UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO
FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE BAURU

RAPHAELA FARIAS RODRIGUES

**Resistência de união ao cisalhamento de cimentos resinosos
autoadesivos ao esmalte e dentina**

BAURU
2013

RAPHAELA FARIAS RODRIGUES

**Resistência de união ao cisalhamento de cimentos resinosos
autoadesivos ao esmalte e dentina**

Dissertação apresentada a Faculdade de Odontologia de Bauru da Universidade de São Paulo para obtenção do título de Mestre em Ciências no Programa de Ciências Odontológicas Aplicadas, na área de concentração Dentística.

Orientador: Prof. Dr. Paulo Afonso Silveira Francisconi

BAURU
2013

R618r Rodrigues, Raphaela
Resistência de união ao cisalhamento de
cimentos resinosos autoadesivos ao esmalte e
dentina / Raphaela Farias Rodrigues. – Bauru,
2013.
84 p. : il. ; 31cm.

Dissertação (Mestrado) – Faculdade de
Odontologia de Bauru. Universidade de São Paulo

Orientador: Prof. Dr. Paulo Afonso Silveira
Francisconi

Autorizo, exclusivamente para fins acadêmicos e científicos, a
reprodução total ou parcial desta dissertação, por processos
fotocopiadores e outros meios eletrônicos.

Assinatura:

Data:

Comitê de Ética da FOB-USP
Protocolo nº:
Data:

FOLHA DE APROVAÇÃO

DADOS CURRICULARES

Raphaela Farias Rodrigues

21 de janeiro de 1986	Nascimento
Naturalidade	Santana do Ipanema – AL
Filiação	José Elizaldo Rodrigues Maria Teresa Farias Rodrigues
2005-2009	Curso de Graduação em Odontologia pela Faculdade de Odontologia da Universidade Federal de Alagoas – UFAL
2008-2009	Curso de Aperfeiçoamento em Dentística Estética e Cosmética pela NEO Odontologia
2010-2012	Curso de Especialização em Dentística pelo Hospital de Reabilitação de Anomalias Craniofaciais da Universidade de São Paulo – HRAC/USP
2011-2013	Curso de Pós-graduação em Dentística, em nível de Mestrado, pela Faculdade de Odontologia de Bauru da Universidade de São Paulo – FOB/USP

DEDICATÓRIA

Dedico este trabalho,

À Deus, por todas as oportunidades concebidas, pela fortaleza diante das maiores dificuldades, pela luz que é em meu caminho, guiando-me durante a trajetória e protegendo-me de todos os males e perigos.

Aos meus amados pais, Elizaldo e Teresa, pelo amor incondicional, pelo exemplo de vida e honestidade, pelo apoio em toda caminhada, muitas vezes privando-se dos seus próprios objetivos para que eu pudesse conquistar os meus. Mesmo distantes não deixaram de esbanjar carinho e atenção. Serei eternamente grata por tudo! Amo vocês.

Aos meus queridos irmãos, Ricardo e Rodrigo, pelo companheirismo e pelas alegrias proporcionadas através das nossas brincadeiras e ajuda mútua em todos os momentos.

Ao meu namorado, Hibernon, pela atenção, confiança e incentivo durante a caminhada que apesar da distância sempre esteve muito presente. Pelo amor, amizade e respeito que fortalecem nosso relacionamento a cada dia.

“A gente pode morar numa casa mais ou menos, numa rua mais ou menos ... Pode até dormir numa cama mais ou menos, ter um transporte mais ou menos... O que não pode de jeito nenhum: É ter um amor mais ou menos, namorar mais ou menos, ter fé mais ou menos... Senão a gente corre o risco, de ser uma pessoa, mais ou menos”.

Chico Xavier

AGRADECIMENTOS

Aos professores,

Prof. Dr. Paulo Afonso Silveira Francisconi

Ao meu querido orientador, conhecido carinhosamente como Paulinho, o meu muitíssimo obrigado pelo seu carinho e atenção. Pela disponibilidade na orientação da dissertação sempre com muita tranquilidade e atenção. Agradeço pela simplicidade e acessibilidade, pois mesmo com tantos compromissos sempre me recebeu com calma e paciência, compartilhando seus conhecimentos em todos os momentos e contribuindo para a minha formação. Impossível não lembrar os sorrisos que você arrancava de todos com suas piadas inesperadas. Obrigada por tudo!

Aos professores do Departamento de Dentística,

Prof. Dr. José Mondelli, Prof. Dr. Aquira Ishikiriama, Profa. Dra. Maria Fidela de Lima Navarro, Prof. Dr. Eduardo Batista Franco, Prof. Dr. Rafael Francisco Lia Mondelli, Profa. Dra. Maria Teresa Atta, Profa. Dra. Linda Wang, Prof. Dr. Sérgio Kiyoshi Ishikiriama pelos conhecimentos compartilhados durante curso do mestrado, pelo auxílio, paciência e incentivo, e pela amizade.

Aos professores do Departamento de Materiais Odontológicos,

Prof. Dr. Paulo Amarante de Araujo, Prof. Dr. César Antunes de Freitas e em especial a Prof. Dra. Ana Flávia Sanches Borges pelo carinho e amizade e pela excelente oportunidade que tivemos de desenvolver algumas atividades juntas, aprendi muito com essa experiência. Pelas palavras de incentivo durante nossas conversas acadêmicas nos momentos com a graduação e pelo conhecimento compartilhado.

Aos professores do Hospital de Reabilitação de Anomalias Craniofaciais da Universidade de São Paulo (Centrinho) – HRAC/USP, Prof. Dr. Aparício Dekon, Profa. Lilian Matsunaga e Profa. Dra. Nádia Svizero pelos ensinamentos passados com enorme carinho e atenção. Agradeço pela eterna amizade que findamos e pelo acolhimento que vocês tiveram comigo o contribuiu imensamente para superar a distância dos meus familiares e amigos. Muitíssimo obrigada!

Aos meus queridos professores da graduação, da Faculdade de Odontologia da Universidade Federal de Alagoas – FOUFAL, que me proporcionaram o embasamento inicial para que eu pudesse trilhar toda essa jornada e pela amizade que permanece.

*“Feliz aquele que transfere o que sabe e
aprende o que ensina”.*

Cora Coralina

Aos familiares e amigos,

A todos os meus familiares, avós maternos e paternos, tios, tias, primos e primas por toda contribuição, pelo amor e alegria que sempre compartilhamos nos nossos agradáveis encontros. Agradeço pelo apoio e pela torcida para que tudo desse certo.

As minhas queridas amigas Camilla, Alice, Janine, Mariana, Katiane, Ivana e Livia pela sólida amizade, pelo carinho, pelas conversas sem fim e conselhos. Com vocês a diversão é garantida.

A minha grande amiga de Bauru, Rosilda, que me acolheu e me socorreu nas horas mais difíceis com seu amor e solidariedade. Você faz parte da minha família. Sou grata por tudo!

A todas as minhas amigas do Centrinho, e em especial a Flávia e Vivi por todo carinho, preocupação e amizade. Nossos encontros e conversas são muito construtivos e agradáveis.

As turminhas da graduação pela divertida convivência durante as clínicas e laboratórios. Sempre aprendo com vocês. Sinto um carinho enorme por todos!

A minha amada turma do mestrado, Ana Flávia, Carla, Carlos, Damaris, Diana, Juan, Marina, Odair e Rafael por tudo que vivemos e sofremos juntos, compartilhamos muitas alegrias e sorrisos. Cada um com seu jeitinho especial de ser contribuiu de alguma forma. Agradeço especialmente ao meu parceiro de clínica, Rafael, ou melhor, Jack, pela paciência e amizade e a Carla pela maior convivência e pelo enorme carinho. Não poderia deixar de agradecer aos veteranos, Carol, Guilherme, Kiki e Larissa, que sempre auxiliavam nos seminários e atividades do mestrado e a Leslie que sempre esteve à disposição para ajudar e “orientar” com a pesquisa e no que fosse necessário.

"A amizade é um amor que nunca morre".

Mário Quintana

Aos funcionários,

Aos funcionários do Departamento de Dentística e Endodontia pela dedicação e contribuição sempre nos auxiliando e nos ajudando de forma solícita no que fosse necessário.

