# LUCIANA KATTY FIGUEIREDO SANCHES

Estudo da distribuição de tensões e da resistência à tração de interfaces adesivas dentina-resina de duas formas de espécimes submetidos a diferentes protocolos de envelhecimento acelerado

> São Paulo 2011

# LUCIANA KATTY FIGUEIREDO SANCHES

Estudo da distribuição de tensões e da resistência à tração de interfaces adesivas dentina-resina de duas formas de espécimes submetidos a diferentes protocolos de envelhecimento acelerado

Versão Corrigida

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

Área de Concentração: Materiais Dentários.

Orientador: Prof. Dr. Leonardo Eloy Rodrigues-Filho.

São Paulo 2011 Sanches LKF. Estudo da distribuição de tensões e da resistência à tração de interfaces adesivas dentina-resina de duas formas de espécimes submetidos a diferentes protocolos de envelhecimento acelerado. Dissertação apresentada à Faculdade de Odontologia da Universidade de São Paulo para obtenção do título de Mestre em Ciências Odontológicas.

Aprovado em: / /2011

## Banca Examinadora

Prof(a). Dr(a).Leonardo Eloy Rodrigues-	Filho
Instituição: Faculdade de Odontologia d	a USP.
Julgamento:	_Assinatura:

Prof(a). Dr(a)		
Instituição:		
Julgamento:	Assinatura:	
Prof(a). Dr(a)	Instituição:	
Julgamento:	Assinatura:	

## DEDICATÓRIA

Dedico este trabalho,

... a **Deus** que me fez sonhar este sonho, que me capacitou a seguir em frente quando as lutas foram grandes, que jamais me tirou do acalanto de seu colo em todos os momentos...

...a minha mãe Maria Helena, por me encorajar sempre. "Mami": foi pelo teu esforço que cheguei até aqui, foi no teu ombro que chorei como criança e ouvi palavras de consolo. Foi também com você que aprendi a importância do estudo...

...a meu **noivo Daniel** por me suportar nos momentos de tribulação, por sempre acreditar em mim e fazer dos meus sonhos projetos seus também... por me ouvir treinar mais de 20 vezes minhas apresentações da quali e da defesa.....

... a **minha Avó Maria** por me esperar até tarde da noite quando eu cansada chegava da USP.....sei que é seu jeitinho de dizer que me ama e apoia...

...as Dras. Maísa, Vivi, Nani e Elaine.....minhas amigas e incentivadoras com quem contei com todo amor.....Não poderia também esquecer minha escritora preferida a Lele, que esteve nos primeiros momentos desta caminhada.... a Rafaela (piluca) pelos abraços quentinhos nos dias em que eu estava chateada....

ao meu amigo e irmão **Rafael Traldi Moura**, que esteve comigo neste período com toda sua amizade e carinho, me ajudando também com seus conhecimentos de Elementos Finitos.....até nos domingos..... e também ao meu mais novo amigo **Leonardo Mazzariol** com quem também aprendi bastante sobre Elementos Finitos....Não tenho palavras para agradecê-los.....

....a minha segunda família, meu meio pai Luiz; meu sogro Valdir, minha sogra Eliana, minha cunhada Mariana e meu cunhado Gijo, por me ajudarem sempre que precisei....e foram muitas vezes.....

...a meus amigos e familiares que sempre me deram toda estrutura e carinho necessários para eu jamais desistir!

#### AGRADECIMENTOS

Agradeço ao departamento de Materiais Dentários da FOUSP, onde tenho percorrido uma longa trajetória de aprendizagem, desde 2002 quando fui recebida como aluna de iniciação científica.

Agradeço ao meu orientador Prof. Leonardo Eloy Rodrigues-Filho com quem estabeleci mais que uma relação de aluna-professor, mas também de amiga. Léo: obrigada por cerca de 8 anos de constante convívio e troca de conhecimentos e experiências!

Agradeço a Dra. **Edméa Lodovici**, meu exemplo de competência e dedicação. Méa: você foi uma grande inspiração em toda minha carreira acadêmica e mais, um grande exemplo de mulher batalhadora! Obrigada por estar ao meu lado todos estes anos sempre de braços abertos!

Agradeço ao Prof. **Antônio Muench** pelo carinho e atenção, e pela sua sábia ajuda estatística!

Agradeço a Profa. **Rosa Helena Miranda Grande** por ter sempre se disposto a me ajudar para o que fosse necessário, sendo você Profa. que me cedeu os materiais que deram início a este estudo.

Agradeço ao Prof. **Roberto Ruggiero Braga**, umas das pessoas que me deu a carta de indicação quando resolvi prestar o mestrado, e que sempre se colocou a disposição em compartilhar seu conhecimento e habilidade científica.

Agradeço também a Profa. **Josete Meira**, que me desde a minha graduação esteve comigo, e que por alguns meses me abriu as portas de sua casa... as gatinhas Nini e Sophia sempre serão lembradas!

Agradeço ao Prof. Victor Elias Arana Chaves, que gentilmente me apresentou e ajudou no mundo da Microscopia Eletrônica de Varredura.

Agradeço ao Prof. **Rafael Yague Ballester**, que esteve presente nos meus primeiros passos acadêmicos quando eu ainda era uma aluna de iniciação científica. Nunca me esquecerei das suas palavras dizendo para minha mãe: "Sua filha só fez amizade comigo para ter com quem brigar a altura".....se referindo ao quente sangue espanhol que também tenho....

Agradeço ainda aos Profs .: Igor Studart Medeiros; Fernando Neves Nogueira; Paulo Francisco César; Walter Gomes Miranda Júnior; Paulo Eduardo Capel Cardoso; Carlos Eduardo Francci; José Nicolau; José Fortunato. Obrigada pela disponibilidade em ajudar, em ensinar com a dedicação de verdadeiros mestres!

Agradeço a **Rosa Cristina Nogueira**, a Rosinha, por todo seu apoio, sua competência, e mais, pelo seu amor pelas suas "crianças".....Sempre falo para você Rosinha o que seria de nós na sua ausência.....certamente a vida aqui seria muito mais difícil....

Agradeço de todo meu coração a **Antônio Carlos Lascala**, por sua paciência em ajudar, em ensinar e até em criar dispositivos mirabolantes só para fazer a nossa vida mais fácil......Desculpa os anos de barulho de cicladora na sua orelha!!!

Agradeço a **Elidamar Guimarães,** querida Eli, que nos faz rir com suas piadas, e seu jeito espontâneo.....que nos dá sempre uma palavra de carinho e muitos e muitos beijos!!!!

Agradeço a amiga e companheira andreense Letícia C. C. Boaro, pelos 10 anos de convívio......são tantas as histórias que precisaria de uma tese só

para contar....os dinâmicas, as longas conversas de apoio e incentivo.....sem falar na grande ajuda neste trabalho! Você é uma grande pessoa e uma grande pesquisadora.....um exemplo para mim!!!

Agradeço a minha amiga **Tathy Ap. Xavier** por tantos anos de carinho e amizade verdadeira.....minha companheira no departamento de madrugada desde a Iniciação....Se eu tivesse que te descrever em uma palavra seria: Batalhadora!

Agradeço a **Flávia Gonçalves**, minha amiga mais quetinha, mas que sempre demonstrou muito carinho por mim....quantas conversas nas caronas que você me dava desde a graduação.....

Agradeço a amiga **Ecinele Rosa**, que foi quem me apresentou a este departamento em 2002.....A Cissa, minha amiga de aventuras!!!

Agradeço a amiga **Helena Burlamaqui**, minha amiga de Belém que me apresentou a melhor farofa que eu já comi na vida.....por me ajudar e ensinar com suas lindas apresentações em aulas.....você é uma grande mulher!

As lindas maquiagens da amiga **Marina Di Francescantonio** de Piracicaba....as nossas cantorias no seu carro na viagem de Búzios....meu mais sincero carinho e agradecimento!

Ao amigo Vinícus Gajewski, pelo companheirismo.....quantas quartas feiras de rodízio.....paciência por tentar ganhar o ursinho no Shopping de Osasco comigo....

Agradeço ainda aos colegas do departamento de Materiais com quem compartilhei não só momentos acadêmicos, mas divertidas viagens....Escolher a casa de Búzios com o Fernando Maeda; segurar a Luana Campos no tel com o Plínio; ver as mais lindas fotos das viagens com o Emerson Martins; comer no Ceagesp com a Karen Fukushima; tentar desvendar um temporizador com a Lilyan Yamasaki ; dar voltas em círculos com carro do Maurício Gomes; ouvir as piadas em espanhol do Eugênio Garcia; o jeito companheiro do amigo André De Vito; brincar com os Sgurinhas, filhos do querido amigo Ricardo Sgura; aprender sobre o mercado de negócios com a Luciana Silva; comer cachorro quente na baguete e saber tudo das havaianas com a Bruna Rozzetti; ganhar presentes do meu amigo secreto Lucas Pabis; sair de baladinha no congresso com a Márcia e o Vinicius Rosa; ouvir o Maicon Dutra lembrar do meu terninho cor de rosa da Reunião de Pesquisa; dividir o quarto com a Carol Miasaki; a Nívea Froes a gravidinha do ano com a Catarina; as historinhas mais doidas com a Maria Silvia Marques (Silvinha) para quem eu tiraria o chapéu e o motivo não da para contar aqui mas ela bem sabe..risos...Quantas lembranças boas!!! "As palavras dos sábios são como aguilhões, e como pregos bem fixados pelos mestres das congregações, que nos foram dadas pelo único Pastor. E, demais disto, filho meu, atenta: não há limite para fazer livros, e o muito estudar enfado é da carne."

Eclesiastes 12: 11 e 12. Bíblia Sagrada

#### RESUMO

Sanches LKF. Estudo da distribuição de tensões e da resistência à tração de interfaces adesivas dentina-resina de duas formas de espécimes submetidos a diferentes protocolos de envelhecimento acelerado [dissertação]. São Paulo: Universidade de São Paulo, Faculdade de Odontologia; 2011.

O acelerado e freqüente desenvolvimento de novos materiais e técnicas restauradoras tornam necessárias avaliações rápidas que estimem seus desempenhos clínicos. Este estudo avaliou protocolos de envelhecimento acelerado, in vitro, capazes de simular o desempenho de restaurações adesivas frente aos desafios inerentes ao ambiente oral. Foram utilizados 36 molares hígidos, cortados ao meio e divididos aleatoriamente em 12 grupos. Em todos os grupos foi realizada a exposição da superfície dentinária, delimitação da área de adesão e condicionamento ácido da superfície, seguida a aplicação do Sistema Adesivo Scotchbond Multiuso, e colocação da resina composta Z100, em incrementos. Foram confeccionados 6 grupos em formato de palito e 6 grupos em formato de haltere: dois grupos não foram submetidos à ciclagem térmica e mecânica (STSM-P e STSM-H); outros dois foram submetidos à ciclagem térmica (1.000 ciclos; 5-55°C; 1min em cada banho) e não a mecânica (CTSM-P e CTSM-H); dois ainda foram submetidos à ciclagem mecânica com dispositivo Nova Ética e não a térmica (STNE-P e STNE-H); dois foram submetido à ciclagem mecânica com dispositivo Nova Ética (500.000 ciclos), acrescido de ciclagem térmica (CTNE-P e CTNE-H); outros dois por fim, foram submetidos à ciclagem mecânica por Microrotação (10<sup>5</sup> ciclos, aproximadamente por 7 horas), e não a térmica (STMR-P e STMR-H); por fim os dois últimos grupos foram submetido à ciclagem mecânica por Microrotação acrescido de ciclagem térmica (CTMR-P e CTMR-H). Todos os grupos foram preparados para teste de microtração. Com as medidas de resistência de união dos palitos e halteres de cada dente foi realizada análise de variância e teste de Tukey. A interação tripla Formato -FORM- (Palito ou haltere) X Ciclagem Térmica- T- (Com e Sem) X Ciclagem Mecânica-M- (Nova Ética e Microrotação) não foi significante (p=0,698), bem como a interação 2 a 2 dos mesmos fatores: FORMxT (p=0,391); TxM (p=0,477); FORM x M (p=0,746). O fator Formato do espécime (Palito ou Haltere) teve diferença extremamente significante (p=0,000), sendo que os valores dos halteres foram maiores que os dos palitos. O fator Ciclagem Térmica (Com e Sem) não foi estatisticamente significante (p=0,2), bem como o fator Ciclagem Mecânica (Nova Ética e Microrotação) (p=0,587). Pode-se concluir que: a ciclagem térmica, bem como as ciclagens mecânicas sistema Nova Ética e Microrotação não foram capazes de reduzir significativamente os valores de resistência de união das interfaces adesivas, nem quando aplicadas isoladamente, nem quando associadas; os espécimes com formato de palito apresentaram valores de resistência de união menores do que os em formato de haltere; não foi possível estabelecer nenhum padrão de degradação entre os grupos através da microscopia eletrônica de varredura; os elementos finitos identificaram uma distribuição mais homogênea das tensões geradas na interface dos espécimes em formato de haltere.

Palavras-chave: Adesão, Resistência de união, Ciclagem térmica, Ciclagem mecânica.

#### ABSTRACT

Sanches LKF. Study of stress distribution and tensile bond strength of dentin-resin adhesive interfaces of two types of specimens submitted to different protocols of accelerated aging [dissertation]. São Paulo: Universidade de São Paulo, Faculdade de Odontologia; 2011.

The rapid and frequent development of new materials and restorative techniques necessitate rapid assessments to estimate their clinical outcomes. This study sought to evaluate protocols for accelerated aging, in vitro, capable of simulating the performance of adhesive restorations with challenges inherent to the oral environment. The study included 36 molars that were randomly divided into 12 groups. In all groups were exposed dentin surface, defining the area of adhesion and etching the surface, then the application of Scotchbond Multipurpose Adhesive System, and placement of composite resin Z100, in increments. Six groups were fabricated in the shape of sticks and six other groups in dumbbell shape: the first was not subjected to thermal cycling and mechanical (STSM-P and STSM-H), the second was subjected to thermal cycling (10,000 cycles, 5-55 ° C) and not the mechanics (CTSM-P and CTSM-H); the third was subjected to mechanical cycling device with new Ethics (500,000 cycles) and not thermal (STNE-P and STNE-H); the fourth was subjected to mechanical cycling device with new Ethics, plus thermal cycling (CTNE-P and CTNE-H); the fifth was submitted the mechanical cycling device for Microrotation (10<sup>5</sup> cycles), but not thermal (STMR-P and STMR-H) and finally the sixth was subjected to mechanical cycling device for Microrotation plus thermal cycling (CTMR-P and CTMR-H). All groups were prepared for microtensile bondstrength test. With the measures of bond strength of each tooth was performed statistical analysis (ANOVA and Tukey test). Random samples of specimens were evaluated by SEM. The triple interaction format (stick or dumbbell-shaped) X Thermal cycling (with and without) X Cycling Mechanics (New Ethics and Microrotation) was not significant (p = 0.698), as well as the interaction 2-2 of the same factors: FORMXT (p = 0.391); TXM (p = 0.477); FORMxM (p = 0.746). With regard to factor Format specimen is observed that the bond strength values obtained for the dumbbell-shaped are higher than those obtained for the sticks (p = 0.000).

With regard to factor Thermal cycling was observed that the difference was not statistically significant (p = 0.2). As for factor Cycling Mechanics, the values of groups without cycling were very similar to those obtained in groups cycled through the system New Ethics, and the system by Microrotation, no significant difference between any of them (p = 0.587). The conclusions were that the stick-shaped specimens showed values of bond strength lower than the dumbbell-shaped; thermocycling and mechanical cycling were not able to significantly reduce the values of bond strength of adhesive interfaces, even when applied alone or when associated. It could not be establish any pattern of degradation among the groups by SEM; the finite element identified a more homogeneous distribution of stresses generated at the interface of dumbbell shaped specimens.

Keywords: Adhesion, Bond strength, thermal cycling, mechanical cycling.

# LISTA DE FIGURAS

Figura 4.1 - Embutimento dos espécimes	39
Figura 4.2 - Preparo da camada de esfregaço	40
Figura 4.3 - Restauração dos dentes	41
Figura 4.4 - Corte dos espécimes em palitos	43
Figura 4.5 - Ensaio de microtração dos palitos	44
Figura 4.6 - Preparo dos espécimes em formato de haltere	45
Figura 4.7 - Ensaio de microtração dos halteres	46
Figura 4.8 - Máquina de ciclagem térmica	47
Figura 4.9 - Simulador Nova Ética	48
Figura 4.10- Simulador por Microtação	50
Figura 4.11- Stubs com espécimes preparados para MEV	52
Figura 4.12 Curva de velocidade	53
Figura 4.13- Dispositivo Geraldeli e espécime em formato de palito	54
Figura 4.14- Malha do palito	55
Figura 4.15- Malha do suporte Geraldeli	55
Figura 4.16- Dispositivo Dick e espécime em formato de haltere	57
Figura 4.17- Malha do suporte Dick	58
Figura 4.18- Malha do Dick com haltere apoiado	59
Figura 5.1- Dispersão das condições experimentais	64
Figura 5.2- MEV da dentina de um Haltere evidenciando defeitos provocados usinagem	na 65
Figura 5.3 - MEV da dentina de um Palito evidenciando presença de porosidades .	66
Figura 5.4-MEV dos túbulos dentinários parcialmente expostos	66
Figura 5.5-MEV de fratura do tipo adesiva mista para haltere e palito	67

Figura 5.6- Distribuição de tensões no palito 68
Figura 5.7- Tensão x Tempo para o Palito69
Figura 5.8- Distribuição de tensões no haltere70
Figura 5.9- Tensão x Tempo para o haltere70
Figura 5.10- Elementos ao longo da superfície do cilindro para verificação da homogeneidade da tensão ao longo do mesmo
Figura 5.11- Evolução temporal da tensão axial de elementos na superfície da dentina ao longo do cilindro71
Figura 5.12- Evolução temporal da tensão axial de elementos na superfície do adesivo ao longo do cilindro72
Figura 5.13- Evolução temporal da tensão axial de elementos na superfície da resina ao longo do cilindro72
Figura 5.14- Evolução temporal da tensão axial média ao longo da superfície do cilindro de elementos de cada material72

# LISTA DE TABELAS

Tabela 4.1 -	Condições experimentais
Tabela 4.2-	Materiais e propriedades elásticas53
Tabela 5.1-	Análise de variância dos valores das resistências de união61
Tabela 5.2-	Análise da condição experimental "Formato do espécime"61
Tabela 5.3-	Análise da condição experimental "Ciclagem Térmica"62
Tabela 5.4-	Análise da condição experimental "Ciclagens Mecânicas"62
Tabela 5.5-	Médias e respectivos desvios-padrão de cada grupo experimental63
Tabela 6.1-	Médias e respectivos desvios-padrão (MPa) dos índices de resistência
	de união do fator "numero de ciclos mecanicos"

# LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

%	por cento
μL	microlitro
μm	micrometro
π	3,1416
A/M	fratura na interface resina-dentina ou mista com falhas
<sup>0</sup> C	graus Celsius
СТ	Com Térmica
С	fratura exclusivamente coesiva
CD	fratura coesiva em dentina
CR	fratura coesiva em resina
cm	centímetro
d	diâmetro do palito
F	Força
FORM	Formato
GPa	Giga Pascal
Н	Haltere
h	hora
Hz	Hertz
ISO	International Standard Organization
J/cm <sup>2</sup>	Joule por centímetro quadrado
kgf	quilograma força
I	comprimento do palito
М	Mecânica
MEV	microscopia eletrônica de varredura
min	minuto
mL	mililitro
mm	milímetro
mm/min	milímetros por minuto
mm <sup>2</sup>	milímetro ao quadrado
MPa	mega Pascal

MR	Microrotação
mW/cm <sup>2</sup>	miliWatts por centímetro ao quadrado
Ν	Newton
n	tamanho da amostra
n <sup>0</sup>	número
NE	Nova Ética
Р	Palito
RPM	Rotações por minuto
ST	Sem Térmica
S	segundo
Smax	máxima tensão
Т	Térmica

# SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	. 21
2 REVISÃO DA LITERATURA	. 24
2.1 SUBSTRATO DENTINÁRIO	. 24
2.2 ADESÃO E SISTEMAS ADESIVOS	. 25
2.3 DURABILIDADE DA INTERFACE DE UNIÃO ADESIVA	. 28
2.4 MÉTODOS DE ENVELHECIMENTO IN VITRO	. 29
2.4.1 Ciclagem térmica	. 31
2.4.2 Ciclagem mecânica	. 32
2.5 TESTE DE MICROTRAÇÃO / FORMATO DOS ESPÉCIMES	. 33
2.6 ELEMENTOS FINITOS	. 35
3 PROPOSIÇÃO	. 36
4 MATERIAL E MÉTODOS	. 37
4.1 EMBUTIMENTO DOS DENTES	. 38
4.2 RESTAURAÇÃO DOS DENTES	. 40
4.3 PREPARO DOS ESPÉCIMES	. 42
4.4 PREPARO E ANÁLISE DOS ESPÉCIMES EM MICROSCOPIA	
ELETRÔNICA DE VARREDURA	. 51
4.5 ANÁLISE DOS ESPÉCIMES POR ELEMENTOS FINITOS	. 52
4.5.1 Geometria e malha do Palito	. 54
4.5.2 Geometria e malha do Haltere	. 56
5 RESULTADOS	. 60
5.1 TESTE DE MICROTRAÇÃO	. 60
5.2 MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA	. 64
5.3 ELEMENTOS FINITOS	. 67
5.3.1 Palito	. 67
5.3.2 Haltere	. 69
6 DISCUSSÃO	. 73
6.1 CICLAGEM TÉRMICA	. 74
6.2 CICLAGEM MECÂNICA	. 77

6.2.1 Ciclagem mecânica- Dispositivo Nova Ética	77
6.2.2 Ciclagem mecânica- Dispositivo por Microrotação	79
6.3 FORMATO DOS ESPÉCIMES/ ELEMENTOS FINITOS	80
7 CONCLUSÕES	83
REFERÊNCIAS	84
ANEXOS	103

## 1 INTRODUÇÃO

Um dos critérios mais importantes para o sucesso clínico em restaurações adesivas de compósitos é a durabilidade da interface de união. Este ainda é um dos pontos mais críticos destas restaurações. As falhas ocorrem especialmente devido a erros técnicos e à contração de polimerização da resina composta (Loguercio et al., 2004) já que a polimerização dos compósitos resinosos sob o confinamento advindo de sua adesão às paredes cavitárias é um dos principais fatores de desenvolvimento de tensões (Carvalho et al., 1996a; Price et al., 2003a). Tais tensões, em grande magnitude, podem ocasionar a formação de falhas e fendas na interface denterestauração que favorecem a passagem de bactérias e fluidos orais (Luscher et al., 1978), com conseqüentes pigmentação marginal, recidiva de cárie e sensibilidade pós-operatória (Qvist et al., 1990; Hilton, 2002).

Mesmo com a melhoria das propriedades das resinas compostas, ainda restam como desafios a redução da tensão de contração de polimerização do compósito e o aumento da resistência da interface de união, de forma a suportar os desafios inerentes ao ambiente bucal, como os devido à mastigação (Francisconi et al., 2009), alterações de pH (Esaian et al., 2009), alterações térmicas (Boehm, 1972; Palmer et al., 1992) e degradações hidrolítica (SoDerholm et al., 1984) e enzimática (Finer; Santerre, 2004).

A adesão nos sistemas adesivos convencionais obedece 3 etapas:

- Condicionamento ácido e lavagem com água, com conseqüente remoção da camada de lama dentinária (*smear-layer*), desmineralização parcial da dentina e exposição das fibrilas colágenas;
- Aplicação de um *primer* que contém solventes orgânicos que facilitam a hibridização do tecido dentinário;
- Permeação da dentina por monômeros resinosos, formando a camada híbrida, com micro-embricamentos mecânicos.

Nestes sistemas adesivos convencionais (denominados *three-step etch&rinse* ou sistema multifrascos), é importante destacar a dificuldade de adesão dos materiais restauradores à dentina, especialmente no que diz respeito à umidade adequada para formação da camada híbrida após condicionamento ácido e lavagem. Neste processo, a carência de água pode impedir a permeação dos

monômeros resinosos nos espaços interfibrilares, enquanto o excesso de água leva à diluição dos monômeros, separação de fases, permeação e polimerização incompletas, com conseqüente prejuízo ao selamento da dentina (Kanca, 1992a; Gwinnett, 1992), e à longevidade da restauração.

Outro problema relacionado à dentina reside na profundidade da demineralização durante o condicionamento com ácido fosfórico: o "sobrecondicionamento" pode gerar uma camada de fibrilas colágenas desmineralizadas e não permeadas pelos monômeros resinosos (camada hibridóide) (Hashimoto et al., 2002b), favorecendo a microinfiltração com conseqüente sensibilidade pós operatória. Já o "sub-condicionamento" pode não expor uma trama colágena suficiente para a formação de uma boa camada híbrida. Nos dois casos, haverá perda nos valores de resistência de união e conseqüente redução na durabilidade da restauração.

Os problemas anteriormente relatados fazem com que a indústria desenvolva constantemente novos materais na tentativa de solucionar ou ao menos minimizar tais questões. O desenvolvimento freqüente destes novos materiais e técnicas restauradoras tornam necessárias avaliações rápidas que estimem seus desempenhos clínicos.

Os estudos de avaliação *in vivo* são o método ideal para avaliar o comportamento e a longevidade de materiais restauradores frente às mais diferentes condições encontradas no meio bucal. Contudo, eles são muito caros, burocráticos, de difícil controle e demorados, o que pode dificultar e até inviabilizar sua realização. Os estudos laboratoriais por sua vez, (Van Noort, 1994) apresentam vantagens, como seu menor custo e tempo despendido, e possibilidade de maior padronização e isolamento de variáveis. Tais vantagens os tornam, muitas vezes, métodos de eleição para fornecer parâmetros comparativos com relação ao desempenho e longevidade dos materiais restauradores (Al-Turki et al., 2007).

Alguns métodos laboratoriais são empregados para verificar a eficiência da adesão dos materiais restauradores ao dente, como os testes de infiltração marginal (Darbyshire et al., 1988; Swift et al., 1996; Choi et al., 2000), adaptação marginal (Asakawa et al., 2002; Bortolotto et al., 2007), ensaios de resistência de união (cisalhamento e tração) (Pashley et al., 1999; Gallo et al., 2000; Montes et al., 2001; Osorio et al., 2005a; de Silva et al., 2006; Mitsui et al., 2006), resistência à fratura

(Stappert et al., 2007), análise morfológica (Van Meerbeek et al., 1992; Frankenberger et al., 2005a), estabilidade de cor (Lu; Powers, 2004), entre outros.

O ensaio de resistência de união, em especial o de microtração, vem sendo amplamente utilizado para averiguar procedimentos adesivos em odontologia (Pashley et al., 1999). Tal ensaio é dependende de diversos fatores como velocidade e tipo de dispositivo de corte e de tracionamento, forma e fixação do espécime, dentre outros parâmetros (Goracci et al., 2004a). O formato e fixação do espécime é um fator que influencia de forma importante os dados obtidos, no entanto a literatura ainda é controversa quanto ao melhor protocolo a ser utilizado (Sadek et al., 2010).

Inúmeros estudos têm se preocupado com a realização do chamado envelhecimento acelerado (*aging*) como forma de tentar prever o comportamento de restaurações na boca com o passar do tempo a partir de uma maior solicitação das mesmas. Os métodos mais empregados para isso têm sido: a armazenagem dos espécimes em água (Bortolotto et al., 2007) ou diferentes soluções como etanol por exemplo, (Drummond et al., 2004; Medeiros et al., 2007) e enzimas derivadas do hospedeiro (Visse; Nagase, 2003; Sorsa et al., 2004; Mazoni et al., 2006; Nishitani et al., 2006), os desafios cariogênicos (Tang et al., 2003; Matsuda et al., 2006; Gama-Teixeira et al., 2007; Peris et al., 2007) e as ciclagens térmica e mecânica (Darbyshire et al., 1988; Cardoso, 1994; Gale; Darvell, 1999; Nikaido et al., 2002; Bedran-de-Castro et al., 2004a; Bedran-de-Castro et al., 2004b; Mitsui et al., 2006; Lodovici et al., 2009).

A utilização de métodos de envelhecimento acelerado parece funcionar como meio de solicitação das restaurações adesivas (Brown et al., 1972; Turssi et al., 2006). Entretanto, não há consenso na literatura quanto a sua padronização, nem quanto a sua real fidelidade da simulação do que de fato ocorre no interior da cavidade bucal.

Diante do exposto, fica evidente a necessidade de se continuar empreendendo esforços em pesquisas que avaliem o comportamento das restaurações adesivas para prever o desempenho frente aos desafios bucais. Para se obterem padrões de comparação, é, portanto, necessário o estabelecimento de protocolos de envelhecimento das interfaces adesivas.

## 2 REVISÃO DA LITERATURA

Com o advento das restaurações de compósitos adesivos, o grande desafio tornou-se aumentar a durabilidade das interfaces de união das mesmas, de forma a suportar os desafios orais aos quais são submetidas, buscando a maior longevidade clínica possível.

Contudo alguns aspectos importantes devem ser levados em consideração para o melhor entendimento dos mecanismos que estão envolvidos nesta união, tais como o substrato a ser restaurado (neste estudo, a dentina) e o adesivo a ser utilizado (neste trabalho, em especial, um sistema multi-frasco padrão-ouro).

Outro aspecto relevante a ser considerado são os métodos de envelhecimento *in vitro* utilizados como forma de prever o comportamento e desempenho destes materiais em longo prazo, métodos estes os mais diversos, sem, contudo, haver consenso na literatura quanto a um método mais adequado e eficaz.

Serão ainda abordados os parâmetros relacionados ao teste de microtração, em especial os referentes ao quesito formato do espécime, foco deste estudo.

## 2.1 SUBSTRATO DENTINÁRIO

A dentina é um substrato de composição e morfologia complexas, constituído em peso de aproximadamente 70% de conteúdo inorgânico (cristais de hidroxiapatita), 18 % de conteúdo orgânico (fibrilas colágenas tipo I) e 12 % de água (Katchiburian; Arana, 1999).

O colágeno é uma proteína insolúvel, resistente a ação de proteases, formada por um filamento helicoidal de 3 cadeias polipeptídicas, com diversos aminoácidos unidos por ligações cruzadas covalentes, que conferem resistência mecânica e estabilidade à rede fibrilar. (Butler; Richardison, 1984).

Morfologicamente, a dentina é composta por uma rede de túbulos que se estendem ao longo de sua estrutura desde a câmara pulpar até o limite amelodentinário. Os túbulos mais próximos à câmara pulpar apresentam maior diâmetro e que diminuem (de aproximadamente 2,5 µm para 1,5 µm) e em número por unidade de área (de 45.000/mm<sup>2</sup> para 20.000/mm<sup>2</sup>) na direção do limite amelodentinário (Katchiburian; Arana, 1999). Os túbulos podem se ramificar e se comunicar, formando canalículos.

A dentina pode também ser caracterizada como dentina peritubular ou intertubular. A dentina peritubular é aquela que circunda os túbulos, originadas dos cristais de apatita depositados nos espaços vazios deixados pelos odontoblastos na matriz orgânica e caracteriza-se por ter um alto conteúdo mineral (Landis,1996). A intertubular é aquela que se localiza entre os túbulos, originada da deposição sobre a matriz orgânica e caracteriza-se um alto conteúdo orgânico (Marshal Jr et al., 1997). No interior dos túbulos, pode-se ainda observar prolongamentos citoplasmáticos, fibras nervosas e fluídos pulpares que conferem à dentina uma umidade intrínseca que influencia de forma importante a adesão (Marshal Jr et al., 1997).

É importante ressaltar ainda que, durante o procedimento restaurador, é formada sobre a dentina uma lama composta por sangue, saliva, bactérias, óleo de motor, raspas de dentina, fragmentos de abrasivo, dentre outros detritos, compondo o que se denomina *smear layer* (quando depositada na dentina intertubular) e *smear plug* (quando adentra o túbulo dentinário) (Gwinnett, 1984; Pashley, 1984).

Esta heterogeneidade da dentina quanto ao conteúdo mineral/ orgânico, diâmetro/ número/ disposição dos túbulos, umidade intrínseca, dentre outros fatores como a presença desta lama, é que geram uma grande variabilidade e imprevisibilidade no sucesso da adesão a este substrato (Yoshiyama, 1995; Perdigão et al., 2000).

## 2.2 ADESÃO E SISTEMAS ADESIVOS

A adesão à dentina consiste no mecanismo de formação de uma interface adesiva entre compósito e dentina. O compósito está aderido quimicamente a um sistema adesivo, que por sua vez está aderido micromecanicamente à dentina, através da camada híbrida e de prolongamentos no interior dos túbulos dentinários. Teoricamente, para que ocorra uma boa adesão é necessário que a superfície a ser aderida esteja limpa, que o adesivo molhe bem tal superfície (pequeno ângulo de contato) e que haja íntima aproximação do material resinoso ao substrato dentinário sem o encapsulamento de ar ,ou seja,boa interpenetração (Anusavice, 1998).

Buonocore (1955) demonstrou a primeira evidência de adesão ao dente, ao condicionar o esmalte com ácidos, criando rugosidades microscópicas, e ao aplicar um material restaurador acrílico sobre essa superfície, promovendo um microembricamento mecânico. Os monômeros da resina acrílica provocaram bom molhamento da superfície condicionada, e escoaram para as porosidades, produzindo prolongamentos retentivos resinosos (*tags*). Um dos ácidos por ele preconizado foi o ácido fosfórico, ainda hoje largamente utilizado para condicionamento tanto da dentina como do esmalte.

Já a adesão à dentina mostrou-se, desde o início, ser um processo mais crítico. Apenas em 1979 Fusayma et al. conseguiram, através do ácido fosfórico a 37%, condicionar esmalte e dentina simultaneamente, e obter significativo sucesso na retenção das restaurações de resina, sem contudo causar danos à polpa.

Posteriormente, Nakabayashi et al. (1982) explicaram o fenômeno ao demonstrarem que resinas hidrofílicas eram capazes de infiltrar a camada de fibrilas colágenas desmineralizadas pelo condicionamento, formando uma camada híbrida de dentina infiltrada por resina, isto é, cristais de apatita substituídos por monômeros hidrofílicos diluídos em solventes. Essa técnica, contudo, só se popularizou no início da década de 1990, quando um novo estudo elucidou os efeitos deste condicionamento sobre o complexo pulpar. (Swift Jr et al., 1995).

Outro marco na odontologia restauradora se deu com a possibilidade de adesão ao substrato dentinário úmido (Gwinett, 1992; Kanca, 1992b). É fato que a presença de umidade garante espaço entre as fibrilas colágenas, já que rompe as pontes de hidrogênio entre as cadeias polipeptídicas destas, impedindo assim o colabamento de tais fibrilas (Pashley et al., 1993; Carvalho et al., 1996b). Na carência de umidade, contudo, a dentina desmineralizada tende a colabar suas fibrilas colágenas (Carvalho et al., 1996b). Sabe-se também que é possível re-expandilas com sua reidratação (Carvalho et al., 1996b).

Entretanto, Tay et al. (1996) constataram que o excesso de água seria prejudicial à adesão, já que a água seria capaz de diluir os monômeros resinosos, e

ocupar os espaços interfibrilas que deveriam ser ocupados por tais monômeros, diminuindo, assim, o selamento e a hibridização do tecido dentinário.

Van Meerbeek et al. (2001) denominou a técnica de condicionamento com ácido fosfórico, tanto à dentina quanto ao esmalte, de técnica *etch&rinse*, podendo esta se dar em 3 passos (aplicações de ácido, *primer* e *bond* separadamente) ou ainda em 2 passos (aplicação de ácido e posterior aplicação de *primer* e *bond* simultaneamente) (Van Meerbeek et al., 2005).

O primer consiste em soluções compostas por monômeros resinosos hidrófilos e solventes, capazes de facilitar a permeação do conteúdo resinoso no interior da matriz de dentina desmineralizada, e facilitar a evaporação da água presente em seu interior. (Van Meerbeek et al., 1992; Perdigão; Lopes, 1999). O *bond* é composto por monômeros hidrófobos, como o BIS-GMA, TEGDMA, UDMA entre outros, que, por sua vez, garantem a estruturação da camada híbrida (Van Meerbeek et al., 1992).

O sistema *etch&rinse* possui uma técnica bastante sensível, quanto à manutenção de uma umidade ideal para a dentina, bem como na correta profundidade de desmineralização promovida pelo condicionamento ácido, conforme relatado anteriormente.

Na tentativa de diminuir o tempo clínico de aplicação para o cirurgião dentista, surgiram os sistemas autocondicionantes (Watanabe et al., 1994). Tais sistemas podem ser de 1 passo (ácido, primer e bond em um frasco ou primer ácido e bond que se misturam previamente a aplicação) ou de 2 passos (ácido e primer em um frasco e bond em outro). Nestes sistemas, o condicionamento e a hibridização ocorrem ao mesmo tempo, eliminando assim o passo da lavagem com água, e incorporando a *smear-layer* à camada híbrida (Tay et al., 2001). Apesar de aparentemente promissor por diminuir os fatores relacionados à sensibilidade da técnica de aplicaçãoestes sistemas têm se mostrado mais vulneráveis à degradação hidrolítica e à sorção, principalmente quando utilizados os de 1 passo (Chersoni et al., 2004).

## 2.3 DURABILIDADE DA INTERFACE DE UNIÃO ADESIVA

Os valores de resistência de união das restaurações adesivas tendem a decair com os anos de uso clínico, dado os desafios inerentes ao ambiente bucal (Inoue et al., 2001).

Desta forma, estudos têm se preocupado em avaliar a durabilidade da adesão com o passar do tempo, já que o desempenho clínico das restaurações adesivas está também ligado a capacidade destas em resistir à degradação biológica. (Gale; Darvell, 1999; Aguilar et al., 2002, Nikaido et al., 2002; Bedran-de-Castro et al., 2004c).

