriormente (Figura 2).

Figura 2 - A) Aplicação do ácido fosfórico 35% em dentina por 3 s. B) Lavagem abundante com água destilada. C) Aplicação do sistema adesivo por 20 s de forma ativa. D) Fotoativação por 10 s.

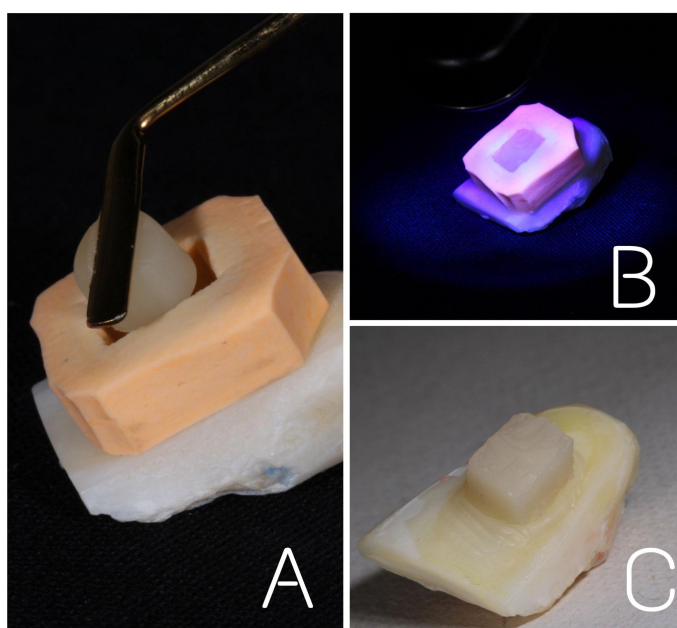


Fonte: elaborado pelo autor (2024)

Após o procedimento adesivo um bloco de resina composta foi confeccionado, utilizando um molde retangular de silicone de adição de 4 x 5 mm e 3 mm de espessura com o compósito livre de BPA Filtek™ Bulk Fill One (cor A2; 3M/ESPE, St. Paul, MN, EUA) em incremento único. A resina composta foi fotoativada durante 20 s com o LED (Valo; Ultradent) (Figura 3). Após 24 h do procedimento restaurador, os espécimes foram fixados com cera pegajosa ao dispositivo da cortadeira de precisão para os cortes seriados da restauração. Quatro cortes no sentido méso-distal foram realizados com um disco diamantado dupla-face (Buehler Inc.) fixado à cortadeira (IsoMet 1000, Buehler Inc.), obtendo-se três fatias da restauração com espessura de aproximadamente 1 mm cada. Depois destes cortes, o dente foi girado 90° e três cortes no sentido cérvico-incisal

foram realizados, obtendo-se duas fatias também de 1 mm de espessura. Ao final, foram obtidos ~6 palitos com área de interface adesiva de aproximadamente 1 mm² (Figura 4). Os palitos foram armazenados em frascos à prova de luz contendo água destilada por 24 h à 37°C, sendo que a resistência de união de metade (~3 palitos) dos palitos foi avaliada após este período.

Figura 3 - A) Confecção do bloco de resina com auxílio da matriz de silicone. B) Fotoativação da resina composta por 40 segundos. C) Aspecto final da restauração.



Fonte: elaborado pelo autor (2024)

A outra metade dos palitos (~3 palitos) foi avaliada após ser submetida à 20.000 ciclos térmicos (OMC300 TSX; Odeme Dental Research, Luzerna, SC, Brasil) em banhos alternados de 5 e 55°C durante 30 s de permanência em cada temperatura e 8 s de tempo de transferência.³³

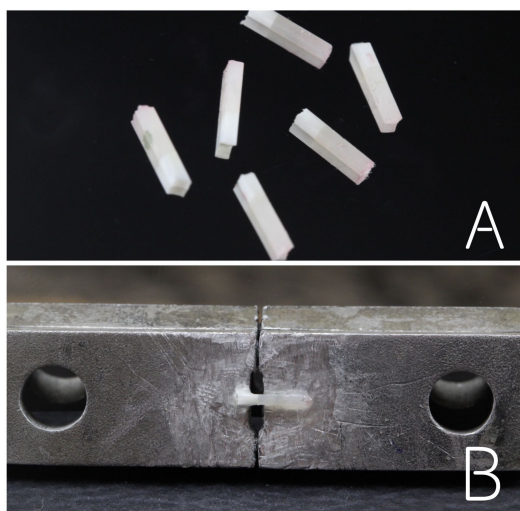
3.3. Resistência da união

Para obtenção da resistência de união ao teste de microtração (n = 8), a espessura da secção transversal da interface dente-restauração foi mensurada com