Aos funcionários do Departamento de Materiais Odontológicos, pelo carinho e vontade de ajudar no que fosse preciso. Agradeço a Sandrinha por sempre agilizar toda a parte burocrática e ao Alcides por tudo que me ensinou, pacientemente, e contribuiu para minha pesquisa, além dos treinos para as aulas da graduação.

Aos funcionários do Centro Integrado de Pesquisa I (CIP-I), por sempre me acolherem com carinho e em especial ao Renato pela dedicação e amor pelos alunos que não poupou esforços para me ajudar e se tornou um grande amigo.

Vocês são um alicerce muito importante durante o curso!

AGRADECIMENTOS INSTITUCIONAIS

Ao **Prof. Dr. João Grandino Rodas**, digníssimo reitor da Universidade de São Paulo;

Ao **Prof. Dr. Rubens Beçak**, digníssimo Secretário Geral da Universidade de São Paulo;

Ao **Prof. Dr. José Carlos Pereira**, digníssimo diretor da Faculdade de Odontologia de Bauru da Universidade de São Paulo;

Ao **Prof. Dr. José Roberto Pereira Lauris**, digníssimo Prefeito do Campus da Faculdade de Odontologia de Bauru da Universidade de São Paulo;

Ao **Prof. Dr. Paulo César Rodrigues Conti**, digníssimo Presidente da Pós-Graduação da Faculdade de Odontologia de Bauru da Universidade de São Paulo;

À **Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES)**, órgão de fomento da bolsa de estudo;

Ao **Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPq)**, órgão de fomento da bolsa de estudo;

Ao **Programa de Apoio à Pós-Graduação**, órgão de fomento deste trabalho.

*“A mente que se abre a uma nova ideia jamais
voltará ao seu tamanho original.”*

Albert Einstein

RESUMO

O objetivo deste trabalho foi avaliar a resistência de união ao cisalhamento dos cimentos autoadesivos RelyX U100 (3M/ESPE) e RelyX U200 (3M/ESPE) ao esmalte e à dentina, em função de diferentes tratamentos da superfície e comparando-os com o cimento resinoso RelyX ARC (3M/ESPE). Cento e vinte incisivos bovinos foram selecionados, limpos e armazenados em solução supersaturada de timol 0,1% para evitar a proliferação de micro-organismos. As coroas foram separadas das raízes e incluídas com resina epóxica em tubos de PVC. Utilizaram-se lixas de carbetto de silício, sob refrigeração, para obtenção de superfícies vestibulares planas de esmalte e dentina. Após a delimitação das áreas destinadas à cimentação com fitas autocolantes, a amostra foi distribuída em 12 grupos (n = 10) de acordo com o substrato, cimento e realização ou não do condicionamento com ácido fosfórico 37% em E-U100 (esmalte + RelyX U100), E-U100-C (esmalte + RelyX U100 + condicionamento ácido), E-U200 (esmalte + RelyX U200), E-U200-C (esmalte + RelyX U200 + condicionamento ácido), E-ARC (esmalte + adesivo + RelyX ARC), E-ARC-C (esmalte + RelyX ARC + condicionamento ácido e adesivo), D-U100 (dentina + Relyx U100), D-U100-C (dentina + RelyX U100 + condicionamento ácido), D-U200 (dentina + Relyx U200), D-U200-C (dentina + RelyX U200 + condicionamento ácido), D-ARC (dentina + primer e adesivo + RelyX ARC) e D-ARC-C (dentina + RelyX ARC + condicionamento ácido e adesivo). Uma matriz de teflon bipartida (3 mm de diâmetro e 2 mm de altura) permitiu a confecção de cilindros dos cimentos coincidentes com as áreas delimitadas. Os testes de resistência ao cisalhamento foram realizados, após 7 dias de armazenagem em saliva artificial, numa máquina de ensaio universal EMIC, a velocidade de 0,5 mm/min e com célula de carga de 50 kg. A análise da fratura foi realizada por meio do microscópio digital portátil. Com caráter ilustrativo, dois espécimes de cada grupo foram observados em microscopia eletrônica de varredura. Os dados foram analisados pelo teste ANOVA - 3 critérios e teste Tukey (5%). Não se observou diferença entre os cimentos RelyX U100 e RelyX U200. No esmalte, o RelyX ARC apresentou maior resistência do que os autoadesivos, porém com o prévio condicionamento ácido da superfície os autoadesivos mostraram-se superiores. Em

dentina, não houve diferença significativa entre os grupos. A maioria das fraturas foi do tipo adesiva. Considerando as limitações deste estudo, conclui-se que os cimentos resinosos autoadesivos podem ser utilizados em alternativa aos cimentos resinosos convencionais nas situações com pouca ou nenhuma estrutura em esmalte. Quando houver a presença considerável de esmalte deve-se priorizar o emprego dos cimentos resinosos convencionais ou os autoadesivos associados ao condicionamento com ácido fosfórico previamente à cimentação.

Palavras-chave: Esmalte Dentário. Dentina. Resistência ao Cisalhamento. Cimentos de Resina.

ABSTRACT

Shear bond strength of self-adhesive resin cements to enamel and dentin

The objective of this study was to evaluate the shear bond strength of self-adhesive cements RelyX U100 (3M/ESPE) and RelyX U200 (3M/ESPE) to enamel and dentin, due to different surface treatments and comparing them with resin cement RelyX ARC (3M/ESPE). One hundred and twenty bovine incisors were selected, cleaned and stored in supersaturated solution of 0.1% thymol to prevent the proliferation of micro-organisms. The crowns were separated from the roots and embedded with epoxy resin in PVC tubes. It was used silicon carbide sandpaper under refrigeration for obtaining flat buccal surfaces of enamel and dentin. After the delimitation of cementation's areas with adhesive tape, the sample was distributed into 12 groups (n = 10) under the substrate, cement and conducting or absence of etching with 37% phosphoric acid in E-U100 (enamel + RelyX U100), E-U100-C (enamel + RelyX U100 + etching), E-U200 (enamel + RelyX U200), E-U200-C (enamel + RelyX U200 + etching), E-ARC (enamel + adhesive + RelyX ARC), E-ARC-C (enamel + RelyX ARC + etching and adhesive), D-U100 (dentin + RelyX U100), D-U100-C (dentin + RelyX U100 + etching), D-U200 (dentin + RelyX U200), D-U200-C (dentin + RelyX U200 + etching), D-ARC (dentin + RelyX ARC + primer and adhesive) and D-ARC-C (dentin + RelyX ARC + etching and adhesive). A split Teflon mold (3 mm diameter and 2 mm height) allowed manufacturing of cement cylinders, which coincide with delimited areas. The shear strength tests were performed after 7 days of storage in artificial saliva, a universal testing machine EMIC, speed 0.5 mm/min and load cell of 50 kg. The analysis of the fracture was performed using the portable digital microscope. With illustrative, two specimens of each group were observed in scanning electron microscopy. Data were analyzed by ANOVA - 3 criteria and Tukey test (5%). No difference was observed between self-adhesive cements RelyX U100 and RelyX U200. In enamel, the RelyX ARC showed higher resistance than the self-adhesive, but with the prior etching of the surface self-adhesive proved superior. In dentine, no significant difference between groups. Most fractures were type adhesive. Considering the limitations of this study it is concluded

that the self-adhesive resin cements can be used as an alternative to conventional resin cements in situations with little or no enamel structure. When there is a considerable presence of enamel should prioritize the employment of conventional resin cements or self-adhesive associated with phosphoric acid etching prior to cementation.

Key words: Dental Enamel. Dentin. Shear Strength. Resin Cements.