A degradação biológica é tanto de natureza mecânica, quanto química (De Munck et al., 2005b, c). A degradação mecânica se dá pelas cargas oclusais decorrentes dos ciclos mastigatórios que, por sua vez, podem levar à formação e propagação de fendas, afetando a integridade do material resinoso (De Munck et al., 2005a).

A degradação química se dá pela exposição da interface dente-restauração à água e enzimas provenientes da saliva (degradação hidrolítica e enzimática), ou por alterações térmicas que podem induzir sucessivas contrações e expansões no dente e na restauração. Estas contrações e expansões podem aumentar os efeitos da sorção (Sideridou et al., 2008; Zhang; Xu, 2008), tais como a alteração cor e diminuição do módulo de elasticidade do compósito (Gale; Darvell, 1999).

A degradação química pode ocasionar ainda, mudanças na estrutura superficial e sub-superficial da matriz, da carga e da interface entre matriz e carga dos compósitos (Soderholm; Richards, 1998; Sano et al., 1999; Hashimoto et al., 2000a, b; Turssi et al., 2002). No compósito, a degradação pode se dar, pela hidrólise e plastificação dos componentes resinosos, com separação de partículas de carga, conseqüente lixiviação e degradação destes (Tjaderhane et al., 1998; Pashley et al., 2004; De Munck et al., 2005a). Pode ainda diminuir as forças entre as cadeias poliméricas tornando o polímero enfraquecido, o que poderia implicar em fratura coesiva do compósito (Yiu et al., 2004).

Já no substrato dentinário, as falhas estão relacionadas à má formação da camada híbrida. Este fato pode se dar pela não permeação adequada dos monômeros no arcabouço de fibrilas colágenas, deixando-as expostas a degradação

hidrolítica e enzimática (Nakabayashi et al., 1992; Van Meerbeek et al., 1993; Watanabe, Nakabayashi, 1993; Burrow et al., 1996; Kato, Nakabayashi, 1998; Hashimoto et al., 2000b).

A degradação enzimática ocorre pelas enzimas proteolíticas liberadas pelos leucócitos, glândulas salivares, pelas bactérias da placa e até mesmo pela própria dentina (Okada; Ikada, 1992; Santerre et al., 2001;Pashley et al. 2004; Mazzoni et al., 2006; Nishitani et al., 2006).

Outro fator importante quanto à questão da durabilidade das interfaces adesivas reside nas tensões geradas a partir da contração de polimerização do compósito sobrejacente, sobretudo quando confinado nas paredes da cavidade (Carvalho et al., 1996a). Quando as tensões geradas nas paredes da cavidade pela contração de polimerização excedem a resistência de união do compósito ao substrato, pode ocorrer o descolamento do material restaurador, com conseqüente formação de fendas marginais (Davidson et al., 1991; Uno; Shimokobe, 1994). Caso estas tensões sejam extremamente altas, e não havendo o descolamento do adesivo, pode haver a fratura do substrato dentário (Davdison et al., 1984; Eick, Welch, 1986). Todos estes processos em conjunto são fatores determinantes na durabilidade da restauração adesiva.

#### 2.4 MÉTODOS DE ENVELHECIMENTO IN VITRO

Os métodos de envelhecimento acelerado vêm sendo amplamente utilizados na tentativa de simular *in vitro* o que ocorre *in vivo*. Dentre os métodos de envelhecimento *in vitro* mais utilizados como modelos laboratoriais temos:

 Armazenamento dos espécimes em água (Francci et al., 1990; Sano et al., 1994; Gwinnett, Yu, 1995; Sano et al., 1995; Burrow et al., 1996; Sidhu, Watson, 1998; Kato, Nakabayashi, 1998; Titley et al., 1998; Shono et al., 1999a; Kitasako et al., 2000; Hashimoto et al. 2000; Meiers; Young, 2001; Armstrong et al., 2001; Okuda et al., 2001; Fukushima et al., 2001; Okuda et al., 2002; Tay et al., 2002; Hashimoto et al., 2002a; Gianinni et al., 2003; De Munck et al., 2003b; Hashimoto et al., 2003a, b; De Munck et al., 2004; Yoshida et al., 2004; Ferrari et al., 2004; Suppa et al., 2005; Domnez et al., 2005; De Munck et al., 2006)

- Armazenamento dos espécimes em diferentes soluções (Ferracane; Marker, 1992; Lee et al., 1994; Ferracane et al., 1995; Lee et al., 1996; Lee et al., 1998; Yap et al., 2000; Yamauti et al., 2003; Drummond et al., 2004; Hebling et al., 2005; Bagheri et al., 2005; Toledano et al., 2006; Monticelli et al., 2007; Medeiros et al., 2007; De Munck et al., 2007b).
- Degradação por enzimas derivadas do hospedeiro (Visse; Nagasse, 2003; Sorsa et al., 2004; Pashley et al., 2004; Mazzoni et al., 2006; Nishitani et al., 2006).
- Submissão dos espécimes aos chamados desafios cariogênicos, como as ciclagens de pH, desafios microbiológicos e às bocas artificiais (Featherstone et al., 1986; Serra; Cury, 1992; Featherstone, 1996; Tang et al., 2003; Seixas et al., 2004; Sauro et al., 2006; Matsuda et al., 2006; Gama-Teixeira et al., 2007; Peris et al., 2007).
- Submissão dos espécimes às ciclagens térmicas (Peterson et al., 1966; Morley; Stockwell, 1977; Kidd et al., 1978; Causton et al., 1984; Crim; Garcia-Godoi, 1987; Momoi et al., 1990; Palmer et al., 1992; Burrow et al., 1993; Hosoya, 1994; Hossomando; Wendt, 1995; Xirouchaki et al., 1997; Miyazaki et al., 1998; Aguilar et al., 2002; Nikaido et al., 2002; Price et al., 2003b; Bedran-de-Castro et al., 2004a, b; Helvatjoglu-Antoniades et al., 2004; Ernest et al., 2004; Inoue et al., 2005; Frankenberger; Tay, 2005b; Yang et al., 2005; Santos et al., 2005).
- Submissão dos espécimes às ciclagens mecânicas (Anderson, 1956; Bates et al., 1975; Jorgensen et al., 1976; Li et al., 2002a, Bedran-de-Castro et al., 2004a, b; Osório et al., 2005b; Lodovici et al., 2009).

Esta revisão irá se concentrar especialmente nas ciclagens térmicas e mecânicas, focos deste estudo em questão.

#### 2.4.1 Ciclagem térmica

A termociclagem vem sendo amplamente utilizada como um método de degradação térmica, buscando simular as alterações de temperatura bucal decorrentes da alimentação fria e quente, bem como da própria respiração (Gale; Darvell, 1999; Aguilar et al., 2002; Bedran-de-Castro et al., 2004a, b; Santos et al., 2005).

Este teste induz repetidas expansões e contrações no dente e na restauração, o que pode levar a formação ou a propagação de fendas (GAPS). Os GAPS permitiriam por sua vez, a passagem de fluidos na interface adesiva, favorecendo a redução dos valores de resistência de união, recidivas de cárie e hipersensibilidade (Yang et al., 2005).

Além das repetidas contrações e expansões, a termociclagem também está diretamente relacionada à hidrólise, já que seus efeitos podem ser atribuídos ao aumento de temperatura da água que acelerariam a degradação hidrolílitica da interface (De Munck et al., 2005a), bem como facilitariam a extração de sub-produtos desta interface submetida a altas temperaturas.

Os estudos de termociclagem relatam diferentes números de ciclos, temperaturas, e tempos de imersão. Os números de ciclos giram em torno de 100 (Crim; Garcia-Godoy, 1987); 500 (Li et al., 2002a); 1.000 (Meiers; Young, 2001); 1.500 (Li et al., 2002a); 2.000 (Nikaido et al., 2002; Bedran-de-Castro, 2004a), 2.500 (Xirouchaki et al., 1997; Frankenberger, Tay, 2005a); 3.000 (Miyazaki et al., 1998; Aguilar et al., 2002); 5.000 (Price et al., 2003b; Helvatjoglu et al., 2004); 10.000 (Burrow et al., 1993); 15.000 (Yang et al., 2005) ; 30.000 (Miyazaki et al., 1998) e até 50.000 ciclos (Inoue et al., 2005). A norma ISO TR 11450 de 1994, propõem 500 ciclos.

Quanto às temperaturas, os estudos utilizam os mais diferentes valores:  $4^{\circ}$ C e 60 °C (Morley; Stockwell, 1977; Kidd et al., 1978); 5 °C e 55 °C (Sidhu; Watson, 1998; Nikaido et al., 2002; De Munck et al., 2003b; Bedran-de-Castro et al., 2004 a; 15 °C e 45 °C (Peterson et al., 1966); 5 °C e 45 °C (Li et al., 2002a) e 5°C e 60° (Miyazaki et al., 1998).

Quanto aos tempos de imersão por sua vez, eles variam entre 15 segundos (Li et al., 2002a); 30 segundos (De Munck et al., 2003 b; Yang et al., 2005) e 60

segundos (Aguilar et al., 2002; Santos et al., 2005; Inoue et al., 2005). A ISO standard de 1994 sugere tempo de imersão de cerca de 20 segundos em cada banho.

Dentre os mais diversos protocolos citados acima, a utilização de 10.000 ciclos térmicos (Burrow et al., 1993) em banhos de 5 e 55<sup>o</sup>C (Bedran-de-Castro et al., 2004 a) e com maiores tempos de imersão, como o de 60 segundos (Lodovici et al., 2009) vem se mostrado como um protocolo promissor no envelhecimento acelerado para interfaces adesivas. Porém, é necessária a criação de padrões de termociclagem que permitam a comparação dos dados obtidos nos estudos quanto à suscetibilidade dos materiais e eficácia dos procedimentos restauradores.

#### 2.4.2 Ciclagem mecânica

A ciclagem mecânica vem sendo utilizada na tentativa de simular as tensões geradas na mastigação, deglutição e hábitos parafuncionais (Li et al., 2002b; Nikaido et al., 2002; Bedran-de-Castro et al., 2004a, b).

Estes ciclos podem levar a redução nos valores de resistência de união pela condução de tensões na interface adesiva, bem como a formação ou propagação de fendas (Li et al., 2002b; Jorgensen et al., 1976; Frankenberger et al., 2005a; Frankenberger ; Tay 2005b).

Os números de ciclos, carga, freqüência são os mais diversos nos estudos, bem como os dispositivos utilizados para ciclagem mecânica. Quanto ao número de ciclos estes variam entre 1.000 a 8.000 (Toledano et al., 2006); 50.000 e 100.000 (Frankenberger; Tay, 2005b; Bedran-de-Castro et al., 2004a, b; 500.000 (Lodovici et al., 2009); 1.000.000 e 2.000.000 de ciclos.

Quanto à carga, a maioria dos artigos relata de 50 a 90 N, embora valores de 150 N possam ser encontrados *in vivo* durante a mastigação e deglutição (Bates et al., 1975).

A freqüência durante o teste de ciclagem é em alguns estudos de aproximadamente 0.5 Hz, valor próximo ao encontrado durante a mastigação *in vivo* (Bates et al., 1975). Porém, valores mais altos de freqüência vêm sendo utilizados como forma de exigir mais do material e/ou da interface (Lodovici et al., 2009).

Os estudos utilizam os mais diferentes dispositivos de ciclagem, como por exemplo, dispositivos por compreensão (Bedran de Castro et al., 2004b) e por microrotação (De Munck et al., 2005b, c). Os diferentes dispositivos podem explicar os diferentes resultados encontrados na literatura quanto à ação das ciclagens mecânicas.

Outros fatores ainda interferem nos resultados obtidos pelas ciclagens como o material utilizado, tamanho e forma da cavidade, direção e valor da carga, características do substrato e até fatores relacionados ao operador.

Muitos estudos vêm sendo realizados associando-se a ciclagem térmica e mecânica concomitantemente, observando maior diminuição nos valores de resistência de união do que quando os espécimes foram submetidos separadamente a estas ciclagens. Provavelmente o efeito do carregamento mecânico seria acelerado pela termociclagem (Bedran-de-Castro et al., 2004a, b).

A utilização de 500.000 ciclos, com 98N de carga e freqüência de 4Hz vem se mostrando como um protocolo promissor quando associado a ciclagem térmica, sendo segundo Lodovici et al., 2009, capaz de reduzir significativamente os valores de resistência de união de interfaces adesivas resina-dentina. Porém, os estudos estão longe de estabelecer um padrão para a ciclagem mecânica, e ainda mais árdua é a tarefa de definir a que estas corresponderiam em termos clínicos, contudo sua utilização é de extrema valia como forma de ranquear a qualidade dos materiais.

# 2.5 TESTE DE MICROTRAÇÃO/ FORMATO DOS ESPÉCIMES

O teste de microtração vem sendo largamente utilizado na odontologia, já que neste tipo de ensaio há uma melhor distribuição das tensões sobre o corpo-deprova, diminuição dos defeitos na interface e uma menor incidência de fraturas do tipo coesiva (Sano et al., 1994).

Apesar de ser considerado o teste de adesão mais confiável, este envolve diversos parâmetros que podem influir diretamente nos resultados obtidos. Dentre estes temos os relacionados ao substrato (esmalte ou dentina) e ao tipo de adesivo utilizado; os relacionados à confecção dos espécimes (velocidade de corte, tipo de equipamento de corte, formato e área do espécime); os ligados diretamente ao teste de microtração (fixação do corpo de prova e velocidade de tracionamento) (Goracci et al., 2004a).

Esta revisão se atentará especialmente ao formato do corpo de prova, um dos focos deste estudo. Um dos primeiros trabalhos de microtração utilizou corpos de prova em formato de ampulheta, com área de 1,6 a 1,8 mm<sup>2</sup> (Sano et al., 1994b).

Na tentativa de aperfeiçoar o formato de ampulheta Phrukkanon et al. (1998b), propuseram o corpo em formato cilíndrico de 1,1, 1,5 e 3,1 mm<sup>2</sup>, já que secções retangulares poderiam distribuir de forma desigual as tensões, interferindo nos valores de resistência de união. Tais autores observaram que tamanhos próximos a 1,5 mm<sup>2</sup> seriam os mais adequados dados os valores de resistência de união obtidos e facilidade de confecção dos espécimes. Estabeleceram, assim, uma relação inversa entre a área do corpo de prova e os valores de resistência de união. Contudo, estes autores não identificaram diferenças estatisticamente significativas entre os diferentes formatos. Ambos os trabalhos só utilizaram a dentina como substrato de estudo.

A relação inversa entre a área do espécime e os valores de resistência de união também foram confirmados para o substrato esmalte nos estudos de Shono et al. (1997). Neste estudo o autor avaliou áreas de 0,5, 1,0, 1,5, 2,0, 2,5 e 3,0 mm<sup>2</sup>, em corpos com forma de ampulheta, e concluiu que a área mais adequada seria a de 1mm<sup>2</sup>, já que áreas menores aumentaram muito a variabiliade dos resultados. O mesmo foi confirmado em outros estudos para esmalte e dentina, com corpos em formato de ampulheta de 1mm<sup>2</sup>, de Yoshiyama et al. (1998) e Bianchi (1999).

Os corpos em formato de ampulheta são críticos em sua confecção e podem levar a falhas prematuras, principalmente em espécimes com área reduzida e em esmalte. (Phrukkanon et al., 1998b; Bouillaguet, 2001b; Inoue et al., 2003). Observase ainda grande dispersão nos resultados de resistência de união obtidos em ampulhetas confeccionadas de um mesmo dente, dada a grande sensibilidade da técnica de sua confecção (Shono et al., 1999b).

Uma nova versão do teste de microtração foi proposta por outros estudos com espécimes em formato de palito, espessura de 1mm, e substrato de dentina e esmalte. Este novo formato proporcionou um maior número de corpos de prova e redução das fraturas prematuras por induzirem menor tensão na confecção, vantagens estas que popularizaram tal metodologia (Yoshiyama et al., 1998; Chen et al., 2001; Pashley et al., 2002; Hashimoto et al., 2003c; Goraci et al., 2004a).

De Munck et al. (2005b, c) vem utilizando em seus estudos de microtração corpos em formato de haltere, usinados de forma padronizada e cuidadosa, de forma a minimizar as tensões induzidas pela ponta diamantada. Tal autor relata vantagens mecânicas para este formato, propiciando uma melhor distribuição de tensões durante o teste de microtração.

O formato do espécime e a forma de obtenção deste estão sem dúvida nenhuma ligados diretamente aos valores de resistência de união obtidos, e são de grande importância para correta avaliação dos diferentes resultados obtidos na literatura (Sadek et al., 2010).

#### 2.6 ELEMENTOS FINITOS

A análise de elemementos finitos tem se mostrado como uma importante ferramenta discutir achados laboratoriais tanto para os iá obtidos experimentalmente, como também, para determinar parâmetros experimentais adequados à metodologia laboratorial (Armstrong et al., 2010; Braga et al., 2010). Dentre as muitas utilizações dos elementos finitos em odontologia, uma das mais freqüentes vem sendo elucidar os eventos decorrentes de ensaios de resistência de união tanto em macro quanto em micro espécimes (Armstrong et al., 2010; Braga et al., 2010). Segundo Raposo, 2010, a utilização dos elementos finitos, como forma de averiguar a distribuição de tensões durante o teste de microtração, para diferentes formatos de espécimes é um instrumento útil na compreensão dos eventos e dos resultados obtidos.

As vantagens de se utilizar tal recurso consistem na possibilidade de integrar parâmetros e efeitos, como as propriedades mecânicas dos componentes, a forma da amostra, a magnitude da carga e sua direção, dentre outros (Schmitter et al., 2010; Scherrer et al., 2010).

A tensão máxima principal em y, bem como a tensão de Von Mises, são os critérios mais freqüentemente utilizados na literatura em ensaios de microtração (Armstrong et al., 2010; Braga et al., 2010, Raposo, 2010).
## 3 PROPOSIÇÃO

Os objetivos deste estudo foram:

- Avaliar *in vitro* o efeito de diferentes protocolos de envelhecimento acelerado sobre interfaces adesivas através da resistência de união e aspectos micromorfológicos.
- Verificar a influência do formato do espécime sobre os valores de resistência de união, sua variabilidade e distribuição das tensões por meio da análise de elementos finitos.

## **4 MATERIAL E MÉTODOS**

Foram utilizados 36 molares humanos hígidos cedidos pelo Banco de Dentes Humanos da Faculdade de Odontologia da USP, aprovado pelo Comitê de Ética em Pesquisa da FOUSP (Anexo A- FR 318205). Estes dentes foram mantidos em azida sódica 0,02% a 4°C até o momento da realização dos corpos de prova (Sadek et al, 2009). Tais dentes foram separados aleatoriamente em 12 diferentes grupos, (Tabela 4.1) com 6 repetições para cada (n=06), sendo que em um mesmo dente era dividido ao meio para se obter os diferentes formatos, e excluir o fator de variabilidade "dente".