um paquímetro digital (Mitutoyo Sul Americana, Suzano, SP, Brasil) e a área adesiva (em mm²) foi registrada para o cálculo da resistência da união. Os palitos foram individualmente fixados em um dispositivo especial (Geraldeli) para o ensaio de microtração, adaptado à uma máquina semi-universal de ensaios (OM100; Odeme Dental Research). A fixação do espécime ao aparato foi feita com adesivo à base de cianoacrilato (Super Bonder Gel, Henkel Loctite, Itapevi, SP, Brasil) pelas duas extremidades, posicionando a área de adesão perpendicularmente ao longo eixo da força de tração (Figura 4). O ensaio foi realizado com velocidade constante de 0,7 mm/min com célula de carga de 50 KgF. No momento da fratura, o movimento foi automaticamente interrompido e os valores de resistência de união à microtração em quilogramas-força (Kgf) foram coletados. Posteriormente, esses dados foram transformados em valores de MPa ($\text{KgF} \times 9,8 / \text{área adesiva}$). A unidade experimental considerada foi o dente.

Neste estudo, os palitos obtidos foram envelhecidos para que todos sofram exposição direta e, desta forma, não haja influência de sua exposição direta/indireta ao envelhecimento no valor de resistência de união, conforme evidenciado por um estudo prévio.³⁴ Ao final do ensaio, as porções fraturadas foram armazenadas para que o padrão de fratura da interface seja avaliado. Falhas pré-testes foram registradas com valor zero (0 MPa).

Figura 4 - A) Palitos obtidos após o corte. B) Palito fixado com cianoacrilato em dispositivo especial.



Fonte: elaborado pelo autor (2024)

3.4. Padrão de fratura

Os modos de falha foram classificados como (1) adesiva, (2) coesiva em dentina, (3) coesiva em compósito e (4) mista, usando um microscópio estéreo (Stemi SV 11; Carl Zeiss, Jena, Alemanha).¹³

3.5. Análise estatística

Os valores de resistência de união foram tabulados e inicialmente analisados pelos testes de Shapiro-Wilk e Levene, para verificação da normalidade e homogeneidade dos dados. Então, foram analisados estatisticamente pela Análise de Variância (ANOVA) 3 critérios e teste de Tukey para comparações múltiplas. Para todos os testes o nível de significância usado foi 5% (Assistat 7.7, Campina Grande, PB, Brasil).

4. RESULTADOS

A ANOVA mostrou diferença significativa para os fatores "Protocolo de aplicação do adesivo universal" ($p < 0,0001$) e "Período de avaliação" ($p < 0,0001$), bem como para interação destes dois fatores ($p = 0,0458$). O condicionamento seletivo da dentina mostrou maior resistência de união comparado ao protocolo adesivo autocondicionante, após 24 h de armazenamento em água destilada e envelhecimento por ciclagem térmica; e a termociclagem reduziu a adesão comparada à 24 h (Tabela 1).

Tabela 1 - Média (desvio padrão) da resistência de união (MPa) de acordo com o protocolo de aplicação do adesivo universal e o período de avaliação.

Protocolo adesivo	Período de avaliação		Dados agrupados
	24 h	Termociclado	
AC	17,60 (2,46) bA	11,92 (4,07) bB	14,76 (4,39) b
CSD	20,17 (2,97) aA	17,35 (3,71) aB	18,76 (3,62) a
Dados agrupados	18,99 (2,99) A	14,63 (4,73) B	

*Letras distintas maiúsculas comparam os protocolos de aplicação do adesivo e letras minúsculas distintas comparam os períodos de avaliação, indicando diferença significativa ($p < 0,05$). AC: autocondicionante; CSD: condicionamento seletivo da dentina.

Fonte: elaborado pelo autor (2024)

O fator "Composição do sistema adesivo" ($p = 0,2956$) e as demais interação dos fatores não mostraram diferença significativa ($p > 0,05$). A presença ou não de BPA e/ou HEMA na composição dos adesivos não afetou os valores de resistência de união dos diferentes sistemas adesivos universais (Tabela 2).