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

- FIGURAS

Figura 1 - Cimento resinoso autoadesivo RelyX U100 (3M/ESPE).....	41
Figura 2 - Cimento resinoso autoadesivo RelyX U200 (3M/ESPE).....	41
Figura 3 - Cimento resinoso convencional RelyX ARC (3M/ESPE).....	41
Figura 4 - Condicionador dental gel 37% (Dentsply).....	41
Figura 5 - Adper Scotchbond™ Primer e Adesivo (3M/ESPE).....	41
Figura 6 - Face vestibular da coroa do dente incluída em tubo de PVC com resina epóxica.....	44
Figura 7 - Politriz metalográfica para planificação da superfície vestibular das coroas dentárias.....	44
Figura 8 - Matriz de teflon bipartida.....	45
Figura 9 - Dispositivo metálico para confecção de corpo de prova.....	47
Figura 10 - Dispositivo para cisalhamento com espécime adaptado acoplado à máquina de ensaio EMIC.....	49
Figura 11 - Fio ortodôntico justaposto à interface adesiva.....	49
Figura 12 - Fratura adesiva em esmalte (E-ARC-C).....	55
Figura 13 - Fratura adesiva em dentina (D-U100-C).....	55
Figura 14 - Fratura coesiva em esmalte (E-U100-C).....	55
Figura 15 - Fratura coesiva em dentina (D-ARC-C).....	55
Figura 16 - Fratura coesiva em cimento (E-U100-C).....	56

Figura 17 - Fratura mista em esmalte (E-U100).....	56
Figura 18 - Fratura mista em dentina (D-U100).....	56
Figura 19 - Fotomicrografia em Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) de um espécime do grupo E-U100.....	57
Figura 20 - Fotomicrografia (MEV) de um espécime do grupo E-U100-C.....	57
Figura 21 - Fotomicrografia (MEV) de um espécime do grupo E-U200.....	57
Figura 22 - Fotomicrografia (MEV) de um espécime do grupo E-U200-C.....	57
Figura 23 - Fotomicrografia (MEV) de um espécime do grupo E-ARC-C.....	57
Figura 24 - Fotomicrografia (MEV) de um espécime do grupo D-U100.....	58
Figura 25 - Fotomicrografia (MEV) de um espécime do grupo D-U100-C.....	58
Figura 26 - Fotomicrografia (MEV) de um espécime do grupo D-U200.....	58
Figura 27 - Fotomicrografia (MEV) de um espécime do grupo D-U200-C.....	58
Figura 28 - Fotomicrografia (MEV) de um espécime do grupo D-ARC-C.....	58

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Materiais comerciais empregados.....	40
Tabela 2 - Grupos experimentais.....	42
Tabela 3 - Tempo de cada procedimento.....	47
Tabela 4 - Composição da saliva artificial.....	48
Tabela 5 - Valores médios e desvio padrão da resistência de união (MPa) sob cisalhamento dos grupos testados.....	53
Tabela 6 - Porcentagem geral dos tipos de fratura.....	54

LISTA DE ABREVIATURA E SIGLAS

mm	Milímetro
cm	Centímetro
µm	Micrometro
S	Segundos
min	Minutos
g	Grama
Kg	Quilograma
F	Força
N	Newtons
MPa	MegaPascal
mW/cm ²	miliwatts por centímetro quadrado
mm/min	Milímetro por minuto
rpm	Rotação por minuto
ISO	International Standard Organization
LED	Luz Emissora de Diodo
PVC	Policloreto de Vinila
MEV	Microscopia Eletrônica de Varredura
ANOVA	Análise de Variância
p	Nível de significância

LISTA DE SÍMBOLOS

%	por cento
>	maior que
<	menor que
+	mais
°C	graus centígrados
°	graus
nº	número

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	15
2	REVISÃO DE LITERATURA	21
2.1	CIMENTOS RESINOSOS AUTOADESIVOS	23
2.2	TESTE DE CISALHAMENTO	30
3	PROPOSIÇÃO	33
4	MATERIAL E MÉTODOS	37
4.1	MATERIAIS UTILIZADOS	39
4.2	MÉTODOS	42
4.2.1	Delineamento experimental	42
4.2.2	Procedimentos prévios	43
4.2.3	Dispositivos para confecção dos espécimes	44
4.2.4	Preparo dos espécimes	45
4.2.5	Teste de resistência ao cisalhamento	48
4.2.6	Análise da fratura	49
4.2.7	Microscopia Eletrônica de Varredura	50
4.3	ANÁLISE ESTATÍSTICA	50
5	RESULTADOS	51
6	DISCUSSÃO	59
7	CONCLUSÕES	69
	REFERÊNCIAS	73

Introdução

1 INTRODUÇÃO

O sucesso clínico dos procedimentos restauradores indiretos depende em parte da técnica de cimentação utilizada para estabelecer uma união entre a restauração e o dente (RADOVIC et al., 2008), uma vez que os cimentos odontológicos promovem retenção da superfície interna das restaurações indiretas às irregularidades do remanescente dental e protegem a margem da estrutura dentária da infiltração de fluidos orais e de bactérias (BURKE, 2005).

Inúmeros são os cimentos disponíveis atualmente no mercado. Basicamente, eles se dividem em dois grupos, cimentos não resinosos que incluem os cimentos de fosfato de zinco e os cimentos de ionômero de vidro, e em cimentos resinosos que podem ser convencionais e autoadesivos ou autocondicionantes. Este último grupo vêm se tornando muito popular no cotidiano clínico devido a sua capacidade de aderir à estrutura dentária e à restauração (MANZO et al., 2011).

De maneira geral, os cimentos resinosos foram introduzidos no mercado com o objetivo de solucionar as falhas dos seus antecessores, pois além da superioridade em relação à capacidade de retenção (ZIDAN; FERGUNSON, 2003), esses materiais possuem propriedades mecânicas e físicas superiores (ATTAR; TAM; MCCOMB, 2003). Aliado a isso, os cimentos resinosos podem impossibilitar a infiltração, suprir deficiências de solubilidade e serem mais estéticos (MEYER; CATTANI-LORENTE; DUPUIS, 1998).

Os cimentos resinosos autoadesivos foram desenvolvidos com o intuito de simplificação da técnica de cimentação em única etapa, uma vez que não requerem nenhum pré-tratamento adesivo ao substrato dentário (DUKE, 2003; RADOVIC et al., 2008; BURGESS GHUMAN; ÇAKIR, 2010; ANGELIS et al., 2011), dispensando o condicionamento ácido e a aplicação de primer e adesivo. Estes cimentos visam eliminar inconvenientes de incompatibilidade química observados quando são utilizados sistemas adesivos simplificados associados aos cimentos resinosos de polimerização química ou dual (SANARES et al., 2001). Além disso, os autoadesivos afirmam ser tolerantes à umidade, liberam flúor e não apresentam sensibilidade pós-operatória (MAK et al., 2002; BURKE; CRISP; RICHTER, 2006;

RADOVIC et al., 2008). Assim sendo, vem atraindo grande interesse dos fabricantes e dos clínicos por combinar simplificação e menor sensibilidade técnica.

Por serem relativamente novos, informações detalhadas dos cimentos autoadesivos com relação às suas composições e propriedades adesivas ainda são limitadas. Acredita-se que o processo de adesão envolve grupos de monômeros funcionais ácidos simultaneamente desmineralizando e infiltrando no esmalte e na dentina, permitindo adesão através da retenção micromecânica e da interação química entre os grupos de monômeros e a hidroxiapatita (GERTH et al., 2006; MAKISHI et al., 2010).

Um amplo número de estudos vem sendo realizado na tentativa de se descobrir muito mais sobre esses cimentos. Avaliando a resistência de união ao esmalte dentário verificou-se que os cimentos autoadesivos apresentaram resistência inferior comparado com os cimentos resinosos convencionais (DE MUNCK et al., 2004; ABO-HAMAR et al., 2005; HIKITA et al., 2007; PIWOWARCZYK et al., 2007; DUARTE JÚNIOR et al., 2008). Entretanto, quando foi aplicado condicionamento ácido na superfície do esmalte, previamente à cimentação, observou-se um aumento no valor da resistência de união (DE MUNCK et al., 2004; GORACCI et al., 2006; HIKITA et al., 2007) e, em algumas vezes superando os valores dos cimentos resinosos convencionais (DUARTE JÚNIOR et al., 2008).

Em relação à dentina coronária, ao contrário do esmalte, a maioria dos resultados demonstrou um desempenho comparável aos sistemas de múltiplos passos (DE MUNCK et al., 2004; ABO-HAMAR et al., 2005; WALTER; MIGUEZ; PEREIRA, 2005; GORACCI et al., 2006; AL-ASSAF et al., 2007; HIKITA et al., 2007; PIWOWARCZYK et al., 2007; HITZ et al., 2012). Porém, os resultados são bastante variáveis mostrando-se superiores em alguns estudos (PEUTZFELDT; SAHAFI; FLURY, 2011; TURKMEN et al., 2011) e inferiores em outros (YANG et al., 2006; VIOTTI et al., 2009; SANDER et al., 2009; FARROKH et al., 2012; HITZ et al., 2012; SANTOS et al., 2012; VAZ et al., 2012) com relação aos cimentos resinosos convencionais. O prévio condicionamento ácido da superfície dentinária influenciou negativamente na resistência adesiva (DE MUNCK et al., 2004; HIKITA et al., 2007).