Formato do espécime	Ciclagem	Ciclagem	Sigla para condição
para ensaio de	Térmica	Mecânica	experimental
Palito	Sem (ST)		STSM-P
Haltere		Sem (SM)	STSM-H
Palito	Com (CT)		CTSM-P
Haltere	com (cr)		CTSM-H
Palito	Sem (ST)	Com (Nova Ética)(NE)	STNE-P
Haltere			STNE-H
Palito	Com (CT)		CTNE-P
Haltere	com (cr)		CTNE-H
Palito	Sem (ST)	Com (Microrotação)(MR)	STMR-P
Haltere			STMR-H
Palito	Com (CT)		CTMR-P
Haltere			CTMR-H

Tabela 4.1 - Condições experimentais	Tabela 4.1	-	Condiç	ções	expe	erim	enta	ais
--------------------------------------	------------	---	--------	------	------	------	------	-----

#### **4.1 EMBUTIMENTO DOS DENTES**

Inicialmente, os dentes tiveram suas raízes e esmalte oclusal cortados utilizando disco diamantado (Buehler Diamond Wafering Blade 11-4245, Buehler Ltd., Lake Bluff, IL, EUA) em máquina de corte (Isomet 1000, Buehler Ltd., Lake Bluff, IL, EUA) sob refrigeração com velocidade de 200 RPM. A remoção do esmalte oclusal deixou exposta uma superfície dentinária plana e perpendicular ao longo eixo dos dentes. Em seguida, os dentes foram fixados com cera pegajosa (Pasom, São Paulo, SP, Brasil) sobre uma placa de vidro e embutidos em resina acrílica com o auxílio de anéis transparentes de PVC rígido com 14 mm (diâmetro) x 10 mm (altura) x 1 mm (espessura) (Figura 4.1).



Figura 4.1 - Embutimento dos espécimes. A: 30 molar extraído e com esmalte oclusal e raiz cortados; B e C: dente sendo fixado na placa de vidro com cera pegajosa; D e E: anéis de embutimento; F e G: anel preenchido com pó da resina acrílica; H, I e J: anel com resina acrílica pronto para embutimento; K, L e M: dente com cera apoiado sobre o anel guia e imerso em resina acrílica; N: dente sendo removido do anel guia; O: remoção da placa de vidro e cera do dente; P: aspecto final do dente embutido

Para se obter uma camada de esfregaço homogênea e padronizada, após o embutimento, a superfície dentinária foi abrasionada em lixas d'água por 15 segundos (granulações nº 220, 320, 400) e 30 segundos (nº 600), em máquina de polimento (DP- Struers, Ballerup, Dinamarca) (Koibuchi et al., 2001) (Figura 4.2).



Figura 4.2 - Preparo da camada de esfregaço

### 4.2 RESTAURAÇÃO DOS DENTES

Todos os procedimentos adesivos e restauradores foram realizados por um único operador. O ambiente contou com controle de climatização: temperatura de 23ºC e umidade relativa de 50% (Asmussen; Peutzfeldt, 2001).

O adesivo utilizado foi o ScothBond Multiuso, seguindo a seqüência de procedimentos descritos abaixo:

 a) condicionamento com ácido fosfórico a 37% por 15 s (Dentsply, Petrópolis, RJ, Brasil);

b) enxágüe com jato de ar/água por 15 s;

c) secagem com jato de ar por 30s;

**d)** delimitação da área de adesão com fita adesiva, contendo um orifício de 8,45mm de diâmetro e área equivalente a 56,0 mm<sup>2</sup>;

e) reumidecimento da superfície dentinária com 1,5 µL de água destilada através de micropipeta digital (Socorex Isba S.A., Ecublens/Lausanne, Suíça) e aguardo de 20s;

**f)** aplicação de 8 μL de *primer* do sistema adesivo Scotchbond Multiuso (3M ESPE (St. Paul, MN, EUA), também com micropipeta, sem agitação e aguardo de 15 s.

g) aplicação de jato de ar até evaporação total visível do solvente do primer,

h) aplicação de 8 µL de adesivo Scotchbond Multiuso (*bond*), também com micropipeta, agitação com microbrush e leve jato de ar para uniformização da camada de adesivo;  i) fotoativação com lâmpada halógena Optilux 501 (Kerr, Danbury, CT, EUA) com dose de 10J/cm<sup>2</sup>.

j) colocação da resina composta micro híbrida Filtek Z100 (3M ESPE (St. Paul, MN, EUA)), cor A3, em camadas de aproximadamente 1,5 mm de espessura, formando um bloco com 4,5 mm de altura sobre a superfície preparada.

k) fotoativação de cada incremento com dose de 18 J/cm<sup>2</sup>;

I) apoio de uma tira de poliéster e uma lâmina de vidro sobre a última camada de resina composta, o que regularizou a superfície e permitiu a obtenção de restaurações de resina composta com uma superfície "oclusal" plana e paralela à superfície de adesão. Fotoativação da última camada conforme descrito (Figura 4.3).



Figura 4.3 - Restauração dos dentes. A: adesivo Scoth Bond a ácido fosfórico a 37%; B: condicionamento ácido; C: lavagem; D: secagem; E: dente com área delimitada e condicionado; F: micropipeta digital Socorex; G: reumidecimento da superfície com água, com micropipeta digital; H: uniformização da água com pincel microbrush; I: ajuste da micropipeta para 8 microlitros; J E K: aplicação do *primer*, L:uniformização do *primer*; M e N: aplicação do *bond*; O: fotoativação do adesivo; P: colocação dos incrementos de resina;Q: anel guia para última camada de resina; R: última camada de resina plana e paralela a superfície de adesão; S: fotoativação; T: aspecto final do dente restaurado

A partir daí os dentes foram aleatoriamente divididos e os espécimes preparados conforme os grupos descritos abaixo.

### 4.3 PREPARO DOS ESPÉCIMES

Os dentes foram preparados e ciclados conforme será descrito abaixo, tomando-se o cuidado de armazenar todos os espécimes pelo mesmo período, que foi determinado pelo grupo com maior número de dias de ciclagem, correspondendo a 15 dias (13 dias para ciclagem térmica; 2 dias para ciclagem mecânica dispositivo Nova Ética; 7 horas para dispositivo de ciclagem mecânica por Microrotação) . Esta padronização no tempo de armazenagem buscou isolar a variável "tempo de imersão" e assim, igualar a degradação hidrolítica promovida pela armazenagem destes corpos-de-prova em água destilada.

4.3.1 Grupo Sem Ciclagem Térmica e Sem Ciclagem Mecânica- formato Palito (STSM-P) e Grupo Sem Ciclagem Térmica e Sem Ciclagem Mecânica- formato Haltere (STSM-H)

Os dentes deste grupo foram levados à máquina de corte (Isomet 1000, Buehler Ltd., Lake Bluff, IL, EUA), e utilizando um disco diamantado (Buehler Diamond Wafering Blade 11-4244, Buehler, Lake Bluff, IL, EUA) a uma velocidade de até 200 RPM, sob refrigeração, foram realizados 2 formas de preparo conforme o formato palito ou haltere:

a) Palito: em metade do dente foram feitos cortes de aproximadamente 2,0 mm de espessura em direção ao longo eixo do dente, inicialmente no sentido mésio-distal e depois no sentido vestíbulo lingual. Após isso, a base dos espécimes foi seccionada perpendicularmente ao seu longo eixo, obtendo-se corpos de prova no formato de tetrágono ("palito"), constituídos de dentina, adesivo e resina composta (Figura 4.4).



Figura 4.4 - Corte dos espécimes em palitos. A: Máquina de corte; B: Corte mésio-distal; C: colocação de cera entre as camadas; D: Dente com parte dos cortes; E e F: Corte vestíbulo-lingual; G: Corte perpendicular ao longo eixo; H e I: Aspecto final dos palitos

Os corpos-de-prova obtidos foram individualmente colados a um dispositivo, desenvolvido por Geraldeli S. (Perdigão et al., 2002) para o teste de microtração, com o auxílio de cola de cianocrilato (Loctite Super Bonder Gel, Henkel Ltda., Itapevi, SP, Brasil), que foi instantaneamente polimerizada através de uma fina camada de dimetil-p-toluidina (Clássico, São Paulo, SP, Brasil). Os espécimes foram então levados a máquina de ensaios universais KRATOS a 1,0 mm/min (São Paulo, Brasil) (Pashley et al., 1999) (Figura 4.5).



Figura 4.5 - Ensaio de microtração dos palitos. A: Máquina de Ensaios Universais Kratos; B: Garra de Geraldeli; C: Garras fixadas na máquina de ensaios universais Kratos; D: registro das dimensões do palito; E: Palitos prontos para o ensaio de microtração; F: colagem dos palitos nas Garras de Geraldeli; G: secagem da cola dos palitos; H: ensaio de tração a 1,0 mm/min

b) Haltere: а outra metade do dente recebeu cortes de fatias de aproximadamente 2,0 mm da mesma forma que anteriormente relatado para obtenção de palitos. A partir de então, foram usinados com ponta diamantada refrigerada (1093 FF, KG Sorensen) em turbina de alta rotação adaptada a equipamento para confecção de espécimes em formato de haltere (Microspecimen Former, Universidade de Iowa) (De Munck et al., 2007a; De Munck et al., 2005c). Este dispositivo possui uma pinça que fixa o espécime, possibilitando movimentos de rotação em seu longo eixo e, simultaneamente, deslocando-o paralelamente ao seu longo eixo. Desta forma, ao final da usinagem foram obtidos corpos em formato de haltere composto de dentina, adesivo e resina, com sua porção central cilíndrica com cerca de 1,0 mm de diâmetro (Figura 4.6).



Figura 4.6 - Preparo dos espécimes em formato de haltere. A e B: Dispositivo para torneamento; C e D: torneamento em alta rotação com broca diamantada

Os halteres obtidos foram submetidos ao teste de microtração através do uso de dispositivos (DICKS) (Figura 4.7), nos quais os halteres foram adaptados sem a utilização da cola. Foram então levados a máquina de ensaios universais Kratos a 1,0 mm/min (São Paulo, Brasil). Tomou-se o cuidado de se trocar as pontas diamantadas a cada dois dentes, como forma de diminuir a indução de tensões geradas na usinagem por pontas com corte possivelmente já desgastado.



Figura 4.7 - Ensaio de microtração dos halteres. A: Garras fixadas na máquina de ensaios universais Kratos; B: Dicks para microtração; C: Registro das dimensões do haltere; D: halteres prontos para microtração; E: proteção acrílica acoplada ao Dick para evitar perda do espécime; F: apoio da haltere nos Dick sem utilização de cola; G: teste de microtração a 1,0 mm/min; H: haltere fraturado

4.3.2 Grupo Com Ciclagem Térmica e Sem Ciclagem Mecânica- formato Palito (CTSM-P) e Grupo Com Ciclagem Térmica e Sem Ciclagem Mecânica- formato Haltere (CTSM-H)

Os dentes foram submetidos à ciclagem térmica: 10.000 ciclos térmicos (5 - 55°C, 1 minuto de imersão em cada banho- aproximadamente 12 dias) (Figura 4.8). A partir daí, os mesmos passos dos grupos anteriores foram seguidos para confecção dos palitos e dos halteres, bem como para o teste de microtração.



Figura 4.8 - Máquina de ciclagem térmica. A: vista frontal da máquina; B: Marcador digital indicando 5 e 55°C

# 4.3.3 Grupo Sem Ciclagem Térmica e Com Ciclagem Mecânica dispositivo Nova Ética- formato Palito (STNE- P) e Grupo Sem Ciclagem Térmica e Com Ciclagem Mecânica dispositivo Nova Ética- formato Haltere (STNE- H)

Os dentes deste grupo foram conduzidos aos seguintes procedimentos: já restaurados foram levados a um dispositivo dinâmico de carregamento cíclico (dispositivo Nova Ética, LTDA- Brasil), com capacidade para testes simultâneos em 4 corpos-de-prova em imersão, em água destilada. A temperatura da solução foi controlada em 37°C. O ensaio de desgaste foi executado a partir do deslocamento da ponta de poliacetal adaptada na extremidade do atuador, que entrou em contato com os dentes e realizou rotação de 30° no sentido horário, com uma carga máxima regulada em 10 kgf (aproximadamente 98 N). Em seguida, a ponta rotacionou no sentido anti-horário, com um alívio até a carga zero. Ao levantar a ponta, determinou-se o fim de um ciclo mecânico (Figura 4.9).



Figura 4.9 - Simulador Nova Ética. A: vista frontal da máquina; B e C: Pontas de Poliacetal; D:Marcador digital para registro do número de ciclos; E: Pistões para torção de 30<sup>0</sup>

A programação ajustada numa freqüência de 4 Hz teve um total de 500.000 ciclos (aproximadamente 3 dias). O desligamento do equipamento ocorreu automaticamente ao final da programação, além da memorização dos ciclos efetuados. Logo após o término da Ciclagem Mecânica, foram confeccionados os palitos e halteres e conduzidos para o teste de microtração, conforme descrito previamente.

# 4.3.4 Grupo Com Ciclagem Térmica e Com Ciclagem Mecânica dispositivo Nova Ética- formato Palito (CTNE- P) e Grupo Com Ciclagem Térmica e Com Ciclagem Mecânica dispositivo Nova Ética- formato Haltere (CTNE- H)

Os dentes foram submetidos à ciclagem térmica: 10.000 ciclos térmicos (5 - 55°C, 1 minuto de imersão em cada banho). Foram então encaminhados à ciclagem mecânica com dispositivo Nova Ética (500.000 ciclos- 98N- 4 Hz), conforme já descrito.

A partir daí, seguiram-se os mesmos passos para o corte e posterior teste de microtração, já mencionados para os palitos e para os halteres.

# 4.3.5 Grupo Sem Ciclagem Térmica e Com Ciclagem Mecânica dispositivo Microrotação- formato Palito (STMR- P) e Grupo Sem Ciclagem Térmica e Com Ciclagem Mecânica dispositivo Microrotação- formato Haltere (STMR- H)

Os espécimes preparados conforme descrito previamente, tanto para confecção do palito como do haltere foram levados a um dispositivo de Microrotação (Microspecimen Former, Universidade de Iowa) (De Munck et al., 2007a; De Munck et al., 2005c), e girados a 4 Hz no seu eixo principal, induzindo tensões senoidais à superfície exterior da interface dente/resina. Ao longo do teste de carregamento cíclico, o espécime foi borrifado automaticamente com água destilada a 37<sup>o</sup> C, e a temperatura mantida constante. Os espécimes foram acompanhados até a ruptura ou até que fossem alcançados 10<sup>5</sup> ciclos (aproximadamente 7 h) (Figura 4.10). Os que não romperam foram levados ao ensaio de microtração, conforme previamente descrito



Figura 4.10 - Simulador por Microrotação. A:Vista panorâmica da máquina; B: Mandris para acoplamento dos espécimes; C: Espécimes posicionados; D: Marcador digital indicando 0 ciclos; E: Espécimes sendo girados; F: Marcador digital indicando o número de ciclos efetuados; G e H: espécime fraturado

A tensão máxima induzida foi calculada em um trabalho piloto, fixando-se a tensão máxima inicial em 60% daquela registrada nos testes de resistência à tração, sendo as cargas ajustadas de 5 em 5% para mais ou para menos de acordo com os valores de resistência de união obtidos. Utilizou-se, para isso, a fórmula de Wiskot (Wiskott et al., 1994):

Onde Smax foi o máximo de tensão induzida, F foi a força aplicada, I foi o comprimento e d foi o diâmetro do palito.

O peso padrão confeccionado para induzir tal tensão foi determinado assim em 10 gramas.

# 4.3.6 Grupo Com Ciclagem Térmica e Com Ciclagem Mecânica dispositivo Microrotação- formato Palito (CTMR- P) e Grupo Com Ciclagem Térmica e Com Ciclagem Mecânica dispositivo Microrotação- formato Haltere (CTMR- H)

Os dentes foram submetidos à ciclagem térmica: 10.000 ciclos térmicos (5 - 55°C, 1 minuto de imersão em cada banho).

Os espécimes preparados conforme descrito previamente, tanto para confecção do palito como do haltere foram levados a um dispositivo de Microrotação (Microspecimen Former, Universidade de Iowa) (De Munck et al., 2007a; De Munck et al., 2005c). Os que não fraturaram foram então levados ao teste de microtração.

# 4.4 PREPARO E ANÁLISE DOS ESPÉCIMES EM MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA

Três palitos e três halteres representativos de cada grupo foram fixados em fita dupla face de carbono sobre *stubs* metálicos, com a interface adesiva aderida para cima, e dispostos paralelamente uns aos outros (Figura 4.11). Os *stubs* foram então deixados 24 horas em estufa, e então metalizados com ouro (Recobridor MED020, Bal-Tec, Balzers, Liechtenstein). A obtenção das imagens foi feita por microscópio eletrônico de varredura (MEV) (Quanta 600F, FEI, Brno, República Theca).



Figura 4.11 - Stubs com espécimes preparados para MEV. A: espécimes embutidos e metalizados; B: vista lateral dos espécimes

## 4.5 ANÁLISE DOS ESPÉCIMES POR ELEMENTOS FINITOS

Os suportes e corpos de prova foram medidos e modelados em CAD no software Autodesk Inventor e exportados para o programa gerador de malhas Altair Hypermesh. Uma vez gerada a malha, foi utilizado o programa Ls-PrePost para determinar os parâmetros da simulação (contato, velocidade prescrita em nós, plano de leitura da força resultante, controles, passo de tempo, escalonamento de massa), calibrando a simulação numérica para ser processada no programa de elementos finitos Ls-Dyna v917R4.2.1 da LSTC. Os resultados deste processamento foram visualizados pelo programa Altair Hyperview e exportados na forma de gráficos e figuras.

A simulação numérica foi rodada com equacionamento explícito e um escalonamento de massa, de modo a aumentar o passo de tempo, reduzindo então o tempo necessário para o processamento dos dados de meses para horas.

De modo a melhor comparar os resultados provenientes da simulação por elementos finitos com os observados experimentalmente, foram mimetizados a forma da máquina de impor o deslocamento através de uma transição suave de velocidades do estado parado para a velocidade do teste em si (1mm/min), como pode ser observado na Figura 4.12. Esse detalhe é importante de modo a acelerar os elementos vagarosamente, uma vez que altas acelerações gerariam ondas mecânicas e conseqüentes oscilações de tensão nos resultados.



Figura 4.12 - Curva de velocidade. Velocidade imposta na parte de cima do suporte ligado a dentina em ambos os tipos de testes, mimetizando as curvas da máquina e impedindo geração de ondas de choque devido a aceleração abrupta

Ainda com o intuito de aproximar a simulação do ensaio experimental, os valores de força foram medidos em um plano próximo aos nós nos quais o deslocamento foi imposto, obtendo uma leitura de força mais próxima possível da célula de carga instalada na máquina de ensaios.

A tabela abaixo (Tabela 4.2) contém os valores dos módulos de elasticidade e coeficientes de Poisson dos materiais utilizados no corpo de prova (dentina, adesivo e resina) e dos suportes do palito (Alumínio) e do haltere (Aço) (Braga et al., 2010).