Tabela 2 - Média (desvio padrão) da resistência de união (MPa) de acordo com a composição do sistema adesivo.

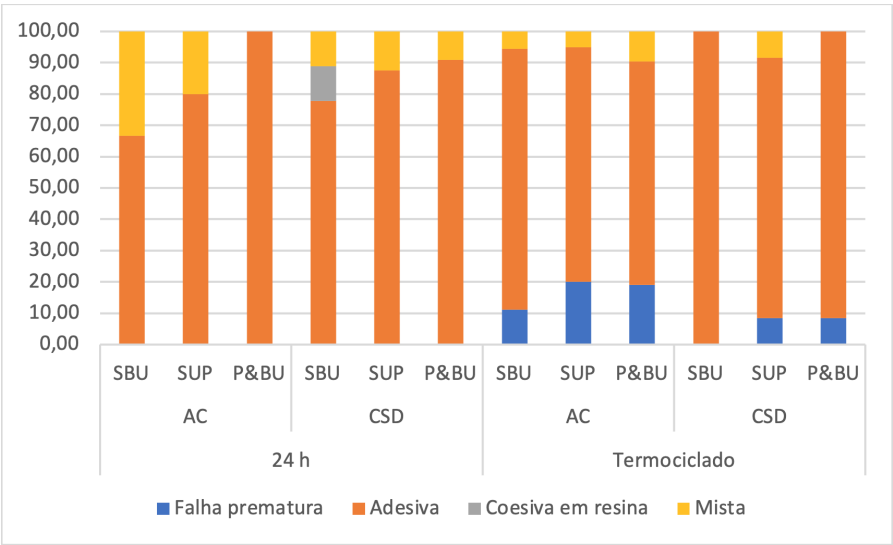
Adesivo	Resistência de união
SBU	17,50 (4,41) a
SUP	16,61 (4,85) a
P&BU	16,17 (4,19) a

*Letras minúsculas similares comparando os adesivos indicam semelhança estatística (p = 0,2956). SBU: Single Bond Universal; SUP: Scotchbond Universal Plus; P&BU: Prime & Bond Universal.

Fonte: elaborado pelo autor (2024)

Com relação ao padrão fratura, a falha adesiva foi a mais frequente, seguida pela falha mista, mas menos observada. Não houve falha coesiva na dentina e ocorreu apenas uma falha coesiva na resina composta. Após 24 h de armazenamento em água destilada, nenhum grupo apresentou falha pré-teste. Entretanto, após o envelhecimento por termociclagem, doze palitos apresentaram falha prematura, sendo que dez ocorreram quando os adesivos universais foram aplicados no modo autocondicionante (Gráfico 1).

Gráfico 1 - Padrão de fratura (%) de acordo com o protocolo de aplicação do adesivo universal, a composição do sistema adesivo e o período de avaliação.



SBU: Single Bond Universal; SUP: Scotchbond Universal Plus; P&BU: Prime & Bond Universal; AC: autocondicionante; CSD: condicionamento seletivo da dentina.

Fonte: elaborado pelo autor (2024)

5. DISCUSSÃO

No presente estudo, foram testados três sistemas adesivos universais com diferentes composições, aplicados no modo autocondicionante ou com o condicionamento ácido seletivo da dentina, após 24 h e envelhecimento por meio da ciclagem térmica com o objetivo de avaliar a durabilidade da interface adesiva de restaurações em resina composta. Obteve-se como resultado neste estudo, um efeito positivo no aumento nos valores de resistência de união com o condicionamento seletivo da dentina, uma vez que a aplicação do ácido fosfórico 35% por 3 segundos propicia a remoção da *smear layer* sem superexposição de colágeno desmineralizado, além de não reduzir significativamente o conteúdo de cálcio presente na interface resina-dentina para adesão química promovida pelo monômero funcional 10-MDP.¹⁴