De forma geral, quando os cimentos resinosos autoadesivos foram comparados com os cimentos resinosos convencionais quase sempre mostraram uma menor resistência adesiva (BURGESS; GHUMAN; CAKIR, 2010). Deste modo,

observa-se que os cimentos autoadesivos oferecem uma razoável adesão à dentina; por outro lado, a adesão diretamente sobre o esmalte ainda representa um grande desafio (FERRACANE; STANSBURY; BURKE, 2011).

Com a promessa de melhoria na adesão, principalmente ao esmalte dentário, os fabricantes vêm tentando aperfeiçoar seus produtos. Recentemente foi lançado um novo cimento autoadesivo, RelyX U200 (3M ESPE, St. Paul, MN, USA), afirmando ter melhor adesão ao esmalte e melhor facilidade de manipulação pela similaridade da reologia das pastas, necessitando de pesquisas para comprovar sua melhor eficácia.

Assim, diante do que foi abordado, aliado ao fato da pouca informação disponível sobre a composição e mecanismo de adesão desses materiais e a divergência dos resultados encontrados na literatura, justifica-se a importância de se avaliar a resistência de união de cimentos autoadesivos aos diferentes substratos dentários verificando ainda a interação do tratamento superficial previamente a sua aplicação.

Revisão de Literatura

2 REVISÃO DE LITERATURA

2.1 CIMENTOS RESINOSOS AUTOADESIVOS

Até recentemente, os cimentos resinosos eram divididos em dois subgrupos de acordo com o sistema adesivo empregado para a preparação do substrato dentário previamente à cimentação. Um grupo utiliza sistemas adesivos com o condicionamento com ácido fosfórico 37% e o outro grupo utiliza primers autocondicionantes.

Em 2002, foram introduzidos os cimentos autoadesivos ou autocondicionantes, como um novo subgrupo dos cimentos resinosos, com o surgimento do cimento RelyX Unicem (3M ESPE, St. Paul, MN, USA). Seu desenvolvimento seguiu o mesmo raciocínio da proposta de simplificação dos sistemas adesivos e ao despertar grande interesse do mercado, surgiram vários outros cimentos nesta categoria como: BisCem (Bisco Inc., Schaumburg, IL, USA), G-Cem (GC, Alsip, IL, USA), Maxcem Elite (Kerr, Orange, CA, USA), Multilink Sprint (Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein, Germany) e Smart Cem 2 (Dentsply, Konstanz, Germany).

Buscando uma forma ainda mais fácil o RelyX Unicem (3M ESPE, St. Paul, MN, USA) foi reformulado sendo apresentado como RelyX U100 (3M ESPE, St. Paul, MN, USA) que é disponibilizado em duas pastas (base e catalisadora) e não mais pó e líquido, em uma embalagem com dispensador tipo clicker, a qual evita desperdícios, oferece precisão no proporcionamento entre as pastas e facilita a manipulação. Recentemente, em 2012, foi lançado o RelyX U200 (3M ESPE, St. Paul, MN, USA) que, segundo o fabricante, apresenta melhor resistência ao esmalte e reologia similar entre as duas pastas facilitando ainda mais a manipulação do cimento.

De forma abrangente, os cimentos autoadesivos surgiram com a intenção de eliminar deficiências dos cimentos convencionais e dos cimentos resinosos apresentando características favoráveis de diferentes tipos de cimentos em um único produto como a resistência dos cimentos resinosos, a praticidade de cimentos

como o fosfato de zinco (DUKE, 2003) e a liberação de flúor como os cimentos de ionômero de vidro (RADOVIC et al., 2008; BURGESS; GHUMAN; CAKIR, 2010).

Esta nova classe de cimento não requer nenhum pré-tratamento da superfície dentária (DUKE, 2003; RADOVIC et al., 2008; BURGESS GHUMAN; CAKIR, 2010; ANGELIS et al., 2011). O cimento é misturado e aplicado ao substrato e à peça protética em uma única etapa (RADOVIC et al., 2008). Dessa forma, simplifica os procedimentos da cimentação adesiva, minimiza o tempo clínico e encurta a “janela de contaminação” devido à redução do número de etapas; assim o risco de contaminação é menor promovendo uma melhor adesão em relação aos procedimentos que foram contaminados durante a realização (BURGESS; GHUMAN; CAKIR, 2010).

Pode-se dizer que os cimentos autoadesivos tem uma boa aceitação clínica e reduzem o potencial de erros por apresentarem uma técnica mais simples em relação aos cimentos resinosos convencionais (FERRACANE; STANSBURY; BURKE, 2011) como ilustrado no Quadro 1.

Quadro 1 - Comparação do número de etapas entre os cimentos resinosos convencionais e autoadesivos

Cimentos resinosos convencionais	Cimentos resinosos autoadesivos
Isolamento	Isolamento
Condicionamento com ácido fosfórico	Mistura e aplicação do cimento
Lavagem	Remoção do excesso de cimento
Secagem	Fotopolimerização
Aplicação do primer	
Aplicação do adesivo	
Fotopolimerização	
Mistura e aplicação do cimento	
Remoção do excesso de cimento	
Fotopolimerização	

Os cimentos autoadesivos apresentam presa dual e podem ser indicados para a cimentação adesiva de inlays, onlays, coroas e pinos (RADOVIC et al., 2008; MANSO et al., 2011); independente do material de confecção ser metal, cerâmica ou compósito. O único procedimento no qual o uso desses cimentos não é

recomendado é para a cimentação de facetas e lentes de contato, pois é necessário um maior tempo de trabalho para posicionamento e ajuste, preferindo-se cimentos com presa exclusivamente fotossensível (RADOVIC et al., 2008).

Os cimentos resinosos têm o intuito de reter restaurações, aparelhos, pinos e núcleos, mantendo-os em posição estável por um longo período de tempo no ambiente oral. Os mecanismos de retenção estão relacionados com a união química, mecânica ou por fricção e micromecânica ou hibridização. Na maioria das situações, dependendo da natureza do cimento e do substrato, ocorre uma combinação desses mecanismos promovendo a união entre a restauração e a estrutura dentária (MANSO et al., 2011).

Por serem materiais relativamente novos pouco se sabe com relação à composição, propriedades adesivas e desempenho clínico dos cimentos autoadesivos. Embora o mecanismo de adesão básico pareça ser o mesmo para todos os cimentos autoadesivos, as características do RelyX Unicem (3M ESPE, St. Paul, MN, USA) são as mais amplamente explicadas pelos fabricantes (RADOVIC et al., 2008; BURGESS; GHUMAN; CAKIR, 2010).

A adesão dos cimentos resinosos autoadesivos está sendo bastante investigada. Acredita-se que a mesma acontece de forma bastante complexa e parece envolver uma série de mecanismos relacionados à composição, reação de presa, interação com o cálcio do substrato dentário e neutralização do cimento.

Os cimentos autoadesivos contêm tradicionalmente partículas de carga em quantidade que varia de 60-75% (BELLI et al., 2009) e matriz orgânica com monômeros de ácido fosfórico metacrilato multifuncionais ou monômeros ácido-funcionais que promovem o mecanismo de desmineralização e adesão dos cimentos à hidroxiapatita (BURGESS; GHUMAN; CAKIR, 2010).

Há um grande número de monômeros ácidos, principalmente baseados em fosfatos e fosfanatos, que têm sido desenvolvidos especificamente para desmineralizar o esmalte e a dentina bem como para promover a formação de um sal estável envolvendo o cálcio (FERRACANE; STANSBURY; BURKE, 2011). A seleção da estrutura do monômero ácido é criticamente importante visto que pode implicar na formação de sais complexos com o cálcio mais ou menos estáveis (YOSHIDA et al., 2004; INOUE et al., 2005; VAN LANDUYT et al., 2008). A concentração dos monômeros ácidos deve ser balanceada de forma que seja a mínima suficiente para evitar um caráter hidrofílico excessivo no polímero final, mas

a máxima suficiente para promover um aceitável grau de característica autocondicionante e adesão satisfatória ao esmalte e à dentina (FERRACANE; STANSBURY; BURKE, 2011).