Motorial	Módulo de Elasticidade	Poisson	Falha tração
Material	[GPa]	[-]	[MPa]
Aço	210	0,3	-
Alumínio	70	0,33	-
Dentina	18	0,3	-
Resina	9	0,25	-
Adesivo	2	0,3	16

Tabela 4.2 - Materiais e propriedades elásticas

#### 4.5.1 Geometria e malha do Palito

Os suportes foram construídos em programa de CAD, a partir de medições dos exemplares utilizados no estudo. A figura abaixo mostra a geometria e medidas dos suportes, bem como a representação simplificada do espécime 'palito' (Figura 4.13).



Figura 4.13 - Dispositivo Geraldeli e espécime em formato de Palito. Desenhos técnicos do suporte (a) e corpo de prova (b) feitos no software Autodesk Inventor e geometria do conjunto montado já importada no software Altair Hypermesh

Posteriormente, o espécime foi inserido no arranjo composto pelos dois suportes. Nessa montagem (Figura 4.14), ficam claras as partes constituintes do espécime, ou seja, dentina (cinza claro) e resina (bege); e uma linha tênue unindo ambas (adesivo).



Figura 4.14 - Malha do palito. 5 elementos na espessura do adesivo (10µm de comprimento cada um), a dentina na parte direita e a resina na parte esquerda

A malha de elementos finitos foi criada a partir da seção quadrada do palito, com 20 x 20 elementos, tamanho médio de 0,1mm. Ao longo do comprimento do adesivo, foram colocados 5 elementos. A interface palito-suporte foi simplificada ao se "casar" a malha de ambos, eliminando a necessidade de implementar algoritmos de contato. A malha do suporte se propaga a partir do palito, de forma a manter sempre elementos hexaédricos (Figura 4.15). Do espécime ao ponto de fixação do suporte às garras, os elementos se tornam maiores, de forma a reduzir o custo computacional.



Figura 4.15 - Malha do suporte Geraldeli. Uma vez que a resistência do adesivo unindo o corpo de prova aos suportes é muito superior a resistência do adesivo que une dentina e resina, o contato entre corpo de prova e suporte é feito nó a nó

Os suportes são feitos de alumínio e modelados como tal. Os materiais para os diferentes componentes foram definidos como sendo elásticos, MAT\_ELASTIC no LS-Dyna. Para o adesivo, em especial, foi inserido critério de falha, MAT\_ADD\_EROSION, de forma a remover os elementos que possuíssem tensão equivalente acima da admissível.

Quanto às condições de contorno, as faces das extremidades dos suportes, lado oposto ao espécime, foram selecionadas para aplicar restrições. Na porção inferior, os deslocamentos foram restringidos. Na superior, deslocamento na direção de tração foi aplicado, enquanto que os deslocamentos perpendiculares foram restringidos.

Importante ressaltar que o deslocamento imposto inclui a curva de aceleração suavizada, de forma a diminuir a oscilação nos resultados de força.

### 4.5.2 Geometria e malha do Haltere

Os suportes para ensaio de espécimes do tipo "haltere" foram medidos e modelados em CAD (Figura 4.16).



Figura 4.16 - Dispositivo Dick e espécime em formato de haltere. Desenhos técnicos do suporte (a) e corpo de prova (b) feitos no software Autodesk Inventor e geometria do conjunto montado já importada no software Altair Hypermesh

Os ganchos superiores de fixação foram removidos de forma a simplificar a criação da malha em elementos finitos. O suporte foi modelado com 10 elementos na região do contato com o haltere, além de ser, em sua totalidade, composto por hexaedros (Figura 4.17).



Figura 4.17 - Malha do suporte Dick. (a) Malha em detalhes do suporte e do corpo de prova (b) com 5 elementos na espessura do adesivo (10μm de comprimento cada um), a dentina na parte superior e a resina na parte inferior

A malha do haltere foi criada tendo o cuidado de manter elementos hexaédricos em sua totalidade, além de aumentar o número de elementos na região do raio que entra em contato com o suporte. Da mesma forma que o palito, a camada de adesivo é composta por 5 elementos na espessura.

O haltere foi posicionado de forma a tocar levemente as superfícies do suporte, tal a diminuir a oscilação dos resultados devido à intermitência do contato entre espécime e suporte (Figura 4.18).



Figura 4.18 - Malha do Dick com haltere apoiado. Detalhe do posicionamento do corpo de prova em relação aos suportes, com a malha em destaque. É atribuído um deslocamento compatível com o da maquina na parte de cima do suporte superior e este entra em contato com o corpo de prova

Da mesma forma que o palito, todos os componentes foram modelados com material elástico. O suporte do haltere, porém, é feito de aço e possui propriedade conforme a Tabela 4.2.

Os nós da região do pino-garra, na porção oposta ao espécime, foram utilizados para aplicação das condições de contorno de: engatamento no suporte inferior e aplicação do movimento somente na direção de afastamento dos suportes. Assim como feito com o 'palito', a curva de aplicação suave de deslocamento evita oscilação dos resultados.

### **5 RESULTADOS**

### 5.1 TESTE DE MICROTRAÇÃO

O padrão de fratura foi avaliado em aumento de 40X em microscópio óptico (HMV-2, Shimadzu, Tokyo, Japão) e seria classificado como: Coesiva (fratura exclusivamente coesiva em substrato dentinário ou resina composta; Adesiva/ mista (fratura localizada na interface resina/dentina ou mista com falhas coesivas dos substratos adjacentes) (Reis et al., 2003). Contudo, todos os espécimes apresentaram fratura do tipo adesiva/mista.

O número de palitos e halteres fraturados prematuramente durante o corte ou usinagem (no caso dos halteres) foi registrado para cada dente com a finalidade da análise percentual de espécimes perdidos. O cálculo da porcentagem de perdidos foi feito considerando-se que cada dente é capaz de fornecer 5 palitos e 5 halteres. Foram conseguidos uma média de 3 palitos e de 2 halteres por dente, indicando que 40% dos palitos e 60% dos hateres foram perdidos no preparo. A maior perda de halteres é evidente, e deflagra a dificuldade de se obtê-los pela criticidade da técnica de confecção dos mesmos.

A área de secção transversal de cada palito e de cada haltere foi mensurada através de um paquímetro digital (Absolute Digimatic, Mitutoyo, Tokyo, Japão) e registrada para o posterior cálculo da resistência de união. Foi analisado o coeficiente de variação das áreas de secção tranversal dos palitos e dos halteres separadamente, não havendo diferenças estatisticamente significantes entre os grupos para cada formato.

Com os valores da carga de ruptura de cada espécime (kgf) e da área dos mesmos (em mm<sup>2</sup>) foram obtidos os valores de tensão nominal de ruptura em MPa. Os dados foram submetidos à análise de normalidade e homocedasticidade. Observou-se que os dados apresentaram distribuição normal e homocedásticidade o que permitiu a análise de variância. Também foi realizado teste de Tukey. A tabela abaixo (Tabela 5.1) apresenta os resultados de análise de variância dos valores de tensão nominal de ruptura.

FONTE DE	SOMA		QUADRADOS		
VARIAÇÃO	QUADRADOS	GL	MÉDIOS	RQM	Р
FORMATO (FORM)	453,39	1	453,39	14,5	0,000
CICLAGEM					
TÉRMICA (T)	52,59	1	52,59	1,68	0,200
CICLAGEM					
MECÂNICA (M)	33,63	2	16,81	0,54	0,587
FORMXT	23,32	1	23,32	0,75	0,391
ТХМ	46,87	2	23,43	0,75	0,477
FORM X M	18,42	2	9,21	0,29	0,746
FORM X T X M	22,58	2	11,29	0,36	0,698
ERRO	1875,94	60	31,27		
VARIAÇÃO TOTAL	2526,74	71			

Tabela 5.1 - Análise de variância dos valores das resistências de união

A interação tripla FormatoXCiclagem TérmicaXCiclagem Mecânica não foi significante(p=0,698), bem como a interação 2 a 2 dos mesmos fatores: FORM xT (p=0,391); TxM (p=0,477); FORM xM (p=0,746).

No que se refere ao fator Formato do espécime observa-se que os valores de resistência de união obtidos para os Halteres são maiores que os obtidos para os Palitos, sendo esta diferença extremamente significante (p=0,000) (Tabela 5.2).

Tabela 5. 2 - Análise da condição experimental "Formato do espécime". Valores de tensão de ruptura em MPa. Letras diferentes indicam diferença estatisticamente significante. Nível de significância p<0,05

FORMATO	MÉDIAS E DESVIO PADRÃO
HALTERE	16,1 <u>(2,52)<sup>a</sup></u>
PALITO	11,1 <u>(1,87)<sup>b</sup></u>

No que se refere ao fator Ciclagem Térmica, observou-se que os valores de união dos grupos Sem ciclagem foram um pouco maiores do que os grupos Com ciclagem, porém esta diferença não foi estatisticamente significante (p=0,2) (Tabela 5.3).

Tabela 5.3 - Análise da condição experimental "Ciclagem Térmica". Valores de tensão de ruptura em MPa. Letras diferentes indicam diferença estatisticamente significante. Nível de significância p<0,05

CICLAGEM TÉRMICA	MÉDIAS E DESVIO PADRÃO
SEM	14,5 <u>(3,80)</u> <sup>a</sup>
COM	12,8 <u>(2,58)</u> a

Quanto ao fator Ciclagem Mecânica, os valores dos grupos Sem Ciclagem foram muito semelhantes aos obtidos nos grupos ciclados pelo sistema Nova Ética, bem como pelo sistema por Microrotação, não apresentando diferença estatística alguma entre eles (p=0,587) (Tabela 5.4).

Tabela 5.4 - Análise da condição experimental "Ciclagens Mecânicas". Valores de tensão de ruptura em MPa. Letras diferentes indicam diferença estatisticamente significante. Nível de significância p<0,05

CICLAGEM MECÂNICA	MÉDIAS E DESVIO PADRÃO
SEM MECÂNICA (SM)	13,0 <u>(3,22)</u> <sup>a</sup>
SISTEMA NOVA ÉTICA (NE)	13,3 <u>(3,75)</u> ª
SISTEMA MICROROTAÇÃO (MR)	14,6 <u>(3,47)<sup>a</sup></u>

O teste de Tukey foi aplicado na intenção de se verificar diferenças entre as médias de resistência das condições experimentais (p>0,05). Os valores das médias e os respectivos desvios padrões dos grupos estão descritos na tabela abaixo (Tabela 5.5).

Tabela 5.5 - Médias e respectivos desvios-padrão de cada grupo experimental. Valores de tensão de ruptura em MPa. Letras iguais indicam semelhança estatistica. Nível de significância p>0,05

Formato do	Condição	
espécime	experimental	PADRÃO
Palito	STSM-P	11,41 (1,87) <sup>a</sup>
Haltere	STSM-H	15,86 (5,07) <sup>a</sup>
Palito	CTSM-P	9,9 (4,93) <sup>a</sup>
Haltere	CTSM-H	15,0 (8,33) <sup>a</sup>
Palito	STNE-P	9,41 (1,79) <sup>a</sup>
Haltere	STNE-H	17,12 (8,02) <sup>a</sup>
Palito	CTNE-P	10,72 (2,29) <sup>a</sup>
Haltere	CTNE-H	15,74 (6,60) <sup>a</sup>
Palito	STMR-P	13,37 (4,29) <sup>a</sup>
Haltere	STMR-H	19,68 (5,36) <sup>a</sup>
Palito	CTMR-P	11,87 (3,33) <sup>a</sup>
Haltere	CTMR-H	13,39 (8,78) <sup>a</sup>



Figura 5.1 - Dispersão das condições experimentais

Nota-se que as condições experimentais apesar de apresentarem resultados numericamente diferentes (Figura 5.1), foram todas estatisticamente semelhantes entre si, ou seja, os valores de resistência de união do grupo não ciclado foram semelhantes aos dos grupos ciclados térmico-mecanicamante (Tabela 5.5).

Para os grupos que sofreram o envelhecimento por Microrotação (STMR-P; STMR-H;CTMR-P;CTMR-H), esperava-se que alguns halteres sofreriam ruptura antes de completarem os 10<sup>5</sup> ciclos, sendo possível registrar o número de rotações que suportaram para posterior análise estatística. Contudo nenhum espécime fraturou durante o referido protocolo.

## 5.2 MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA

Três palitos e três halteres representativos de cada grupo foram analisados em MEV. Um fato a ser destacado para os espécimes em formato de haltere é a nítida presença de ranhuras e linhas de fratura nas bordas dos espécimes usinados (Figura 5.2).



Figura 5.2 - MEV da dentina de um Haltere evidenciando defeitos provocados na usinagem. A: as setas indicam trincas na dentina usinada; B: nítidos riscos provocados pela ponta diamantada

Notou-se que alguns espécimes apresentaram porosidades na interface (Figura 5.3).



Figura 5.3 - MEV da dentina de um Palito evidenciando presença de porosidades. A: as setas indicam porosidades, que provavelmente provocaram a diminuição dos valores de resistência de união

Em um maior aumento (350 X), pode-se observar parte dos túbulos dentinários abertos após o teste de microtração (Figura 5.4).



Figura 5.4 - MEV dos túbulos dentinários parcialmente expostos

Não se puderam identificar diferenças visuais quanto a um padrão de degradação dos espécimes ciclados e não ciclados, obervando-se interfaces com características muitos semelhantes entre os grupos. Conforme já fora verificado em microscopia óptica, os espécimes apresentaram fraturas do tipo adesiva-mista (Figura 5.5).



Figura 5.5 - MEV de fratura do tipo adesiva mista para haltere e palito. A e B: haltere com fratura do tipo adesiva-mista, sendo A dentina e o B resina; C e D: palito com fratura do tipo adesiva-mista sendo C dentina e D resina

## **5.3 ELEMENTOS FINITOS**

## 5.3.1 Palito

Os resultados das tensões foram obtidos na região próxima à fixação, utilizando o recurso de \*Section\_Force, que computa a tensão em uma seção



escolhida. Os resultados obtidos dessa forma são mais estáveis do que aqueles advindos diretamente das condições de contorno.

Figura 5.6 - Distribuição de tensões no palito. Distribuições de tensões (a) de Von Mises e (b) axial (em Y) do suporte e do adesivo na sua interface com a resina, além do detalhe no momento da falha (c) e dos elementos da dentina na interface com o adesivo



Figura 5.7 - Tensão x Tempo para o palito. Evolução temporal da tensão axial de elementos próximo ao suporte, no meio e na extremidade mais afastada do suporte, além da divisão da evolução da força pela área do corpo de prova

Observou-se que a distribuição das tensões ao longo da interface do palito não foi homogênea, variando de acordo com o ponto escolhido, fato facilmente identificado pelas áreas vermelhas, que indicam alta tensão de tração, e pelas áreas azuis que indicam que o corpo chegou a sofrer compressão (Figura 5.6). O mesmo é observado no gráfico tensão x tempo, no qual a linha vermelha representa o ponto aderido a garra, a linha verde um ponto no meio do palito, e a linha azul a extremidade livre de colagem. A linha roxa representa uma tensão média obtida pela força dividida pela área (Figura 5.7).

### 5.3.2 Haltere

De forma similar ao aplicado para o palito, os resultados de força foram computados a partir de uma seção do espécime, na região cilíndrica.



Figura 5.8 - Distribuição de tensões no haltere. Distribuições de tensões (a) de Von Mises e (b) axial (em Y) do adesivo na sua interface com a resina, além do detalhe no momento da falha (c) e dos elementos da dentina na interface com o adesivo



Figura 5.9 - Tensão x tempo para o haltere. Evolução temporal da tensão axial e de Von Mieses de elementos no centro do cilindro e na sua superfície externa, além da divisão da evolução da força pela área do corpo de prova

Observou-se que as tensões de tração se distribuíram de forma uniforme na superfície no haltere, fato comprovado pela uniformidade da cor verde na superfície

do modelo (Figura 5.8) e pela concordância das linhas de tensão nos diferentes pontos utilizados: um central e um no bordo da circunferência. (Figuras 5.9)

Com o intuito de verificar se ao longo da resina, da dentina e do adesivo as tensões no haltere foram constantes, selecionaram-se pontos ao longo da superfície do cilindro para aferição das tensões (Figura 5.10). Foi possível observar que as tensões foram constantes para cada um dos referidos materiais (Figuras 5.11, 5.12 e 5.13). A tensão também se mostrou constante ao longo de todo cilindro como observado na Figura 5.14.



Figura 5.10 - Elementos ao longo da superfície do cilindro para verificação da homogeneidade da tensão ao longo do mesmo. Total de 11 elementos, sendo 4 na dentina, 4 na resina e 3 no adesivo.



Figura 5.11 - Evolução temporal da tensão axial de elementos na superfície da dentina ao longo do cilindro.


Figura 5.12 - Evolução temporal da tensão axial de elementos na superfície do adesivo ao longo do cilindro.



Figura 5.13 - Evolução temporal da tensão axial de elementos na superfície da resina ao longo do cilindro.



Figura 5.14 - Evolução temporal da tensão axial média ao longo da superfície do cilindro de elementos de cada material.

#### 6 DISCUSSÃO

O sucesso clínico das restaurações adesivas está diretamente ligado a durabilidade da interface, que é o seu ponto mais crítico. Estas interfaces devem ser capazes de resistir aos muitos desafios bucais a que são submetidas. Dentre eles, destacam-se as alterações térmicas provocadas por alimentos ou hábitos de respiração bucal, e ainda alterações mecânicas provocadas pela mastigação e hábitos parafuncionais (apertamento e bruxismo).

Não é adequado, portanto, apenas avaliar o sucesso ou insucesso de um procedimento restaurador logo após sua realização, mas sim após longos anos de uso. Van Meerbeek et al., (2004), em um estudo clínico, demonstrou que pelo menos 40 % das restaurações adesivas classe V apresentavam degradação marginal após 2 anos de uso, e quase 100% delas após 3 anos.

Nos sistemas adesivos *three-step etch&rinse*, a confecção destas interfaces impõem procedimentos técnicos que devem ser rigorosamente seguidos pelo operador para que se obtenha uma adesão adequada, principalmente quando o substrato em questão é a dentina. Neste substrato é necessária a manutenção de uma umidade ideal, que permita a permeação dos monômeros resinosos pelas fibrilas colágenas. É necessário ainda que se realize a remoção da *smear-layer* através do condicionamento ácido da superfície, sem contudo, expor áreas de fibrila colágena incapazes de serem permeadas pelos monômeros.

Avaliar clinicamente as interfaces adesivas seria o ideal para avaliar seu sucesso, dada a complexidade das condições orais a que são submetidas. Contudo estes estudos esbarram em normativas éticas, além de serem demorados e de difícil execução e padronização de variáveis. Desta forma, os métodos laboratoriais que utilizam o envelhecimento acelerado das restaurações adesivas vêm sendo amplamente utilizados, e considerados como uma forma adequada de se prever, ainda que laboratorialmente, o desempenho dos materiais restauradores.