Os sistemas adesivos universais avaliados foram selecionados pelas particularidades em suas composições, uma vez que, a presença ou ausência de HEMA e BPA poderiam apresentar comportamentos distintos dependendo do protocolo adesivo usado. No entanto, tais particularidades não tiveram impacto significativo no resultado deste estudo. Portanto, pode se dizer que a presença ou ausência de HEMA e BPA nos adesivos universais testados não foi um fator predominante que afetou a resistência de união à dentina quando as abordagens adesivas, autocondicionante e condicionamento seletivo da dentina, foram avaliadas. Por este fato e pela falta de evidências conclusivas acerca dos riscos à saúde humana em relação ao BPA contido em materiais resinosos de uso odontológico, o uso de resina composta (Filtek™ One Bulk Fill) e sistema adesivo livres de BPA (Scotchbond™ Universal Plus; Prime&Bond Universal) poderiam ser uma saída eficaz para a precaução dos possíveis efeitos deletérios.³⁰ Além disso, é reportado um efeito negativo do HEMA, uma vez que o mesmo pode interferir negativamente na adesão química promovida pelo 10-MDP e a hidroxiapatita,^{19,26} mas que não afetou os valores de resistência de união dos adesivos universais com HEMA testados nesta investigação (Single Bond Universal e Scotchbond™ Universal Plus).

Como resultado do estudo, obteve-se maior resistência e longevidade da adesão das restaurações em grupos nos quais o condicionamento ácido da dentina foi realizado. O condicionamento seletivo por 3 s se mostrou mais eficaz em comparação aos adesivos aplicados em modo autocondicionante, corroborando com estudos realizados anteriormente.^{14,15} No entanto, Hardan *et al.* (2022)¹⁷ não

observaram melhoria na resistência de união do adesivo universal livre de HEMA (Prime&Bond Universal), contrariamente ao resultado obtido neste estudo. Tal divergência, poderia ser explicada possivelmente pela diferença na granulação da lixa usada para padronização da *smear layer*. Os autores utilizaram lixa de granulação #600, enquanto que no presente estudo, foi utilizada a lixa de granulação #320, pois o desgaste promovido por esta se assemelha mais ao tipo de desgaste promovido na estrutura dentária por pontas diamantadas após o preparo cavitário, criando uma *smear layer* mais relevante clinicamente.^{14,15} Todavia, é recomendado que um condicionamento ácido menos agressivo seja realizado, reduzindo-se o tempo de aplicação do ácido fosfórico, pois sua aplicação de 3 s evitará que haja a superexposição de fibrilas colágenas desmineralizadas, mas permite a remoção da *smear layer*, melhorando a interação do adesivo universal e sem reduzir o conteúdo de cálcio disponível da dentina condicionada para adesão química promovida pelo 10-MDP.^{14,15}

De acordo com um estudo prévio,³⁵ o envelhecimento promovido pelos 20.000 ciclos térmicos usados neste estudo, equivaleria há aproximadamente 2 anos em condições clínicas intrabucais. Após o envelhecimento dos palitos, observou-se uma redução na resistência de união, tanto nos grupos com condicionamento seletivo da dentina, quanto nos grupos em que os adesivos universais foram aplicados no modo autocondicionante, sendo observada com maior relevância nos grupos que seguiram a abordagem autocondicionante. Estudos prévios revelaram que a camada híbrida criada pelos sistemas adesivos simplificados são instáveis em ambientes aquosos, devido aos fenômenos de degradação hidrolítica e ao desaparecimento das fibrilas colágenas que ocorre com o passar do tempo.^{6,14} Estas fibrilas, ainda podem ser degradadas pelas MMPs (metaloproteinases) ligadas à matriz orgânica da dentina, caso estas não estejam protegidas por monômeros adesivos dentro da camada híbrida.⁵ Além disso, as tensões cíclicas de expansão e contração promovidas pela termociclagem, enfraquecem a interface resina-dentina por conta da troca de água, levando à eluição dos monômeros não polimerizados.¹⁴ Apesar do HEMA estar relacionado à maior propensão à degradação hidrolítica,²³ os adesivos universais testados contendo este monômero tiveram o mesmo comportamento do adesivo sem HEMA (Prime&Bond Universal).