Semelhantes aos adesivos autocondicionantes, os cimentos autoadesivos apresentam um baixo pH quando em contato com a água e umidade do dente (BURGESS; GHUMAN; CAKIR, 2010). Este baixo pH condiciona a dentina e o esmalte, sendo o condicionamento mais fácil em dentina. Os grupamentos ácidos parecem se ligar com o cálcio da hidroxiapatita para formar uma ligação estável entre a rede de metacrilato e o dente (DE MUNCK et al., 2004; GERTH et al., 2006; AL-ASSAF et al., 2007; FERRACANE; STANSBURY; BURKE, 2011).

Os íons de sódio, cálcio, silicato e flúor liberados pelas partículas de cargas ácido-solúveis alcalinas neutralizam os grupamentos ácidos remanescentes, como o cimento de ionômero de vidro, aumentando o pH de 1 para 6 (RADOVIC et al., 2008; FERRACANE; STANSBURY; BURKE, 2011), estes íons podem participar da reação de presa ou serem liberados para o meio (RADOVIC et al., 2008; BURGESS; GHUMAN; CAKIR, 2010; FERRACANE; STANSBURY; BURKE, 2011). Apesar de essa neutralização ocorrer durante a reação de presa para o RelyX Unicem, outros cimentos autoadesivos permanecem ácidos por um longo período de tempo (BURGESS; GHUMAN; CAKIR, 2010), isto parece ter relação com a inclusão ou não de hidróxido de cálcio na composição dos cimentos, e sua presença parece contribuir para uma neutralização mais rápida (FERRACANE; STANSBURY; BURKE, 2011).

A água que é formada no processo de neutralização contribui para característica hidrofílica inicial do cimento, a qual promove uma melhor adaptação à estrutura dentária e tolerância à umidade. Subsequentemente, a água é reutilizada pela reação com os grupamentos ácidos funcionais e durante a reação do cimento com os íons liberados das partículas de cargas alcalinas. E, dessa forma, a reação promove uma inteligente mudança resultando numa matriz hidrofóbica com baixa solubilidade, baixa expansão e estabilidade ao longo do tempo (RADOVIC et al., 2008; BURGESS; GHUMAN; CAKIR, 2010).

A adesão obtida é dependente da retenção micromecânica e interação química entre os grupamentos de monômeros ácidos e a hidroxiapatita (GERTH et al., 2006; RADOVIC et al., 2008). Sabe-se que alguns cimentos formam uma fraca

interação micromecânica e uma fraca união química com o cálcio do dente (BURGESS; GHUMAN; CAKIR, 2010).

Alguns estudos (DE MUNCK et al., 2004; AL-ASSAF et al., 2007) afirmam que a interação entre a superfície dentária e os materiais cimentantes autoadesivos é superficial e muito irregular, sem desmineralização da smear layer, não havendo formação de uma camada híbrida real, possivelmente sem a formação de tags de resina. Portanto, é provável a formação de uma camada irregular de interação entre o cimento e o substrato. Entretanto, há indicações através da espectroscopia de fotoelétrons de raios-x de uma boa interação química com o cálcio da hidroxiapatita, o que sugere que esta via proporciona um meio de retenção micromecânica, mesmo não havendo infiltração significativa de mais de um micrômetro na superfície da dentina (MONTICELLI et al., 2008).

A adesão dos cimentos autoadesivos ao esmalte produz uma menor resistência de união do que os cimentos resinosos convencionais (DE MUNCK et al., 2004; ABO-HAMAR et al., 2005; HIKITA et al., 2007; PIWOWARCZYK et al., 2007; DUARTE JÚNIOR et al., 2008) mas, maior do que os cimentos de ionômero de vidro (ABO-HAMAR et al., 2005; LÜTHY; LOEFFEL; HAMMERLE, 2006). Assim, pode ser considerado como uma alternativa ao cimento ionomérico para cimentação de cerâmicas de alta resistência e restaurações à base de metal, mas pode não ser ideal para cimentação de facetas, inlays e coroas parciais se uma considerável área de esmalte estiver presente (ABO-HAMAR et al., 2005).

O uso do ácido fosfórico para condicionamento do esmalte antes da aplicação do cimento autoadesivo pode resultar em resistência de união comparável aos cimentos resinosos convencionais (DE MUNCK et al., 2004; GORACCI et al., 2006; HIKITA et al., 2007) ou até mesmo superiores (DUARTE JÚNIOR et al., 2008), estes achados podem ser explicados pelas irregularidades microscópicas melhoradas produzidas pelo ácido mais forte (ácido fosfórico 37%) em comparação com as produzidas pelo próprio cimento (DE MUNCK et al., 2004). Entretanto, o prévio condicionamento pode ser prejudicial para a adesão em dentina (DE MUNCK et al., 2004; HIKITA et al., 2007) em virtude da alta viscosidade desses cimentos que impede a sua penetração entre a matriz de colágeno levando a formação de uma fraca união (DE MUNCK et al., 2004).

Embora a interface entre os cimentos resinosos convencionais e autoadesivos e a dentina sejam morfológicamente diferentes (DE MUNCK et al.,

2004; AL-ASSAF et al., 2007), os cimentos autoadesivos tem mostrado uma performance com igual efetividade quando comparado com a maioria dos cimentos resinosos convencionais (DE MUNCK et al., 2004; ABO-HAMAR et al., 2005; WALTER; MIGUEZ; PEREIRA, 2005; GORACCI et al., 2006; AL-ASSAF et al., 2007; HIKITA et al., 2007; PIWOWARCZYK et al., 2007; HITZ et al., 2012). Porém, os resultados são muito variáveis mostrando-se, em alguns estudos, superiores (PEUTZFELDT; SAHAFI; FLURY, 2011; TURKMEN et al., 2011) e em outros inferiores em relação aos cimentos resinosos convencionais (YANG et al., 2006; VIOTTI et al., 2009; SANDER et al., 2009; FARROKH et al., 2012; HITZ et al., 2012; SANTOS et al., 2012; VAZ et al., 2012). Microscopicamente, observa-se que não ocorre a formação de uma clássica camada híbrida e sim uma mínima interação com o substrato dentinário (DE MUNCK et al., 2004; YANG et al., 2006; AL-ASSAF et al., 2007; BITTER et al., 2009). Da mesma forma que para o esmalte, os cimentos resinosos autoadesivos podem ser uma alternativa aos cimentos de ionômero de vidro modificados ou não por resina (PEUTZFELDT; SAHAFI; FLURY, 2011; SANTOS et al., 2012).

Alguns fatores como a pressão exercida durante a cimentação podem interferir na adesão. Em virtude da alta viscosidade dos cimentos autoadesivos e de avaliações morfológicas que revelaram que o RelyX Unicem (3M ESPE, St. Paul, MN, USA) deve ser aplicado usando alguma pressão para melhorar a adaptação às paredes da cavidade (DE MUNCK et al., 2004), Goracci et al. (2006) verificaram a influência da pressão de assentamento durante a cimentação e constataram que esse fator não influenciou na resistência de união ao esmalte mas, contrariamente, influenciou de maneira positiva à dentina. Em relação à morfologia da interface observada por meio da microscopia eletrônica de varredura, a aplicação de pressão durante o assentamento contribuiu para a redução de porosidades e da espessura do cimento RelyX Unicem (3M ESPE, St. Paul, MN, USA), embora não tenha aumentado a penetração do mesmo nos substratos dentários e não tenha sido detectada formação de camada híbrida.