Ainda que seja difícil estabelecer correlações clínicas diretas entre os estudos laboratoriais e as reais condições clínicas, os ensaios *in vitro* permitem ranquear os materiais bons e ruins, e com a utilização dos bons prever uma maior durabilidade da restauração.

É importante destacar que apesar de serem amplamente utilizados, os métodos de envelhecimento ainda não apresentam uma padronização adequada na literatura.

## 6.1 CICLAGEM TÉRMICA

A norma ISO TR 11450 1994, propõem quanto ao número de ciclos, 500 para protocolos de ciclagem térmica em restaurações adesivas. Porém este valor tem se mostrado inadequado para simular em longo prazo a durabilidade de um material, já que Gale e Darvell (1999) demonstram que na cavidade oral ocorrem de 20 a 50 ciclos por dia, ou seja, 10.000 ciclos corresponderiam a 1 ano de função clínica.

Isto é confirmado por um estudo que utilizou a norma ISO e não verificou diferença alguma nos valores de resistência de união e microinfiltração de adesivos (Li et al., 2002a).

Outro estudo por outro lado, sugere que quando num regime de muitos ciclos, o efeito deletério seria provocado pela água. Este observa redução nos valores de resistência de união quando aplicados 30.000 ciclos e os atribui a degradação hidrolítica. (Miyakazi et al.,1998)

Sob condições normais, a superfície dental sofre com temperaturas de 15-45 <sup>o</sup>C (Peterson et al., 1966). Entretanto alimentos congelados podem chegar a 4<sup>o</sup>C. Enquanto alguns autores demonstram que uma temperatura entre 0<sup>o</sup>C e 67<sup>o</sup>C seriam adequadas para realização da termociclagem em materiais odontológicos. (Palmer et al., 1992), outros demonstram que temperaturas entre 5 <sup>o</sup>C e 55<sup>o</sup>C abrangeriam a escala térmica que realmente ocorre na cavidade oral (Ernest et al., 2004).

A ISO standard 1994 sugere como tempo adequado de imersão pelo menos 20 segundos em cada banho. Diferentemente da recomendação da ISO 1994, Price et al. (2003b) têm recomendado, como melhor forma de simular a situação clínica, uma permanência curta (não mais de 15 segundos), já que pacientes seriam incapazes de tolerar o contato direto em dentes vitais, de temperaturas extremamente frias ou quentes por longos períodos (Causton et al., 1984; Hossomando; Wendt, 1995).

Entretanto, outro estudo utilizou um maior tempo de imersão como forma de solicitar mais rigorosamente o material, verificando diferenças estatisticamente significantes para os corpos não ciclados e ciclados com 1.000 ciclos térmicos (5 e 55<sup>0</sup>C) e 60 segundos de tempo de imersão (Lodovici et al., 2009).

Os efeitos da termociclagem são ainda dependentes de fatores como o tipo de sistemas adesivos e seus monômeros funcionais, do fator C e da profundidade da cavidade, do substrato e da preparação da superfície (Gale; Darvell; 1999).

Como descrito no capítulo 2.4.1 da revisão de literatura, muitos parâmetros para ciclagem térmica são encontrados, variando quanto ao número de ciclos, tempo e temperatura de imersão. O uso de 10.000 ciclos térmicos, a 5<sup>o</sup>C e 55<sup>o</sup>C, com 1 minuto de imersão em cada banho, protocolo utilizado neste estudo, apesar de não ter conduzido a resultados estatisticamente diferentes entre os grupos ciclados e não ciclados promoveu diminuição numérica nos valores de resistência, fato evidenciado na Figura 5.1, na qual se observa uma tendência dos grupos com ciclagem térmica (CT) apresentarem valores menores de tensão de ruptura do que os sem térmica (ST).

A utilização de 10.000 ciclos corresponderia segundo Gale e Darvell (1999), a 1 ano clínico. Assim, considerando que as falhas clínicas começam a ser mais evidentes em restaurações com mais de 2 anos de uso, poder-se-ia especular que 10.000 ciclos térmicos (1 ano clínico) ficaram aquém da capacidade de degradar a interface a contento. Contudo, outro estudo encontrou diferenças significantes a partir de 1.000 ciclos térmicos (Lodovici et al., 2009).

A semelhança estatística para os grupos ciclados e não ciclados também foi observada por Nikaido et al. (2002), para corpos de prova confeccionados em *flat*, conforme os deste trabalho. Este autor observou, contudo, que para cavidades tipo classe I tal protocolo seria capaz de reduzir os valores de resitência de união. Nesse contexto, cabe esclarecer que a tensão gerada em interfaces adesivas, durante a contração de polimerização, é diretamente proporcional a relação entre área de restauração unida e área livre (fator C) (Feilzer et al., 1987) e do volume (Carvalho et al., 1996a). Neste trabalho, a área de superfície unida refletiu-se em um baixíssimo fator C. Isto pode ter resultado em baixa geração de tensões nas interfaces adesivas durante a contração de polimerização e conseqüente baixa solicitação das interfaces. Em outro ensaio, Price et al. (2003b), demonstraram que o efeito da

ciclagem térmica só foi significante na redução da resistência de união para espécimes com alto valor de fator C.

Li et al. (2002a) também não verificou nenhuma diferença para os protocolos de ciclagem térmica por ele empregados, a 5 e 55<sup>0</sup>C, mesma temperatura de imersão utilizada neste estudo.

Em outro estudo, Visintini et al. (2008), encontrou diferenças significantes em restaurações do tipo classe I para 20.000 ciclos térmicos (5 e 55<sup>o</sup>C, 30 segundos de imersão), somente para um dos tipos de adesivo. Outro estudo (Vicente et al., 2009) verificou que um mesmo protocolo de ciclagem térmica afetou de forma diferente os diversos materiais resinosos utilizados na colagem de brackets.

Fica evidente que o sistema adesivo de escolha está diretamente ligado a sensibilidade do teste de degradação térmica. O presente trabalho utilizou o adesivo ScothBond Multi-uso, considerado padrão ouro. A utilização de outro tipo de adesivo mais suscetível a degradação, como os de passo único, poderia assim ser capaz de deflagrar diferenças estatisticamente significantes com a mesma metodologia empregada (De Munck et al., 2003a).

É importante ainda ressaltar que todos os protocolos de padronização utilizados neste estudo, como o controle da umidade da dentina, aplicação de volumes iguais de *primer* e *bond* para todos os espécimes, e delimitação de uma área de adesão, permitem adequado controle das variáveis inerentes ao procedimento restaurador, o que poderia diminuir as variações das interfaces adesivas, e conseqüentemente a degradação das mesmas quando submetidas as ciclagens. É possível também que a confecção de corpos de prova com padronização de menor rigor na adesão, pudesse ter conduzido a diferenças estatisticamente significantes.

A ausência de diferenças estatísticas entre as diferentes condições de ciclagem (térmica e mecânica) pode ser um reflexo da alta variabilidade encontrada neste estudo. Um maior número de espécimes dentro de cada grupo poderia evidenciar diferenças entre as condições experimentais, no entanto isto foi inviável neste trabalho devido ao elevado tempo para confecção de cada espécime (15 dias).

#### 6.2 CICLAGEM MECÂNICA

Apesar de não ser possível precisar quantos ciclos mecânicos corresponderiam em boca aos ciclos mastigatórios, estudos de Braem (2001) e Lohbauer et al. (2008), acreditam que 10<sup>6</sup> ciclos mecânicos, corresponderia a 1 ano de vida clínica. Este cálculo parte da hipótese de que uma pessoa mastigaria 2700 vezes ao dia, em 3 períodos de 15 minutos e freqüência de 1 Hz.

De Munck et al. (2005c) consideraram que 10<sup>5</sup> ciclos corresponderiam a aproximadamente 2 anos de vida clínica.

Outro estudo, contudo, estabeleceu uma correlação bastante diferente: 250.000 ciclos corresponderiam a um ano clínico, e 1.200.000 a 5 anos (Mehl et al., 2007), encontrando diferenças estatísticas significantes a partir de 480.000 ciclos, ou mais.

Wiskott et al. (1994) ainda estabelece que 1.000.000 corresponderia a 20 anos clínicos.

A norma ISO TR 11450 1994, propõem 500 ciclos. Porém este valor tem se mostrado inadequado para simular em longo prazo a durabilidade de um material, pois se sabe que na cavidade oral ocorrem de 20 a 50 ciclos por dia, ou seja, 10.000 ciclos corresponderiam a 1 ano de função clínica (Gale; Darvell, 1999).

Isto é confirmado por autores que utilizaram a norma ISO e não verificaram diferença alguma nos valores de resistência de união e microinfiltração de adesivos (Li et al., 2002a).

#### 6.2.1 Ciclagem mecânica- Dispositivo Nova Ética

Neste trabalho utilizou-se a associação de 500.000 ciclos mecânicos (dispositivo Nova Ética), com aproximadamente 98N, força adequada aos valores apresentados na literatura em condições normais de mastigação (VanDer Bilt, 2011). Contudo, não foram encontradas diferenças estatísticas para os grupos ciclados mecanicamente por este dispositivo, nem quando aplicado isoladamente, nem quando associado à ciclagem térmica.

Frankerberger e Tay (2005b) encontraram diferenças significantes para 100.000 ciclos mecânicos quando associados a 2500 térmicos (5 e 55<sup>0</sup>C), contudo estas diferenças foram mais expressivas para sistemas adesivos auto-condicionantes do que para adesivos dito convencionais.

Ulker et al. (2010), em outro estudo, utilizaram a associação de 10.000 ciclos térmicos a 100.000 ciclos mecânicos, verificou valores significantes e não significantes de acordo com adesivo empregado, o que evidencia a dependência da capacidade de envelhecimento da interface ao tipo de sistema adesivo empregado no estudo.

O adesivo utilizado nesta pesquisa foi um adesivo dito padrão ouro (ScothBond Multiuso), menos suscetível a degradação do que os sistemas de passo único, em especial nas condições padronizadas em que foi empregado neste trabalho.

Osório et al. (2005b), relata diferenças significantes para apenas 5000 ciclos mecânicos, com 90N, contudo estas diferenças foram estatisticamente mais discrepantes nos grupos que associaram a imersão em NaOCI.

Lodovici et al. (2009), descreve diferenças para 500.000 ciclos mecânicos associados a 1.000 ciclos térmicos, evidenciando tanto queda nos valores de resistência de união, quanto aumento no número de palitos prematuramente fraturados nos grupos ciclados.

Já Darbyshire et al. (1988), não encontrou diferenças para 4.000 ciclos mecânicos e 500 ciclos térmicos. Bedran-de-Castro et al. (2004a, b), também não relata diferenças estatisticamente significantes nem para 100.000 ciclos mecânicos a 50N, nem para 50.000 a 80 N.

Al-turki et al. (2007), também não verificou diferenças significantes para1, 1.000 e 100.000 para o dispositivo de ciclagem por flexão, porém encontrou diferenças para o dispositivo ciclagem por contato. Concluí-se, assim, que o tipo de dispositivo também influiu diretamente nos resultados obtidos.

Em um trabalho prévio foram aplicados 0, 500.000, 1.000.000 e 2.000.000 de ciclos mecânicos, sendo encontradas diferenças significantes apenas para o grupo com 2.000.000 de ciclos, conforme demonstra tabela abaixo (Tabela 6.1).

Número de ciclos mecânicos	Resistência adesiva
0	21,71 (4,87) <sup>a</sup>
500.000	18,15 (8,30) <sup>a</sup>
1.000.000	16,37 (10,74) <sup>a,b</sup>
2.000.000	7,46 (6,14) <sup>b</sup>

Tabela 6.1 - Médias e respectivos desvios padrão (MPa) dos índices da resistência de união do fator "número de ciclos mecânicos" (letras diferentes indicam diferença estatística p<0,05)

Desta forma, 500.000 ciclos-10 Kgf, realizados no dispositivo Nova Ética podem ter sido insuficientes para conduzir a um envelhecimento estatisticamente mais evidente, tendo ficado aquém da capacidade de degradação do sistema adesivo utilizado.

#### 6.2.2 Ciclagem mecânica – dispositivo por Microrotação

Outro tipo de ciclagem mecânica foi utilizado neste estudo, a ciclagem por Microrotação. De Munk et al. (2005b, c), preconizou que a utilização de 10<sup>5</sup> ciclos por microrotação seriam capazes de promover degradação de forma a se obter um valor médio de resistência de união resina-dente diminuído, denominado por ele de uRFR. No presente estudo, a ciclagem por Microrotação não afetou de forma estatisticamente significante os valores de Resistência de União, nem quando aplicada isoladamente nem quando associada à ciclagem térmica.

Uma explicação para isto seria a utilização de um adesivo convencional, que promoveria uma boa hibridização da dentina. Em seus estudos, De Munck et al. (2005c) observou que a degradação era diferente para os diferentes tipos de adesivos- o sistema dito convencional (3 *step etch&rinse*) mostrou-se mais resistente a ciclagem do que o auto-condicionante (2 *step self etch*).

O referido autor, observou ainda que o susbtrato também pode interferir diretamente nos resultados da ciclagem, o que dificultaria a interpretação dos resultados. O desenho deste estudo, utilizando o mesmo dente para dois grupos distintos tentou descartar o fator "dente". Contudo a heterogeneidade do substrato dentina pode ter sido determinante nos valores obtidos.

Além disso, sabe-se que a falha no teste de ciclagem é o resultado, muitas vezes, da propagação de defeitos da interface. A realização criteriosa das interfaces adesivas sem presença de bolhas e porosidades pode diminuir o efeito das ciclagens, e conseqüentemente não revelar diferenças nos grupos ciclados e não ciclados.

Outro fator a ser discutido, é a tensão máxima induzida. Conforme retratado no capítulo 4.3.5, esta tensão foi calculada conforme uma fórmula e aplicada em um trabalho piloto. Contudo tais valores de tensão podem ter sido inferiores aos necessários para provocar a falha total da resistência de união com o número de ciclos empregados.

### 6.3 FORMATO DOS ESPÉCIMES/ ELEMENTOS FINITOS

O teste de resistência de união adesiva vem sendo amplamente utilizado na odontologia como forma de aferir a qualidade de novos materiais constantemente lançados no mercado.

A microtração em especial tem se mostrado como uma metodologia até certo ponto, confiável e precisa. Contudo, ainda é necessário o aprimoramento desta técnica, já que ainda apresenta algumas limitações (Scherrer et al., 2010).

Este estudo avaliou o quesito formato do espécime para microtração, e neste contexto observou-se uma diferença estatisticamente significante entre os grupos em formato de haltere e de palito, sendo os valores médios de resistência dos halteres superiores a dos palitos.

Alguns estudos (Phrukkanon et al., 1998a; Bouillaguet et al., 2001a; Inoue et al., 2003) têm relatado desvantagens para corpos de prova em formato de ampulheta, por observarem um maior número de fraturas prematuras, assimetria nos entalhes laterais e alta tensão induzido pela ponta diamantada durante a confecção do corpo-de-prova. No presente trabalho, o índice de fraturas prematuras para os halteres foi maior que para os palitos, corroborando com a literatura. Estas fraturas podem estar relacionadas à dificuldade na confecção dos espécimes, observando-se

no MEV áreas de trincas nas bordas dos espécimes usinados (Figura 5.2), que podem também justificar a maior variabilidade para os grupos em formato de haltere.

No entanto, os maiores valores de resistência de união para os halteres podem estar relacionados à melhor distribuição das tensões durante o tracionamento deste formato de espécime, já que mecanicamente o haltere é mais indicado para testes de microtração. Os corpos em formato de palito, por estarem aderidos parcialmente as garras podem levar a uma pior distribuição de tensões, sofrendo não apenas tração, mas compressão. Os halteres por sua vez, são apenas encaixados no dispositivo pela região do entalhe, sem a utilização de nenhum tipo de cola.

Quando na análise dos espécimes por elementos finitos verificou-se que as tensões no palito foram diferentes de acordo com a região de escolha. Observaramse áreas de alta tensão de tração (representadas pela cor vermelha), áreas de tensão de tração intermediárias (representadas pela cor verde), e até mesmo áreas de compressão (representadas pela cor azul) (Figura 5.6 e 5.7). Desta forma, notase que as áreas do palito aderidas a garra estão sofrendo tensões muito maiores do que aquelas áreas que estão livres de colagem. A linha roxa na Figura 5.7 apresenta o valor da força dividida pela área, valores estes utilizados para se obter uma tensão de ruptura utilizada na estatística deste trabalho. Fica claro que estes valores estão aquém da tensão de tração máxima suportada pelo palito, e correspondem na verdade a um valor médio de tensão.

Já no haltere observou-se uma distribuição homogênea das tensões durante o ensaio de tração (Figuras 5.8 e 5.9). Neste caso, a utilização dos valores de tensão de ruptura obtidos pela força dividida pela área estão de acordo com as reais tensões geradas na interface durante o ensaio de tração. O mesmo foi observado por Raposo (2010).

Quando analisados ainda diferentes pontos superficiais em cada um dos materiais (resina, dentina e adesivo) e ao longo do cilindro, as tensões axiais também permaneceram constantes para o haltere (Figuras 5.11, 5.12, 5.13 e 5.14).

Tais constatações podem justificar assim, os maiores valores de resistência achados nos halteres, quando comparados aos palitos.

Cabe ainda dizer que a utilização de um dispositivo padronizado para realização da usinagem diminuiu as assimetrias nos espécimes, assimetrias estas que são de difícil controle quando a usinagem é manual. Este dispositivo também, por fixar o corpo durante a usinagem provavelmente diminuiu a tensão, favorecendo assim médias mais altas de resistência de união para os grupos em formato de haltere. Tomou-se cuidado ainda na constante troca das pontas diamantadas, para com isso evitar que brocas sem corte induzissem tensões durante a confecção dos halteres.

Conforme relatado no capítulo 2.5, diversos estudos utilizaram as mais diferentes áreas, constatando-se que a área do espécime é inversamente proporcional aos valores de resistência de união, pelo somatório de defeitos na estrutura do corpo de prova, defeitos estes que atuam como concentradores de tensão. Apesar de a literatura recomendar áreas de 1mmX1mm (Goracci et al., 2004b), o presente trabalho utilizou 2mmX2mm, pois a usinagem para confecção de halteres em corpos menores que 2mm mostrou-se inviável pela dificuldade técnica. A variação nos valores de resistência de união quando comparados a outros estudos pode assim ser explicada pelo somatório de defeitos em um espécime de maior área.

## 7 CONCLUSÕES

Pode-se concluir que:

- A ciclagem térmica (10.000 ciclos, a 5ºC e 55ºC, um minuto em cada banho), bem como as ciclagens mecânicas sistema Nova Ética (500.000 ciclos- 98N-4Hz) e Microrotação (10<sup>5</sup> aproximadamente 7 horas- 4 Hz) não foram capazes de reduzir significativamente os valores de resistência de união das interfaces adesivas, nem quando aplicadas isoladamente, nem quando associadas.
- Os espécimes com formato de palito apresentaram valores de resistência de união estatisticamente menores do que os em formato de haltere.
- Não foi possível estabelecer nenhum padrão de degradação entre os grupos através da microscopia eletrônica de varredura.
- 4. Os elementos finitos identificaram uma distribuição mais homogênea das tensões geradas na interface dos espécimes em formato de haltere.