A falha adesiva foi o padrão de fratura predominantemente observado para todos os grupos experimentais, sendo que ocorreu em 100% dos palitos do grupo em

que o adesivo universal sem HEMA e BPA (Prime&Bond Universal) foi usado, tanto após 24 h e quanto após a ciclagem térmica. A falha mista foi o segundo padrão de fratura mais frequente, mas muito menos observado. Não houve falha coesiva na dentina e apenas uma falha coesiva na resina composta para o adesivo universal com HEMA e BPA (Single Bond Universal), condicionado por 3 s após 24 h. Nenhum grupo apresentou falha pré-teste após 24 h de armazenamento em água destilada. Entretanto, após os 20.000 ciclos térmicos, doze palitos apresentaram falha prematura, sendo que dez ocorreram em grupos em que os adesivos universais foram aplicados no modo autocondicionante. Apenas duas falhas pré-teste ocorreram em grupos em que foi realizado o condicionamento seletivo da dentina, possivelmente pela melhor interação dos sistemas adesivos universais com a dentina condicionada com ácido fosfórico por 3 s.¹⁴

É importante salientar as limitações deste estudo, uma vez que, trata-se de um estudo laboratorial. Portanto, é necessário que no desenvolvimento de trabalhos futuros, estudos clínicos randomizados sejam abordados, para maior clareza de informações, embora existam evidências de que tais dados obtidos em estudos laboratoriais se relacionam de certa forma com o resultado clínico, é questionável se o conhecimento acerca dos mecanismos de união obtidos em laboratório possa ser utilizado para justificar o desempenho clínico da união dentina-resina.²

6. **CONCLUSÃO**

Pode-se concluir que o condicionamento seletivo da dentina foi efetivo para aumentar e manter a resistência de união das restaurações adesivas, a qual não foi afetada pela composição do adesivo universal, mas a ciclagem térmica reduziu a adesão.

REFERÊNCIAS

1. FERRACANE JL. Resin composite – state of the art. *Dent Mater.* 2011;27(1):29-38. doi: 10.1016/j.dental.2010.10.020
2. CARVALHO RM, MANSO AP, GERALDELI S, TAY FR, PASHLEY DH. Durability of bonds and clinical success of adhesive restorations. *Dent Mater.* 2012;28(1):72-86. doi: 10.1016/j.dental.2011.09.01
3. STAPE THS, MUTLUAY MM, TJÄDERHANE L, UURASJÄRVI E, KOISTINEN A, TEZVERGIL-MUTLUAY A. The pursuit of resin-dentin bond durability: Simultaneous enhancement of collagen structure and polymer network formation in hybrid layers. *Dent Mater.* 2021;37(7):1083-1095. doi: 10.1016/j.dental.2021.03.010
4. HASHIMOTO M, OHNO H, KAGA M, ENDO K, SANO H, OGUCHI H. Resin-tooth adhesive interfaces after long-term function. *Am J Dent.* 2001;14(4):211-5.
5. MAZZONI A, TJÄDERHANE L, CHECCHI V, DI LENARDA R, SALO T, TAY FR, PASHLEY DH, BRESCHI L. Role of dentin MMPs in caries progression and bond stability. *J Dent Res.* 2015;94(2):241-51. doi: 10.1177/0022034514562833
6. PASHLEY DH, TAY FR, YIU C, HASHIMOTO M, BRESCHI L, CARVALHO RM, ITO S. Collagen degradation by host-derived enzymes during aging. *J Dent Res.* 2004;83(3):216-21. doi: 10.1177/154405910408300306
7. VAN MEERBEEK B, YOSHIHARA K, VAN LANDUYT K, YOSHIDA Y, PEUMANS M. From Buonocore's Pioneering Acid-Etch Technique to Self-Adhering Restoratives. A Status Perspective of Rapidly Advancing Dental Adhesive Technology. *J Adhes Dent.* 2020;22(1):7-34. doi: 10.3290/j.jad.a43994
8. ROSA WL, PIVA E, SILVA AF. Bond strength of universal adhesives: A systematic review and meta-analysis. *J Dent.* 2015;43(7):765-76. doi: 10.1016/j.jdent.2015.04.003
9. CARDOSO GC, NAKANISHI L, ISOLAN CP, JARDIM PDS, MORAES RR. Bond stability of universal adhesives applied to dentin using etch-and-rinse or self-etch strategies. *Braz Dent J.* 2019;30(5):467-475. doi: 10.1590/0103-6440201902578
10. Giacomini MC, Scaffa PMC, Gonçalves RS, Zabeu GS, Vidal CMP, Carrilho MRO, Honório HM, Wang L. Profile of a 10-MDP-based universal adhesive system associated with chlorhexidine: Dentin bond strength and in situ zymography performance. *J Mech Behav Biomed Mater.* 2020;110:103925. doi: 10.1016/j.jmbbm.2020.103925