Outro fator que também influencia na adesão é o tipo de polimerização empregado. Sabe-se que os cimentos resinosos autoadesivos são de presa dual e essa característica é essencial uma vez que o restrito acesso de intensidade adequada de luz é situação comum na maioria das restaurações indiretas e cimentação de pinos impedindo a utilização de cimentos apenas fotossensíveis

(MYERS; CAUGHMAN; RUEGGERBERG, 1994), assim nas áreas onde a luz não alcança a reação ocorre pelo processo de presa químico. Diversos estudos têm indicado que há um aumento considerável nos níveis de conversão do metacrilato quando o modo de presa dual é comparado com a presa química apenas (KUMBULOGLU et al., 2004; VROCHARI et al., 2009), portanto deve-se preconizar a presa por ambas as vias sempre que possível garantindo melhor adesão, melhor integridade marginal e maior resistência ao desgaste (RADOVIC et al., 2008; BURGESS; GHUMAN; CAKIR, 2010; FERRACANE; STANSBURY; BURKE, 2011). Além desses, outro estudo demonstrou uma melhor adesão quando os cimentos foram polimerizados pelo modo dual, que possivelmente é explicado devido ao aprimoramento das propriedades do polímero produzido pelo alto grau de conversão, porém este fato não foi constatado para todos os cimentos (PIWOWARCZYK et al., 2007).

O modo de polimerização além de interferir na adesão também pode ter relação com as propriedades mecânicas dos cimentos como microdureza, resistência compressiva e resistência flexural (KUMBULOGLU et al., 2004).

Os cimentos resinosos autoadesivos parecem apresentar uma nova abordagem promissora para os procedimentos restauradores indiretos (RADOVIC et al., 2008) e suas aceitações pelos profissionais vêm aumentando (FERRACANE; STANSBURY; BURKE, 2011). De forma geral, apresentam satisfatória biocompatibilidade quando comparados aos cimentos que exigem o condicionamento ácido da superfície (DE SOUZA COSTA; HEBLING; RANDALL, 2006; DE MENDONÇA et al., 2007; ULKER; SEGUN, 2009). Os autores especulam que esses cimentos são beneficiados pela adesão química ao dente, baixa solubilidade, mecanismo de autoneutralização durante a reação de presa, alta viscosidade, limitada penetração no substrato e ausência da etapa de condicionamento com ácido fosfórico 37%.

Essas características correlacionam-se também com a sensibilidade pós-operatória que é baixa ou ausente com os autoadesivos contribuindo ainda mais para o aumento da sua popularidade. A sensibilidade pós-operatória do dente está associada com o processo de cimentação desde a introdução do cimento de fosfato de zinco e aumentou com o uso dos cimentos resinosos combinados com sistemas adesivos convencionais (CHRISTENSEN, 2000), porém de acordo com estudos clínicos (TASCHNER et al., 2009; BLATZ et al., 2012) vem-se observando um

declínio nos relatos de sensibilidade pós-operatória quando são empregados os cimentos autoadesivos para a cimentação de restaurações indiretas.

2.2 TESTE DE CISALHAMENTO

Um inconveniente com relação às pesquisas envolvendo adesão é a falta de padronização dos estudos, impossibilitando a comparação entre os resultados obtidos (RETIEF, 1991; SINHORETI et al., 2001). A ISO (International Organization for Standardization) preconiza desde 1991 alguns tipos de testes mecânicos, como os ensaios de tração e cisalhamento.

Os testes mecânicos laboratoriais, geralmente, se fundamentam na aplicação de forças de deslocamento sobre a união, na tentativa de simular os mesmos esforços sofridos pela restauração durante sua função no meio bucal. Tensão é definida como uma força (F) que atua internamente nas partículas constituintes de um corpo, aplicada em área específica. Existem tensões de tração que tendem ao alongamento do material, tensões de contração que tendem a encurtar o material, de cisalhamento que tendem a torcer ou deslocar uma porção de um corpo sobre o outro, tensões complexas as quais envolvem todas as tensões ao mesmo tempo e as tensões de flexão que tendem a dobrar o corpo (ANUSAVICE, 2005).

As forças e tensões exercidas sobre os dentes e restaurações na clínica são de natureza complexa, assim, nenhum teste simula adequadamente as forças intrabuciais (RETIEF, 1991). Além disso, muitos fatores exercem influência nos resultados dos valores de resistência de união como o tipo e face do dente (PASHLEY, 1992), preparação da superfície (RETIEF et al., 1986; VISURII et al., 1996), tempo de estocagem (RETIEF, 1991), meio de imersão (RETIEF, 1991), tipo de teste utilizado e diferenças nas propriedades elásticas dos materiais (OILO, 1993).

Em 1991, a ISO por meio da norma TR 11405, promoveu uma tentativa de padronização para os testes de adesão à estrutura dental com o objetivo de padroniza-los. Para o teste de cisalhamento preconizado com cinzel, a norma descreve um aparelho constituído por uma luva metálica que aloja a amostra e por uma chapa metálica de 5 mm de espessura, fixada paralelamente à luva metálica

que possui três orifícios com diâmetro de 3, 5 e 10 mm, utilizados de acordo com o tamanho da amostra. Cada orifício possui uma angulação de 45° e a parte que faz a punção na amostra é plana e com 1 mm de largura, formando um ângulo reto.

De acordo com Sinhoreti et al. (2001), o teste de cisalhamento com cinzel preconizado pela ISO, apresenta um complexo de esforços mecânicos como clivagem, tração e compressão na área de união e não apenas o esforço de cisalhamento.

No ensaio de cisalhamento, a força de trabalho é aplicada paralelamente à superfície do dente (OILO; AUSTRHEIM, 1993). Para a realização deste ensaio, espécimes em forma de cilindro e com diâmetro variando de 3 a 4 mm são necessários. Embora o cisalhamento com cinzel seja preconizado pela ISO, distintas configurações são empregadas para exercer o cisalhamento incluindo o cinzel com ou sem ponta de faca ou uma alça de fio de aço, justapostas o mais próximo possível da interface adesiva (SALZ; BOCK, 2010) e também o uso de dispositivos que envolvam completamente o corpo-de-prova tais como fitas de aço (SINHORETI et al., 2001).

O conjunto de teste tem grande influência sobre a distribuição de tensões na medida da resistência ao cisalhamento (DICKENS; MILOS, 2002; PECORA et al., 2002). Segundo Sinhoreti et al. (2001) o uso de fitas de maior área diminuiriam os esforços complexos, criando assim, maior concentração de tensões tangenciais na região de união, promovendo melhor deslizamento entre os planos. Além disso, comparando a influência dos sistemas de carregamento com fio ortodôntico, fita de aço inoxidável e cinzel, verificaram-se diferentes valores de resistência ao cisalhamento. Os valores dependem de uma complexa combinação de esforços e resultantes produzidas durante o carregamento das amostras.

DeHoff, Anusavice e Wang (1995) questionaram se o teste de cisalhamento realmente causa uma fratura por cisalhamento na interface ou a fratura é causada por forças de tração incontroladas em um dos materiais. Através da análise de elemento finito em um plano tridimensional, esses autores verificaram que há uma grande concentração de tensões na interface próxima à área de aplicação da força; o uso de fio ao invés de cinzel é preferível, visto que reduz a concentração de tensões próximas à interface; porém é importante ressaltar que os testes não consideram fatores críticos tais como dependência de tempo, distribuição de falhas e

instabilidade de trincas; e o fato de que muitas falhas clínicas ocorrem mediante cargas cíclicas.

No teste de cisalhamento, quanto mais distante o ponto de aplicação da tensão em relação à região de união, maior o momento de flexão, resultando não somente em tensões de cisalhamento, mas sim de tração e compressão. As tensões são sensíveis à geometria do carregamento, forma e tamanho do aderente e seu módulo de elasticidade relativo (VAN NOORT et al., 1989). Em alguns casos, o ensaio de resistência ao cisalhamento exibe resultados mais altos do que o teste de resistência à tração, mas seguindo uma mesma classificação para os mesmos produtos (OILO; AUSTRHEIM, 1993).

Embora sujeitos a críticas, os testes de cisalhamento são os mais comumente empregados para avaliação da resistência adesiva de materiais à estrutura dentária (AL-SALEHI; BURKE, 1997; BURKE et al., 2008). Isso provavelmente se explica pela simplicidade do método e facilidade de adequação aos diferentes equipamentos disponíveis nos diversos laboratórios (BRAGA et al., 2010).

Os testes de resistência de união, embora não perfeitos, têm auxiliado no desenvolvimento e melhoramento dos materiais adesivos, técnicas restauradoras e determinação de protocolos clínicos (MASON et al., 1996). Entretanto, esses testes estão na dependência do método usado e os valores obtidos devem ser cuidadosamente interpretados, pois os fatores que levam uma interface adesiva a resistir à fratura são complexos e não podem simplesmente ser correlacionados com valores numéricos. Novos métodos de testes devem ser desenvolvidos para auxiliar os pesquisadores no avanço dos materiais odontológicos (SUDSANGIAM; VAN NOORT, 1999).