# **REFERÊNCIAS<sup>1</sup>**

Aguilar LT, Rezende NPM, Reis A, Loguercio AD, Grande RH, Ballester RY, et al. Tensile bond strength of adhesive systems—effects of primer and thermocycling. Pesqui Odontol Bras 2002;16:37–42.

Anderson D. Measurement of stress in mastication: I. J Dent Res. 1956;35:64.

Al-Turki LI, Drummond JL, Agojci M, Gosz M, Tyrus JM, Lin L. Contact versus flexure fatigue of a fiber-filled composite. Dent Mater. 2007;23(5):648-53.

Anusavice KJ Philips- Materiais Dentários. 10 ed. Elsevier; Rio de Janeiro; 1998.

Armstrong SR, Keller JC, Boyler DB. The influence of water storage and C-factor on the dentin-resin composite microtensile bond strength and debond pathway utilizing a filled and unfilled adhesive resin. Dent Mater. 2001;17:268–76.

Armstrong S, Geraldeli S, Maia R, Raposo LHA, Soares CJ, Yamagawa J. Adhesion to tooth structure: A critical review of "micro" bond strength test methods. Dent Mater. 2010;26:50-62.

Asakawa T, Manabe A, Itoh K, Tani C, Inoue M, Sasa R. Effect of multiple application of dentin bonding agent on marginal integrity of resin composite. J Clin Pediatr Dent. 2002;26(3):257-61.

Asmussen E, Peutzfeldt A. The influence of relative humidity on the effect of dentin bonding systems. J Adhes Dent. 2001;3(2):123-7.

Bagheri R, Burrow MF, Tyas M. Influence of food-simulating solutions and surface finish on susceptibility to staining of aesthetic restorative materials. J Dent. 2005;33:389–98.

Bates JF, Stafford GD, Harrison A. Masticatory function—a review of the literature (II). Speed of the movement of the mandible, rate of chewing and forces developed in chewing. J Oral Rehabil. 1975;2:349–61.

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup> De acordo com Estilo Vancouver.

Bedran-de-Castro AK, Pereira PN, Pimenta LA, Thompson JY. Effect of thermal and mechanical load cycling on microtensile bond strength of a total-etch adhesive system. Oper Dent. 2004a;29(2):150-6.

Bedran-de-Castro AK, Pereira PN, Pimenta LA, Thompson JY. Effect of thermal and mechanical load cycling on nanoleakage of Class II restorations. J Adhes Dent. 2004b;6(3):221-6.

Bedran-de-Castro AK, Pereira PNR. Long-term bond strength of restorations subjected to thermal-mechanical stresses over time. Am J Dent. 2004c;17:337–41.

Bianchi J. Estudo sobre a resistência a microtração em função das dimensões, modo de preensão e formato do corpo-de-prova. [tese]. São Paulo: Faculdade de Odontologia da Universidade de São Paulo, 1999.

Boehm RF. Thermal environment of teeth during open-mouth respiration. J Dent Res. 1972;51(1):75-8.

Bortolotto T, Doudou W, Stavridakis M, Ferrari M, Krejci I. Marginal adaptation after aging of a self-etching adhesive containing an antibacterial monomer. J Adhes Dent. 2007;9(3):311-17.

Bouillaguet S, Gysi P, Wataha JC, Ciuchi B, Cattani M, Godin C, et al. Bond strength of composite to dentin using conventional, one-step, and self-etching adhesive systems. J Dent. 2001a;29(1):55-61.

Bouillaguet S, Ciucchi B, Jacoby T, Wataha JC, Pashley D. Bonding characteristics to dentin walls of class II cavities, *in vitro*. Dent Mater. 2001b;17(4):316-21.

Braem M. Materials for minimally invasive treatments. In: Roulet JF, Vanherle G, editors. Adhesive technology for restorative dentistry. Berlin. Quintessence, 2001.

Braga RR, Meira JBC, Boaro LCC, Xavier TA. Adhesion to tooth structure: A critical review of "macro" test methods. Dent Mater. 2010;26:38-49.

Brown WS, Jacobs HR, Thompson RE. Thermal fatigue in teeth. J Dent Res. 1972;51(2):461-7.

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

Burrow MF, Satoh M, Tagami J. Dentin bond durability after three years using a dentin bonding agent with and without priming. Dent Mater. 1996;12:302–7.

Burrow MF, Tagami J, Hosoda H. The long-term durability of bond strengths to dentin. Bull Tokyo Med Dent Univ. 1993;40:173–91.

Butler WT, Richardson WS. Bioquímica das proteínas do dente. In: Menaker L, Morhart RE, Navia JM. Cáries Dentárias- bases biológicas. 1aed. Rio de Janeiro: Guanabara Koogan; 1984 Capítulo 6;150-69.

Cardoso, PEC. Avaliação do desgaste, rugosidade e microestrutura de resinas compostas em função de ciclagem mecânica e fonte ativadora. [tese]. São Paulo: Faculdade de Odontologia da USP, 1994.

Carvalho RM, Pereira JC, Yoshiyama M, Pashley DH. A review of polymerization contraction: the influence of stress development versus stress relief. Oper Dent. 1996a;21(1):17-24.

Carvalho RM, Yoshiyama EL, Pashley DH. *In vitro* study on the dimensional changes of human dentin after demineralization. Arch Oral Biol. 1996b;41(4):369-77.

Causton BE, Braden M, Brown D, Combe EC, Fletcher AM, Lloyd CH, et al. Dental materials: 1981 literature review. Part 1. J Dent. 1984;12:1–28.

Chen KK, Shono Y, Ogawa T, Kozono Y, Terashita M. Fracture aspects of resindentin bonding in non-trimming microtensile test. Dent Mater 2001;20(4):315-24.

Chersoni S, Suppa P, Grandini S, Goraci C, Monticelli F, Yiu C, et al. *In vivo* and *in vitro* permeability of one-step self-etch adhesives. J Dent Res. 2004;83(6):459-64.

Choi KK, Condon JR, Ferracane JL. The effects of adhesive thickness on polymerization contraction stress of composite. J Dent Res. 2000;79(3):812-7.

Crim GA, Garcia-Godoy F. Microleakage: the effect of storage and cycling duration. J Prosthet Dent. 1987;57:574–6.

Darbyshire PA, Messer LB, Douglas WH. Microleakage in class II composite restorations bonded to dentin using thermal and load cycling. J Dent Res. 1988;67(3):585-7.

Davidson CL, Van Zeghbroeck L, Feilzer AJ. Destructive stress in adhesive luting cements. J Dent Res. 1991;70(5):880-2.

Davidson CL, de Gee AJ, Feilzer A. The competition between the composite-dentin Bond strength and the polymerization contraction stress. J Dent Res. 1984;63(12):1396-9.

De Munck J, Arita A, Shirai K, Van Landuyt KL, Coutinho E, Poitevin A, Peumans M, Lambrechts P, Van Meerbeek B. Microrotary fatigue resistence of a HEMA-free allin-one adhesive bonded to dentin. J Adhes Dent. 2007a;9(4):373-9.

De Munck J, Ermis RB, Koshiro K, Inoue S, Ikeda T, Sano T, et al. NaOCI degradation of a HEMA-free all-in-one adhesive bonded to enamel and dentin following two air-blowing techniques. J Dent. 2007b;35:74–83.

De Munck J, Shirai K, Yoshida Y, Inoue S, Van Landuyt K, Lambrechts P, et al. Effect of water storage on the bonding effectiveness of 6 adhesives to Class I cavity dentin. Oper Dent. 2006;31:456–65.

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. 2005a;84:118–32.

De Munck J, Van Landuyt KL, Coutinho E, Poitevin A, Peumans M, Lambrechts P, Braem M, Van Meerbeek B. Fatigue resistance of dentin/composite interfaces with an additional intermediate elastic layer. Eur J Oral Sci. 2005b;113:77-82.

De Munck J, Braem M, Wevers M, Yoshida Y, Inoue S, Suzuki K, et al. Micro-rotatory fatigue of tooth-biomaterial interfaces. Biomaterials. 2005c;26:1145–53.

De Munck J, Van Meerbeek B, Yoshida Y, Inoue S, Suzuki K, Lambrechts P. Fouryear water degradation of a resin-modified glass ionomer adhesive bonded to dentin. Eur J Oral Sci. 2004;112:73–83. De Munck J, Van Meerbeek B, Satoshi I, Vargas M, Yoshida Y, Armstrong S, et al. Microtensile bond strengths of one- and two-step self-etch adhesives to bur-cut enamel and dentin. Am J Dent. 2003a;16:414–20.

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. 2003b;82:136–40.

de Silva AL, Lima DA, de Souza GM, dos Santos CT, Paulillo LA. Influence of additional adhesive application on the microtensile bond strength of adhesive systems. Oper Dent. 2006; 31(5):562-8.

Domnez N, Belli S, Pashley DH, Tay FR. Ultrastructural correlates of *in vivo/in vitro* bond degradation in self-etch adhesives. J Dent Res. 2005;84:355–9.

Drummond JL, Lin L, Miescke KJ. Evaluation of fracture toughness of a fiber containing dental composite after flexural fatigue. Dent Mater. 2004;20(6):591-9.

Eick JD, Welch FH. Polymerization shrinkage of posterior composite resins and its possible influence on postoperative sensitivity. Quintessence Int. 1986;17(2):103-11.

Ernst C, Canbek K, Euler T, Willershausen B. *In vivo* validation of the histological *in vitro* thermocycling temperature range for dental materials testing. Clin Oral Invest. 2004;8:130–8.

Esaian, LK, Rumiantsev VA, Bitiukova, EV, Leonova SO. Local homeostasis and acid-based balance in the oral cavity in patients with diabetes mellitus II. Georgian Med News. 2009(172-173):33-8.

Featherstone JDB. Modeling the caries-inhibitory effects of dental materials. Dent Mater. 1996;12:194–7.

Featherstone JDB, O'Really MM, Shariati M, Brugler S. Enhancement of remineralization *in vitro* and *in vivo*. In: LeachAS, editor. Factors relating to demineralization and remineralization of the teeth. Oxford (English): IRL; 1986; 23–34.

Feilzer AJ, De Gee AJ, Davidson CL. Setting stress in composite resin in relation to configuration of the restoration. J Dent Res. 1987;66(11):1636-9.

Ferracane JL, Hopkin JK, Condon JR. Properties of heat-treated composites after aging in water. Dent Mater. 1995;11:354–8.

Ferracane JL, Marker VA. Solvent degradation and reduced fracture toughness in aged composites. J Dent Res. 1992;71:13–9.

Ferrari M, Mason PN, Goracci C, Pashley DH, Tay FR. Collagen degradation in endodontically treated teeth after clinical function. J Dent Res. 2004;83:414–9.

Finer Y, Santerre JP. Salivary esterase activity and its association with the biodegradation of dental composites. J Dent Res. 2004;83:22–6.

Francci C, Deaton TG, Arnold RR, Swift EJ Jr, Perdigão J, Bawden JW. Fluoride release from restorative materials and its effects on dentin demineralization. J Dent Res. 1990;78:1647–54.

Francisconi, LF, Graeff, MS, Martins L de M, Franco EB, Mondelli RF, Francisconi P A, Pereira JC. The effects of occlusal loading on the margins of cervical restorations. J Am Dent Assoc. 2009; 140(10):1275-82.

Frankenberger R, Pashley DH, Reich SM, Lohbauer U, Petschelt A, Tay FR. Characterisation of resin-dentine interfaces by compressive cyclic loading. Biomaterials 2005a; 26(14):2043-52.

Frankenberger R, Tay FR. Self-etch-and-rinse adhesives: effect of thermomechanical fatigue loading on marginal quality of bonded resin composite restorations. Dent Mater. 2005b;21:397–412.

Fukushima T, Inoue Y, Miyasaki K, Itoh T. Effects of primers containing Nmethylolacrylamide or N-methylolacrylamide on dentin bond durability of a resin composite after 5 years. J Dent. 2001;29:227–34.

Fusayama T, Nakamura M, Kurosaki N, Iwaku M. Non-pressure adhesion of a new adhesive restorative resin. J Dent Res. 1979;58(4):1364-70.

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

Gallo JR, Henderson M, Burgess JO. Shear bond strength to moist and dry dentin of four dentin bonding systems. Am J Dent. 2000;13(5):267-70.

Gama-Teixeira A, Simionato MRL, Elian SN, Sobral MAP, Luz MAAC. Streptococcus mutans-induced secondary caries adjacent to glass ionomer cement, composite resin and amalgam restorations *in vitro*. Braz Oral Res. 2007;21(4):368-74.

Gianinni M, Seixas CA, Reis AF, Pimenta LA. Six-month storage-time evaluation of one-bottle adhesive systems to dentin. J Esthet Restor Dent. 2003;15:43–8.

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

Goracci C, Sadek FT, Monticelli F, Cardoso PEC, Ferrari M. Microtensile Bond strength of self-etching adhesives to enamel and dentin. J Adhes Dent. 2004b;6(4):313-8.

Gwinnett AJ, Yu S. Effect of long-term water storage on dentin bonding. Am J Dent. 1995;8:109–11.

Gwinnett AJ. Moist versus dry dentin: its effect on shear bond strength. Am J Dent. 1992;5(3):127-9.

Gwinnett AJ. Smear layer: morphological considerations. Oper Dent. Suppl 1984;3:2-12.

Hashimoto M, Ohno H, Yoshida E, Hori M, Sano H, Kaga M, et al. Resin-enamel bonds made with self-etching primers on ground enamel. Eur J Oral Sci. 2003a;111(5):447-53.

Hashimoto M, Tay FR, Ohno H, Sano H, Kaga M, Yiu C, et al. SEM and TEM analysis of water degradation of human dentinal collagen. J Biomed Mater Res. 2003b;66B:287–98.

Hashimoto M, Ohno H, Sano H, Kaga M, Oguchi H. *In vitro* degradation of resinbonds analyzed by microtensile bond test, scanning and transmission electron microscopy. Biomaterials. 2003c;24:3795–803.

Hashimoto M, Ohno H, Sano H, Tay FR, Kaga M, Kudou Y, et al. Micromorphological changes in resin-dentin bonds after 1 year of water storage. J Biomed Mater Res. 2002a;63:306–11.

Hashimoto M, Ohno H, Kaga M, Sano H, Tay FR, Oguchi H, et al. Over-etching effects on micro-tensile Bond strength and failure patterns for two dentin bonding systems. J Dent .2002b;30(2-3):99-105.

Hashimoto M, Ohno H, Kaga M, Endo K, Sano H, Oguchi H. *In vivo* degradation of resin-dentin bonds in humans over 1 to 3 years. J Dent Res. 2000a;79:1385–91.

Hashimoto M, Ohno H, Endo K, Kaga M, Sano H, Oguchi H. The effect of hybrid layer thickness on bond strength: demineralized dentin zone of the hybrid layer. Dent Mater. 2000b;16:406–11.

Hebling J, Pashley DH, Tjäderhane L, Tay FR. Chlorhexidin arrests subclinical degradation of dentin hybrid layers *in vivo*. J Dent Res. 2005;84:741–6.

Helvatjoglu-Antoniades M, Koliniotou-Kubia E, Dionyssopoulos P. The effect of thermal cycling on the bovine dentine shear bond strength of current adhesive systems. J Oral Rehabil. 2004;31:911–7.

Hilton TJ. Can modern restorative procedures and materials reliably seal cavities? *In vitro* investigations. Am J Dent. 2002;15(4):279.

Hosoya Y. Resin adhesion to the ground young permanent enamel: influence of etching times and thermocycling test. J Clin Pediatr Dent. 1994;18:115–22.

Hossomando KJ, Wendt SL Jr. Thermocycling and dwell time in micro-leakage evaluation for bonded restorations. Dent Mater. 1995;11:47–51.

Inoue S, Koshiro K, Yoshida Y, De Munck J, Nagakane K, Suzuki K, et al. Hydrolytic stability of self-etch adhesives bonded to dentin. J Dent Res. 2005;84:1160–4.

Inoue S, Vargas MA, Abe Y, Yoshida Y, Lambrechts P, Vanherle G, et al. Microtensile bond strength of eleven contemporary adhesives to enamel. Am J Dent. 2003;16(5):329-34.

Inoue S, Vargas MA, Abe Y, Yoshida Y, Lambrechts P, Vanherle G, et al. Microtensile bond strength of eleven contemporary adhesives to dentin. J Adhes Dent. 2001;3(3):237-45.

ISO. Guidance on testing of adhesion to tooth structure. International Organization for Standardization. TR 11405, 1–14. Geneva (Switzerland): 1994.

Jorgensen KD, Matono R, Shimokobe H. Deformation of cavities and resin fillings in loaded teeth. Scan J Dent Res.1976;84:46–50.

Kanca J 3rd. Resin bonding to wet substrate.1. Bonding to dentin. Quintessence Int. 1992a;23(1):39-41.

Kanca J. Effect of resin primer solvents and surface wetness on resin composite bond strength to dentin. Am J Dent. 1992b;5(4):213-5.

Katchiburian E, Arana V. Histologia e embriologia oral. Rio de Janeiro: Guanabara Koogan; 1999.

Kato G, Nakabayashi N. The durability of adhesion to phosphoric acid etched, wet dentin substrates. Dent Mater. 1998;14:347–52.

Kidd EA, Harrington E, Grieve AR. The cavity sealing ability of composite restorations subjected to thermal stress. J Oral Rehabil. 1978;5:279–86.

Kitasako Y, Burrow MF, Nikaido T, Tagami J. The influence of storage solution on dentin bond durability of resin cement. Dent Mater. 2000;16:1–6.

Koibuchi H, Yasuda N, Nakabayashi N. Bonding to dentin with a self-etching primer: the effect os smear layers. Dent Mater. 2001;17:122-6

Landis WJ. Mineral characterization in calcifying tissues: atomic, molecular and macromolecular perspectives. Connect Tissue Res. 1996;34(4):239-46.

Lee SY, Huang HM, Lin CY, Shih YH. Leached components from dental composites in oral simulating fluids and the resultant composite strengths. J Oral Rehabil. 1998;25:575–88.

Lee SY, Greener EH, Covey DA, Menis DL. Effects of food/oral simulating fluids on microstructure and strength of dentine bonding agents. J Oral Rehabil. 1996;23:353–61.

Lee SY, Greener EH, Mueller HJ, Chiu CH. Effect of food and oral simulating fluids on dentine bond and composite strength. J Dent. 1994;22:352–9.

Li H, Burrow MF, Tyas MJ. The effect of thermocycling regimens on the nanoleakage of dentin bonding systems. Dent Mater. 2002a;18:189–96.

Li H, Burrow MF, Tyas MJ. The effect of load cycling on the nanoleakage of dentin bonding systems. Dent Mater. 2002b;18:111–9.

Lohbauer U, Kramer N, Petschett A, Frankenberger R. Correlation of *in vitro* fatigue and *in vivo* clinical performance of a glassceramic material. Dent Mater. 2008;24(1):39-44.