11. FOLLAKE AC, MIOTTI LL, LENZI TL, ROCHA RO, SOARES FZM. Self-etch approach of universal adhesives as an alternative to minimize bond degradation on sound dentin vs caries-affected dentin over time. *J Adhes Dent*. 2021;23(3):243-252. doi: 10.3290/j.jad.b1367889
12. LOGUERCIO AD, DE PAULA EA, HASS V, LUQUE-MARTINEZ I, REIS A, PERDIGÃO J. A new universal simplified adhesive: 36-Month randomized double-blind clinical trial. *J Dent*. 2015;43(9):1083-1092. doi: 10.1016/j.jdent.2015.07.005
13. TAKAMIZAWA T, BARKMEIER WW, TSUJIMOTO A, SUZUKI T, SCHEIDEL DD, ERICKSON RL, LATTI MA, MIYAZAKI M. Influence of different pre-etching times on fatigue strength of self-etch adhesives to dentin. *Eur J Oral Sci*. 2016;124(2):210-8. doi: 10.1111/eos.12253
14. STAPE THS, WIK P, MUTLUAY MM, AL-ANI AAS, TEZVERGIL-MUTLUAY A. Selective dentin etching: A potential method to improve bonding effectiveness of universal adhesives. *J Mech Behav Biomed Mater*. 2018;86:14-22. doi: 10.1016/j.jmbbm.2018.06.015
15. STAPE THS, VIITA-AHO T, SEZINANDO A, WIK P, MUTLUAY M, TEZVERGIL-MUTLUAY A. To etch or not to etch, Part I: On the fatigue strength and dentin bonding performance of universal adhesives. *Dent Mater*. 2021;37(6):949-960. doi: 10.1016/j.dental.2021.02.016
16. LI B, ZHU X, MA L, WANG F, LIU X, YANG X, ZHOU J, TAN J, PASHLEY DH, TAY FR. Selective demineralisation of dentine extrafibrillar minerals-A potential method to eliminate water-wet bonding in the etch-and-rinse technique. *J Dent*. 2016;52:55-62. doi: 10.1016/j.jdent.2016.07.008
17. HARDAN L, ORSINI G, BOURGI R, CUEVAS-SUÁREZ CE, NICASTRO M, LAZARESCU F, FILTCHEV D, CORNEJO-RÍOS E, ZAMARRIPA-CALDERÓN JE, SOKOLOWSKI K, LUKOMSKA-SZYMANSKA M. Effect of active bonding application after selective dentin etching on the immediate and long-term bond strength of two universal adhesives to dentin. *Polymers (Basel)*. 2022;14(6):1129. doi:10.3390/polym14061129
18. FELIZARDO KR, LEMOS LV, DE CARVALHO RV, GONINI JUNIOR A, LOPES MB, MOURA SK. Bond strength of HEMA-containing versus HEMA-free self-etch adhesive systems to dentin. *Braz Dent J*. 2011;22(6):468-72. doi: 10.1590/s0103-64402011000600005
19. AHMED MH, YOSHIHARA K, YAO C, OKAZAKI Y, VAN LANDUYT K, PEUMANS M, VAN MEERBEEK B. Multiparameter evaluation of acrylamide HEMA alternative monomers in 2-step adhesives. *Dent Mater*. 2021;37(1):30-47. doi: 10.1016/j.dental.2020.10.002
20. NAKABAYASHI N, TAKARADA K. Effect of HEMA on bonding to dentin. *Dent Mater*. 1992;8(2):125-30. doi: 10.1016/0109-5641(92)90067-m