Sendo assim, diversos estudos in vitro avaliando a união dos cimentos resinosos autoadesivos aos substratos dentários estão sendo realizados com diferentes testes mecânicos com o intuito de avaliar a eficácia do material e determinar técnicas eficazes e duradouras.

Proposição

3 PROPOSIÇÃO

Este estudo in vitro se propõe a avaliar a resistência de união, por meio do ensaio mecânico de cisalhamento, dos cimentos resinosos autoadesivos ao esmalte e à dentina bovinos, em função de diferentes tratamentos da superfície e comparando com um cimento resinoso convencional.

Serão consideradas as seguintes hipóteses nulas:

1. Não há diferença na adesão entre os diferentes cimentos;
2. Não há diferença na adesão de acordo com os substratos testados;
3. Não há diferença na adesão com relação aos diferentes tratamentos da superfície.

Material e Métodos

4 MATERIAL E MÉTODOS

4.1 MATERIAIS UTILIZADOS

Para a realização deste estudo, foram selecionados 120 dentes bovinos hígidos do grupo dos incisivos, os quais foram limpos e ficaram armazenados inicialmente em solução supersaturada de timol 0,1% em refrigerador à temperatura de aproximadamente 4°C a fim de evitar a proliferação de micro-organismos.

Para a confecção dos espécimes, além dos dentes, foram utilizados cimentos resinosos autoadesivos RelyX U100 (Figura 1) e RelyX U200 (Figura 2); cimento resinoso convencional RelyX ARC (Figura 3) e sistema adesivo convencional de 3 passos com Condicionador dental gel (figura 4), Adper Scotchbond Multi-Use Primer e Adesivo (Figura 5). As marcas comerciais dos materiais empregados neste estudo e suas características são apresentadas na Tabela 1.

TABELA 1 – Materiais comerciais empregados.

MATERIAL	COMPOSIÇÃO	LOTE	FABRICANTE
RelyX™ U100	Pasta base: fibra de vidro, ésteres ácido fosfórico metacrilato, dimetacrilato de trietilenoglicol, sílica tratada com silano e persulfato de sódio Pasta catalisadora: fibra de vidro, dimetacrilato substituto, sílica tratada com silano, p-toluenosulfonato de sódio e hidróxido de cálcio	459579	3M/ESPE, St. Paul, MN, USA
RelyX™ U200	Pasta base: pó de vidro tratado com silano, ácido 2-propenóico, 2-metil 1,1'-[1-(hydroxymetil)-1,2-ethanodilyl] éster, dimetacrilato de trietileno glicol (TEG-DMA), sílica tratada com silano, fibra de vidro, persulfato de sódio e per-3,5,5-trimetil-hexanoato t-butila Pasta catalisadora: pó de vidro tratado com silano, dimetacrilato substituto, sílica tratada com silano, p-toluenosulfonato de sódio, 1-benzil-5-fenil-ácido bórico, sais de cálcio, 1,12-dodecano dimetacrilato, hidróxido de cálcio e dióxido de titânio	481248	3M/ESPE, St. Paul, MN, USA
RelyX™ ARC	Pasta A: BisGMA, TEGDMA, zircônia sílica, pigmentos, amina e sistema fotoiniciador Pasta B: BisGMA, TEGDMA, zircônia sílica, peróxido de benzoíla	N331951	3M/ESPE, St. Paul, MN, USA
Condicionador dental gel	Ácido fosfórico 37%, sílica coloidal, surfactante e corante	525532D	Dentsply, Konstanz, Germany
Adper Scotchbond™ Primer	2-hidroxietilmetacrilato e ácido polialcenóico	N239896	3M/ESPE, St. Paul, MN, USA
Adper Scotchbond™ Adesivo	Bismetacrilato de (1-metiletilideno) bis [4,1-fenilenooxi (2-hidroxi-3,1-propanodiilo)] e metacrilato de 2-hidroxietila	N251381	3M/ESPE, St. Paul, MN, USA

Dados de acordo com as informações dos fabricantes

Para a cimentação dos espécimes foi selecionado o aparelho de luz emissora de diodo – LED (Fotopolimerizador LD Max, Gnatus, Ribeirão Preto, SP, Brasil) para a polimerização. A densidade de potência utilizada para cada técnica de fotoativação foi de 500 mW/cm², checada antes do uso do aparelho por meio de um radiômetro (Ecel, Ribeirão Preto, SP, Brasil).

Figura 1 – RelyX U100

Figura 2 – RelyX U200

Figura 3 – RelyX ARC

Figura 4 – Condicionador dental gel

Figura 5 – Primer e adesivo

4.2 MÉTODOS

4.2.1 Delineamento experimental

Este estudo in vitro envolveu 3 fatores de estudo estando o substrato dividido em dois níveis (esmalte e dentina), o cimento em três níveis (RelyX U100, RelyX U200 e RelyX ARC) e o tratamento em dois níveis (sem e com ácido fosfórico). O mesmo envolveu a confecção de espécimes dos substratos dentários, esmalte e dentina, os quais foram submetidos ao teste mecânico de cisalhamento por meio de uma alça de fio ortodôntico. Foi avaliada a resistência de união de dois cimentos resinosos autoadesivos de presa dual comparando-os com um cimento resinoso convencional também de presa dual. Duas condições de superfície do esmalte e da dentina em função do condicionamento com ácido fosfórico foram analisadas, totalizando 12 grupos experimentais com 10 espécimes em cada. Os grupos foram formados como mostra a Tabela 2.

TABELA 2 – Grupos experimentais.

GRUPOS	SUBSTRATO	CIMENTO	AGENTE DE UNIÃO	TRATAMENTO DE SUPERFÍCIE
E-U100	Esmalte	RelyX™ U100	_____	_____
E-U100-C	Esmalte	RelyX™ U100	_____	Condicionador dental gel
E-U200	Esmalte	RelyX™ U200	_____	_____
E-U200-C	Esmalte	RelyX™ U200	_____	Condicionador dental gel
E-ARC	Esmalte	RelyX™ ARC	Scotchbond™ Adesivo	_____
E-ARC-C	Esmalte	RelyX™ ARC	Scotchbond™ Adesivo	Condicionador dental gel
D-U100	Dentina	RelyX™ U100	_____	_____
D-U100-C	Dentina	RelyX™ U100	_____	Condicionador dental gel
D-U200	Dentina	RelyX™ U200	_____	_____
D-U200-C	Dentina	RelyX™ U200	_____	Condicionador dental gel
D-ARC	Dentina	RelyX™ ARC	Scotchbond™ Primer+Adesivo	_____
D-ARC-C	Dentina	RelyX™ ARC	Scotchbond™ Primer+Adesivo	Condicionador dental gel

4.2.2 Procedimentos prévios

Os dentes foram seccionados na junção cimento-esmalte com uma máquina de cortes (Isomet 1000TM – Buehler, Lake Bluff, IL, EUA), para separar a coroa da raiz. Ao final, desprezaram-se as raízes.

A face vestibular das coroas foram fixadas em lâminas de cera 7 (Polidental, Cotia, SP, Brasil) e envolvidas individualmente por tubos de PVC $\frac{3}{4}$ (Tigre S. A. Tubos e Conexões, Joinville, SC, Brasil) com 15,0 mm de altura e 25,0 mm de diâmetro, centralizando-se cada coroa dental nos tubos. Posteriormente, uma mistura de resina epóxica (Redelease, São Paulo, SP, Brasil) a qual apresenta baixa liberação de calor durante sua polimerização foi vertida no interior dos tubos (Figura 6).