Lodovici E, Reis A, Geraldeli S, Ferracane JL, Ballester RY, Filho LER. Does adhesive thickness affect resin-dentin bond strength after thermal/load cycling? Oper Dent. 2009;34(1):58-64.

Loguercio AD, Reis A, Ballester RY. Polymerization shrinkage: effects of constraint and filling technique in composite restorations. Dent Mater. 2004;20(3):236-43.

Lu H, Powers JM. Color stability of resin cements after accelerated aging. Am J Dent. 2004;17(5):354-8.

Lusher B, Lutz F, Ochsenbein H, Muhleman HR. Microleakage and marginal adaptation of composite resin restorations. J Prosthet Dent. 1978; 39(4):409-13.

Marshall Jr GW, Marshall SJ, Kinney JH, Balooch M. The dentin substrate: structure and properties related to bonding. J Dent. 1997;25(6):441-58.

MatsudaY, Komatsu H, Murata Y, Tanaka T, Sano H. A newly designed automatic pH-cycling system to simulate daily pH fluctuations. Dent Mater J. 2006; Jun 25(2):280-5.

Mazzoni A, Pashley DH, Nishitani Y, Breschi L, Mannello F, Tjaderhane L, et al. Reactivation of inactivated endogenous proteolytic activities in phosphoric acidetched dentine by etch-and-rinse adhesives. Biomaterials. 2006;27;4470-6.

Medeiros IS, Gomes MN, Loguercio AD, Filho LER. Diametral tensile strength and Vickers hardness of a composite after storage in different solutions. J Oral Sci. 2007;49(1):61-6.

Mehl C, Scheibner S, Ludwig K, Kern M. Wear of composite resin veneering materials and enamel in a chewing simulator. Dent Mater. 2007;23:1382-9.

Meiers JC, Young D. Two-year composite-dentin bond stability. Am J Dent. 2001;14:141–4.

Mitsui FH, Peris AR, Cavalcanti AN, Marchi GM, Pimenta LA. Influence of thermal and mechanical load cycling on microtensile bond strengths of total and self-etching adhesive systems. Oper Dent. 2006;31(2):240-7.

Miyazaki M, Sato M, Onose H, Morre, BK. Influence of thermal cycling on dentin bond strength of two step bonding systems. Am J Dent. 1998;11:118–22.

Momoi Y, Isawe H, Nakano Y, Kohno A, Asanuma A, Yanagisawa K. Gradual increase in marginal leakage of resin composite restorations with thermal stress. J Dent Res. 1990;69:1659–63.

Montes MA, de Goes MF, da Cunha MR, Soares AB. A morphological and tensile bond strength evaluation of an unfilled adhesive with low-viscosity composites and a filled adhesive in one and two coats. J Dent. 2001; 29(6):435-41.

Monticelli F, Osorio R, Pisani-Proença J, Toledano M. Resistance to degradation of resin–dentin bonds using a one-step HEMA-free adhesive. J Dent. 2007;35:181–6.

Morley F, Stockwell PB. A simple thermal cycling device for testing dental materials. J Dent. 1977;4:39–41.

Nakabayashi N, Ashizawa M, Nakamura M. Identification of e resin-dentin hybrid layer in vital human dentin created *in vivo*: durable bonding to vital dentin. Quintessence Int. 1992;23(2):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.

Nikaido T, Kunzelmann KH, Chen H, Ogata M, Harada N, Yamaguchi S, Cox CF,Hickel R, Tagami J. Evaluation of thermal cycling and mechanical loading on bond strength of a self-etching primer system to dentin. Dent Mater. 2002;18(3):269-75.

Nishitani Y, Yoshiyama M, Wadgaonkar B, Breschi L, Mannello F, Mazzoni A, et al. Activation of gelatinolytic/collagenolytic activity in dentin by self-etching adhesives. Eur J Oral Sci. 2006;114:160-6.

Okada T, Ikada Y. *In vitro* and *in vivo* digestion of collagen covalently immobilized onto the silicone surface. J Biomed Mater Res. 1992;26:1569–81.

Okuda M, Pereira PRN, Nakajima M, Tagami J, Pashley DH. Long-term durability of resin dentin interface: nano-leakage vs. microtensile bond strength. Oper Dent. 2002;27:289–96.

Okuda M, Pereira PN, Nakajima M, Tagami J. Relationship between nano-leakage and long-term durability of dentin bonds. Oper Dent. 2001;26:482–90.

Osorio R, Toledano M, Osorio E, Tay FR. Longevity of bonds made by composite and polyacid-modified resins to dentin using a dual-cured adhesive system. Am J Dent. 2005a;18(1):19-22.

Osorio R, Toledano M, Osorio E, Aguilera FS, Tay FR. Effect of load cycling and *in vitro* degradation on resin-dentin bonds using a self-etching primer. J Biomed Mater Res A. 2005b;72:399–408.

Palmer DS, Barco MT, Billy EJ. Temperature extremes produced orally by hot and cold liquids. J Prosthet Dent. 1992;67:325–7.

Pashley DH, Tay FR, Yiu C, Hashimoto M, Breschi L, Carvalho RM, et al. Collagen degradation by host-derived enzymes during aging. J Dent Res. 2004;83:216–21.

Pashley EL, Agee KA, Pashley DH, Tay FR. Effects of one versus two applications of an unfilled, all-in-one adhesive on dentine bonding. J Dent. 2002;30(2-3):83-90.

Pashley DH, Carvalho RM, Sano H, Nakajima M, Yoshiyama M, Shono Y, Fernandes C A, Tay F. The microtensile bond test: a review. J Adhes Dent. 1999;1(4):299-309.

Pashley DH, Ciucchi B, Sano H, Horner JA. Permeability of dentin to adhesive agents. Quintessence Int. 1993;24(9):618-31.

Pashley DH. Smear layer: physiological considerations. Oper Dent. Suppl 1984;3:13-29.

Perdigão J, Geraldeli S, Carmo AR, Dutra HR. *In vivo* influence of residual moisture on microtensile bond strengths of one-bottle adhesives. J Esthet Restor Dent. 2002; 14(1):31-8.

Perdigão J, May KN Jr, Wilder AD Jr, Lopes M. The effect of depth of dentin demineralization on bond strengths and morphology of the hybrid layer. Oper Dent. 2000;25(3):186-94.

Perdigão J, Lopes M. Dentin bonding- questions for the new millennium. J Adhes Dent. 1999;1(3):191-209.

Peris AR, Mitsui FH, Lobo MM, Bedran-russo AK, Marchi GM. Adhesive systems and secondary caries formation: Assessment of dentin bond strength, caries lesions depth and fluoride release. Dent Mater. 2007;23(3):308-16.

Peterson EAD, Phillips RW, Swartz ML. A comparison of the physical properties of four restorative resins. J Am Dent Assoc. 1966;73:1324–36.

Phrukkanon S, Burrow MF, Tyas MJ. Effect of cross-sectional surface area on bond strengths between resin and dentin. Dent Mater. 1998a,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,14(3):212-21.

Price RB, Ehrnford L, Andreou P, Felix CA. Comparison of quartz-tungsten-halogen, light-emitting diode, and plasma arc curing lights. J Adhes Dent. 2003a;5(3):193-207.

Price RB, Dérand T, Andreou P, Murphy D. The effect of two configuration factors, time, and thermal cycling on resin to dentin bond strengths. Biomaterials. 2003b;24:1013–21.

Qvist V, Qvist J, Mjor IA. Placement and longevity of tooth-colored restorations in Denmark. Acta Odontol Scand. 1990;48(5):305-11.

Raposo LHA. Avaliação dos parâmetros críticos do ensaio de microtração: análise laboratorial e por Elementos Finitos. [dissertação] Minas Gerais. Faculdade Federal de Odontologia de Uberlândia; 2010.

Reis A, Loguercio AD, Azevedo CL, de Carvalho RM, da Julio Singer M, Grande RH. Moisture spectrum of demineralized dentin for adhesive systems with different solvent bases. J Adhes Dent. 2003; 5(3):183-92.

Sadek FT, Muench A, Poiate IA, Poiate Jr E, Cardoso PEC. Influence of specimens' design and manufacturing process on microtensile bond strength to enamellaboratory and FEA comparison. Mater Res São Carlos 2010;13:1-10.

Sadek FT, Castellan CS, Braga RR, Mai S, Tjaderhane L, Pashley DH, Tay FR. Oneyear stability of resin-dentin bonds created with a hydrophobic ethanol-wet bonding technique. Dent Mater. 2009;26:380-6.

Sano H, Yoshikawa T, Pereira PN, et al. Long-term durability of dentin bonds made with a self-etching primer, *in vivo*. J Dent Res. 1999;78:906–11.

Sano H, Takatsu T, Ciucchi B, et al. Nano-leakage: leakage within the hybrid layer. Oper Dent. 1995;20:18–25.

Sano H, Shono T, Takatsu T, Hosoda H. Microporous dentin zone beneath resin impregnated layer. Oper Dent. 1994;19:59–64.

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 microtensile bond test. Dent Mater. 1994;10(4):236-40.

Santerre JP, Shajii L, Leung BW. Relation of dental composite formulations to their degradation and release of hydrolyzed polymeric-resin-derived products. Crit Rev Oral Biol Med. 2001;12:136–51.

Santos PA, Garcia PPNS, Palma-Dibb RG. Shear bond strength of adhesive systems to enamel and dentin. Thermocycling influence. J Mater Sci Mater Med. 2005;16:727–32.

Sauro S, Watson TF, Tay FR, Chersoni S, Breschi L, Bernardi F, et al. Water uptake of bonding systems applied on root dentin surfaces: a SEM and confocal microscopic study. Dent Mater. 2006;22:671–80.

Scherrer SS, César PF, Swain MV. Direct comparison of the different test methods: A critical literature review. Dent Mater. 2010; 26:78-93.

Schmitter M, Rammelsberg P, Lenz J, Schewber S, Schweizerhof K, Rues S. Teeth restored using fiber-reinforced posts: *in vitro* fracture tests and finite element analysis. Acta Biomater. 2010; 6:3747-54.

Seixas LC, Seixas FH, Ciccone JC, et al. Demineralization around restorations with different restorative materials containing fluoride. Mater Res. 2004;7:235–40.

Serra MC, Cury JA. The *in vitro* effect of glass-ionomer cement restoration on enamel subjected to a demineralization and remineralization model. Quintessence Int. 1992;23:143–7.

Sideridou ID, Karabela MM, Vouvoudi E. Dynamic thermomechanical properties and sorption characteristics of two commercial light cured dental resin composites. Dent Mater. 2008;24(6):737-43.

Sidhu SK, Watson TF. Interfacial characteristics of resin-modified glass-ionomer materials: a study on fluid permeability using confocal fluorescence microscopy. J Dent Res. 1998;77:1749–59.

Shono Y, Terashita M, Shimada J, Kozono Y, Carvalho RM, Russel CM, et al. Durability of resin-dentin bonds. J Adhes Dent. 1999a;1:211–8.

Shono Y, Ogawa T, Terashita M, Carvalho RM, Pashley EL, Pashley DH. Regional measurement of resin-dentin bonding as an array. J Dent Res. 1999b;78(2):699-705.

Shono Y, Terashita M, Pashley EL, Brewer PD, Pashley DH. Effects of cross-sectional area on resin-enamel tensile bond strength. Dent Mater. 1997; 13(5):290-6.

Soderholm KJ, Richards ND. Wear resistance of composites: a solved problem? Gen Dent. 1998;46:256–63.

Soderholm KJ, Zigan M, Ragan M, Fischlschweiger W Bergman M. Hydrolytic degradation of dental composites. J Dent Res. 1984;63:1248–54.

Sorsa T, Tjaderhane L, Salo T. Matrix metalloproteinases (MMPs) in oral diseases. Oral Dis. 2004;10:311-8.

Stappert CF, Guess PC, Chitmongkolsuk S, Gerds T, Strub JR. All-ceramic partial coverage restorations on natural molars. Masticatory fatigue loading and fracture resistance. Am J Dent. 2007; 20(1):21-6.

Suppa P, Breschi L, Ruggeri A, Mazzotti G, Prati C, Chersoni S, et al. Nanoleakage within the hybrid layer: a correlative FEISEM/TEM investigation. J Biomed Mater Res B Appl Biomater. 2005;73:7–14.

Swift EJJr., Triolo PTJr., Barkmeier WW, Bird JL, Bounds SJ. Effect of low-viscosity resins on the performance of dental adhesives. Am J Dent. 1996; 9(3):100-4.

Swift Jr EJ, Perdigão J, Heymann HO. Bonding to enamel and dentin: a brief history and the state of the art. Quintessence Int. 1995; 26(2):95-110.

Tang G, Yip HK, Cutress TW, Samaranayake LP. Artificial mouth model systems and their contribuition to caries research: a review. J Dent. 2003; 31(3):161-71.

Tay FR, Carvalho RM, Pashley DH. Water movement across bonded dentin- too much of a good thing. J Appl Oral Sci. 2004;12:12-25.

Tay FR, King NM, Chan KM, Pashley DH. How can nanoleakage occur in selfetching adhesive systems that demineralize and infiltrate simultaneously? J Adhes Dent. 2002;4:255–69.

Tay FR, Pashley DH. Agressiveness of contemporary self etching systems. I: Depth of penetration beyond dentin smear layers. Dent Mater. 2001;17(4):296-308.

Tay FR, Gwinnett AJ, Wei SH. The overwet phenomenon: an optical micromorphological study of surface moisture in the acid-conditioned, resin-dentin interface. Am J Dent. 1996; 9(1):43-8.

Titley KC, Chernecky R, Rossouw PE, Denys FR. The effect of storage media and duration of storage of extracted teeth on shear-bond strengths of dental composite resin to bovine dentin. Arch Oral Biol. 1998;43:305–11.

Tjaderhane L, Larjava H, Sorsa T, Uitto VJ, Larmas M, Salo T. The activation and function of host matrix metalloproteinases in dentin matrix breakdown in caries lesions. J Dent Res. 1998;77:1622–9.

Toledano M, Osorio R, Albaladejo A, Aguilera FS, Osório E. Differential effect of *in vitro* degradation on resin–dentin bonds produced by self-etch versus total-etch adhesives. J Biomed Mater Res. 2006;77A:128–35.

Turssi CP, Ferracane JL, Ferracane LL. Wear and fatigue behavior of nanostructured dental resin composites. J Biomed Mater Res. Part B: 2006; 78B:196-203.

Turssi CP, Hara AT, Serra MC, Rodrigues AL Jr. Effect of storage media upon the surface micromorphology of resin-based restorative materials. J Oral Rehabil. 2002;29:864–71.

Ulker M, Ozcan M, Sengun A, Ozer F, Belli S. Effect of artificial aging regimens on the performance of self-etching adhesives. J Biomed Mater. Res Part B: Appl Biomater 93 B: 2010;175-84.

Uno S, Shimokobe H. Contraction stress and marginal adaptation of composite restorations in dentinal cavity. Dent Mater J. 1994; 13(1):19-24.

VanDer Bilt A. Assessment of mastication with implications for oral rehabilitation: a review. J Oral Reabil. 2011:1-27.

Van Meerbeek B, Van Landuyt K, De Munck J, Hashimoto M, Peumans M, Lambrechts P, et al. Technique sensitivity of contemporaty adhesives. Dent Mater J. 2005;24(1):1-13.

Van Meerbeek B, Kanumilli P, De Munck J, Van Landuyt K, Lambrechts P, Peumans M. A randomized controlled trial evaluating the three-year clinical effectiveness of two etch&rinse adhesives in cervical lesions. Oper Dent. 2004;29:376-85.

Van Meerbeek B, Vargas M, Inoue M, Yoshida Y, Peumans M, Lambrechts P, et al. Adhesives and cements to promote preservation dentistry. Oper Dent. 2001; Suppl 6:119-44.

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, Inokoshi S, Braem M, Lambrechts P, Vanherle G. Morphological aspects of the resin-dentin interdiffusion zone with different dentin adhesive systems. J Dent Res. 1992; 71(8):1530-40.

Van Noort R. Clinical relevance of laboratory studies on dental materials: strength determination-a personal view. J Dent. 1994; 22 Suppl 1:S4-8.

Vicente A, Ortiz AJ, Bravo LA. Microleakage beneath brackets bonded with flowable materials: effects of thermocycling. Eur J Orthod. 2009; 31(4):390-6.

Visintini E, Mazzoni A, Vita F, Pasquantonio G, Cadenaro M, Di Lenardo R, Breschi L. Effects of thermocycling and use os ElectroBond on microtensile strength and nanoleakage using commercial one-step self-etch adhesives. Eur J Oral Sci. 2008; 116:564-70.

Visse R, Nagase H. Matrix metalloproteinases and tissue inhibitors of metalloproteinases: Structure, function, and biochemistry. Cir Res. 2003;92:827-39.

Watanabe I, Nakabayashi N, Pashley DH. Bonding to ground dentin by a phenyl-P self-etching primer. J Dent Res. 1994;73(6):1212-20

Watanabe I, Nakabayashi N. Bonding durability of photocured phenyl-P in TEGDMA to smear layer-retained bovine dentin. Quintessence Int. 1993;24(5):335-42.

Wiskott HW, Nicholls JI, Belser UC. Fatigue resistence of soldered joints: a methodological study. Dent Mater. 1994:10(3):215-20.

Xirouchaki A, Moore BK, Cochran MA. Shear bond strength of 6 new dentin bond agents. J Dent Res. 1997;76:227 (ABCS 2110).

Yamauti M, Hashimoto M, Sano H, Ohno H, Carvalho RM, Kaga M, et al. Degradation of resin-dentin bonds using NaOCI storage. Dent Mater. 2003;19:399–405.

Yang B, Adelung R, Ludwig K, Bossmann K, Pashley DH, Kern M. Effect of structural change of collagen fibrils on the durability of dentin bonding. Biomaterials. 2005;26:5021–31.

Yap AU, Tan DT, Goh BK, Kuah HG, Goh M. Effect of food simulating liquids on the flexural strength of composite and polyacid-modified composite restoratives. Oper Dent. 2000;25:202–8.

Yiu CK, King NM, Pashley DH, Suh BI, Carvalho RM, Carrilho MR, et al. Effect of resin hydrophilicity and water storage on resin strength. Biomaterials. 2004;25:5789–96.

Yoshida E, Hashimoto M, Hori M, Kaga M, Sano H, Oguchi H. Deproteinizing effects on resin-tooth bond structures. J Biomed Mater Res. Appl Biomater 2004;68:29–35.

Yoshiyama M, Matsuo T, Ebisu S, Pashley D. Regional bond strengths of selfetching/ self-priming adhesive systems. J Dent. 1998; 26(7):609-16.

Yoshiyama M, Carvalho R, Sano H, Horner J,Brewer PD, Pashley DH. Interfacial morphology and strength of bonds made to superficial versus deep dentin. Am J Dent. 1995;8(6):297-302.

Zhang Y, Xu J. Effect of immersion in various media on the sorption, solubility elution of unreacted monomers, and flexural properties of two model dental composite compositions. J Mater Sci Mater Med. 2008;19(6):2477-83.

#### ANEXO A – Parecer do Comitê de Ética em Pesquisa