21. SPENCER P, WANG Y. Adhesive phase separation at the dentin interface under wet bonding conditions. *J Biomed Mater Res.* 2002;62(3):447-56. doi: 10.1002/jbm.10364
22. VAN LANDUYT KL, DE MUNCK J, SNAUWAERT J, COUTINHO E, POITEVIN A, YOSHIDA Y, INOUE S, PEUMANS M, SUZUKI K, LAMBRECHTS P, VAN MEERBEEK B. Monomer-solvent phase separation in one-step self-etch adhesives. *J Dent Res.* 2005;84(2):183-8. doi: 10.1177/154405910508400214
23. YIU CK, PASHLEY EL, HIRAISHI N, KING NM, GORACCI C, FERRARI M, CARVALHO RM, PASHLEY DH, TAY FR. Solvent and water retention in dental adhesive blends after evaporation. *Biomaterials.* 2005;26(34):6863-72. doi: 10.1016/j.biomaterials.2005.05.011
24. VAN MEERBEEK B, VAN LANDUYT K, DE MUNCK J, HASHIMOTO M, PEUMANS M, LAMBRECHTS P, YOSHIDA Y, INOUE S, SUZUKI K. Technique-sensitivity of contemporary adhesives. *Dent Mater J.* 2005;24(1):1-13. doi: 10.4012/dmj.24.1
25. VAN LANDUYT KL, SNAUWAERT J, PEUMANS M, DE MUNCK J, LAMBRECHTS P, VAN MEERBEEK B. The role of HEMA in one-step self-etch adhesives. *Dent Mater.* 2008;24(10):1412-9. doi: 10.1016/j.dental.2008.02.018
26. YOSHIDA Y, YOSHIHARA K, HAYAKAWA S, NAGAOKA N, OKIHARA T, MATSUMOTO T, MINAGI S, OSAKA A, VAN LANDUYT K, VAN MEERBEEK B. HEMA inhibits interfacial nano-layering of the functional monomer MDP. *J Dent Res.* 2012;91(11):1060-5. doi: 10.1177/0022034512460396
27. BERGE TLL, LYGRE GB, LIE SA, LINDH CH, BJÖRKMAN L. Bisphenol A in human saliva and urine before and after treatment with dental polymer-based restorative materials. *Eur J Oral Sci.* 2019;127(5):435-444. doi: 10.1111/eos.12647
28. BECHER R, WELLENDORF H, SAKHI AK, SAMUELSEN JT, THOMSEN C, BØLLING AK, KOPPERUD HM. Presence and leaching of bisphenol a (BPA) from dental materials. *Acta Biomater Odontol Scand.* 2018;4(1):56-62. doi: 10.1080/23337931.2018.1476869
29. BAGLEY BD, SMITH JN, TEEGUARDEN JG. Risk assessment of predicted serum concentrations of bisphenol A in children and adults following treatment with dental composite restoratives, dental sealants, or orthodontic adhesives using physiologically based pharmacokinetic modeling. *Regul Toxicol Pharmacol.* 2021;120:104839. doi: 10.1016/j.yrtph.2020.104839
30. ZHANG X, MA X, LIAO M, LIU F, WEI Q, SHI Z, MAI S, HE J. Properties of Bis-GMA free bulkfilled resin composite based on high refractive index monomer Bis-EFMA. *J Mech Behav Biomed Mater.* 2022;134:105372. doi: 10.1016/j.jmbbm.2022.105372

31. BARBOZA ACS. Clareamento dentário com LED violeta: efeitos na alteração cromática, resistência de união, nanodureza da camada híbrida e resistência do colágeno. Dissertação (Mestrado em Odontologia - área de concentração em Dentística) - Faculdade de Odontologia de Araçatuba, Universidade Estadual Paulista "Júlio de Mesquita Filho", p. 86. 2019.
32. BARBOZA ACS, DOS SANTOS PH, DO VALE LR, DE OLIVEIRA GALLINARI M, ASSMANN A, VIDAL CMP, FAGUNDES TC, BRISO ALF. Dental bleaching with violet LED: Effects on dentin color change, resin-dentin bond strength, hybrid layer nanohardness and dentinal collagen biostability. *Photodiagnosis Photodyn Ther.* 2021;33:102141. doi: 10.1016/j.pdpdt.2020.102141
33. KAWAZU M, TAKAMIZAWA T, HIROKANE E, TSUJIMOTO A, TAMURA T, BARKMEIER WW, LATTA MA, MIYAZAKI M. Comparison of dentin bond durability of a universal adhesive and two etch-and-rinse adhesive systems. *Clin Oral Investig.* 2020;24(8):2889-2897. doi: 10.1007/s00784-019-03153-y
34. TOLEDANO M, OSORIO R, OSORIO E, AGUILERA FS, YAMAUTI M, PASHLEY DH, TAY F. Durability of resin-dentin bonds: effects of direct/indirect exposure and storage media. *Dent Mater.* 2007;23(7):885-92. doi: 10.1016/j.dental.2006.06.030
35. GALE MS, DARVELL BW. Thermal cycling procedures for laboratory testing of dental restorations. *J Dent.* 1999 Feb;27(2):89-99. doi: 10.1016/s0300-5712(98)00037-2.