Após a polimerização da resina desgastaram-se as superfícies vestibulares das coroas incluídas (cilindros) em uma politriz metalográfica ER-27000 (ERIOS Equipamentos Técnicos e Científicos Ltda., São Paulo, SP, Brasil), sob refrigeração com água, a velocidade de 300 rpm e com peso de 320g sobre os cilindros o que proporcionou um desgaste da superfície em 90° eliminando as periquimáceas da face vestibular dos dentes, planificando a superfície e padronizando a espessura de estrutura dentária desgastada (Figura 7). Para os cilindros que haveria exposição apenas de esmalte (60 unidades) utilizaram-se lixas de carbeto de silício (Extec, Enfield, CT, USA) nº 320, 600 e 1200, cada granulação empregada por 5 minutos. Para aqueles com exposição em dentina (60 unidades) utilizou-se lixas de carbeto de silício nº 120 até a exposição da dentina e, em seguida, lixas nº 320 e 600, também por 5 minutos para cada granulação.

Previamente à cimentação, todos os cilindros foram submetidos à limpeza com pedra pomes (Maquira, Maringá, PR, Brasil) e água em baixa rotação com escova de Robinson (Injecta, São Paulo, SP, Brasil) por 30s, lavados com água por 30s e secos com jatos de ar. Concluída esta etapa, delimitaram-se as áreas de união fixando papéis autocolantes (3M, Sumaré, SP, Brasil) contendo orifícios de 3,0 mm de diâmetro, às superfícies de esmalte e dentina, correspondentes às áreas de união. Na sequência, os cilindros foram distribuídos, aleatoriamente, em doze grupos com 10 espécimes cada um.

Figura 6 – Face vestibular da coroa do dente incluída em tubo de PVC com resina epóxica

Figura 7 – Politriz metalográfica planificando a superfície vestibular das coroas dentárias

4.2.3 Dispositivos para confecção dos espécimes

Para o preparo dos espécimes, os cilindros com esmalte ou dentina expostos foram presos em um dispositivo metálico para confecção de corpo de prova de cisalhamento (Dinamarca) para a aplicação dos cimentos resinosos.

O dispositivo metálico é composto de uma base, um braço e um platô, onde se acopla uma matriz de teflon (politetrafluoreto) bipartida fixada através de um parafuso lateral. A matriz (Figura 8) possui um orifício central com 3,0 mm de diâmetro e 2,0 mm de altura. O cimento era aplicado após a fixação do cilindro no dispositivo metálico, estando encaixado na matriz de teflon.

Figura 8 – Matriz de teflon bipartida

4.2.4 Preparo dos espécimes

Previamente à cimentação os cilindros com as coroas dentárias incluídas receberam tratamento superficial de acordo com o substrato e com o grupo a que pertencia. Todos os procedimentos foram realizados somente nas áreas de união, previamente delimitadas, seguindo-se as orientações dos fabricantes.

- ☐ Grupo E-U100: nenhum tratamento na superfície foi realizado após a limpeza com pedra-pomes.
- ☐ Grupo E-U100-C: após a limpeza, foi submetido ao tratamento com o condicionador dental gel por 30s, seguido de lavagem com água pelo mesmo tempo do condicionamento e secagem com jatos de ar até obtenção de uma superfície opaca.
- ☐ Grupo E-U200: idem ao grupo E-U100.
- ☐ Grupo E-U200-C: mesmo protocolo descrito para o grupo E-U100-C.
- ☐ Grupo E-ARC: após a limpeza, não foi realizado o condicionamento com ácido fosfórico, apenas aplicou-se o Adper Scotchbond™ Adesivo com auxílio de um aplicador descartável (KG Sorensen, Cotia, SP, São Paulo) e fotopolimerizou por 10s.
- ☐ Grupo E-ARC-C: após a limpeza, foi submetido ao tratamento com o condicionador dental gel por 30s, seguido de lavagem com água pelo mesmo tempo do condicionamento e secagem com jatos de ar até

obtenção de uma superfície opaca. Na sequência, aplicou-se o Adper Scotchbond™ Adesivo com auxílio de um aplicador descartável (KG Sorensen, Cotia, SP, São Paulo) e fotopolimerizou por 10s.

- Grupo D-U100: idem ao grupo E-U100.
- Grupo D-U100-C: após a limpeza, foi submetido ao tratamento com o condicionador dental gel por 15s, seguido de lavagem com água pelo mesmo tempo do condicionamento e secagem com papel absorvente até obtenção de uma superfície úmida.
- Grupo D-U200: idem ao grupo E-U100.
- Grupo D-U200-C: mesmo protocolo descrito para o grupo D-U100-C.
- Grupo D-ARC: após a limpeza, não foi realizado o condicionamento com ácido fosfórico, apenas aplicou-se o Adper Scotchbond™ Primer com auxílio de um aplicador descartável secando por 5s com leve jatos de ar e o Adper Scotchbond™ Adesivo finalizando com a fotopolimerização por 10s.
- Grupo D-ARC-C: após a limpeza, foi submetido ao tratamento com o condicionador dental gel por 15s, seguido de lavagem com água pelo mesmo tempo do condicionamento e secagem com papel absorvente até obtenção de uma superfície úmida. Na sequência, aplicou-se o Adper Scotchbond™ Primer com auxílio de um aplicador descartável secando por 5s com leve jatos de ar e o Adper Scotchbond™ Adesivo finalizando com a fotopolimerização por 10s.

Na sequência, os cilindros foram fixados no dispositivo metálico (Figura 9) para a realização da cimentação. Os cimentos, com embalagem tipo clicker, foram dispensados no bloco de espatulação fornecido pelo fabricante, e espatulados com o auxílio de uma espátula nº24 (Golgran, São Paulo, SP, Brasil), uma única porção de cada cimento foi suficiente. Na sequência, foram inseridos e acomodados na matriz de teflon com o auxílio de um brunidor nº33 (Golgran, São Paulo, SP, Brasil). Antes da polimerização uma matriz de poliéster (KG Sorensen, Cotia, SP, São Paulo) era colocada sobre o cimento, seguida de uma lâmina de vidro (1,0 mm de espessura) sobre a matriz de poliéster e, por último a aplicação de uma carga de 454g através da Agulha Maior de Gilmore para exercer pressão de forma padronizada. A polimerização era realizada logo em seguida e aguardava-se o tempo total de presa

para a remoção do espécime do dispositivo. O tempo de espatulação, fotopolimerização e de presa total que foram empregados para cada cimento estão descritos na Tabela 3. Na sequência, todos os espécimes contendo o cilindro de cimento foram cuidadosamente separados da matriz de teflon bipartida e das bases metálicas, sendo os excessos de cimento e o papel autocolante removidos com auxílio de uma lâmina de bisturi.

Figura 9 – Dispositivo metálico para confecção de corpo de prova

TABELA 3 – Tempo de cada procedimento.

CIMENTO	TEMPO DE ESPATULAÇÃO	TEMPO DE FOTOATIVAÇÃO	TEMPO TOTAL DE PRESA
RelyX™ U100	20s	20s	5 min
RelyX™ U200	20s	20s	6 min
RelyX™ ARC	10s	40s	10 min

Dados de acordo com as informações do fabricante

Os espécimes foram mantidos em recipientes plásticos, identificados e hermeticamente fechados, imersos em saliva artificial cuja composição eletrolítica é similar à saliva humana (Tabela 4) por um período de sete dias, e armazenados em estufa a uma temperatura de 37°C e umidade absoluta de 100%.

TABELA 4 – Composição da saliva artificial.

SUBSTÂNCIAS	FÓRMULA MOLECULAR	CONCENTRAÇÃO (g)
Nitrato de cálcio	$\text{Ca}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$	1,5 mM (0,3542g)
Fosfato de sódio dibásico dihidratado	$\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$	0,9 mM (0,1601g)
Cloreto de potássio	KCl	0,15M (11,1825g)
Tris (hidroximetil) aminometano	$(\text{HOCH}_2)_3\text{CNH}_2$	0,02M (2,4228g)
Fluoreto de sódio	NaF	0,05 ppm (500µl)
Água destilada		Q.S.P
pH		7,0

(Laboratório de Bioquímica, FOB-USP, Bauru, SP, Brasil)

4.2.5 Teste de resistência ao cisalhamento

Os testes de resistência de união ao cisalhamento foram realizados de forma padronizada em uma máquina de ensaio universal Emic DL 500 DF (Equipamentos e Sistemas de Ensaio LTDA, São José dos Pinhais, PR, Brasil) à velocidade constante de 0,5 mm/min empregando uma célula de carga de 50 kg.

Para a realização do teste de resistência de união ao cisalhamento, cada espécime foi adaptado, individualmente, em um dispositivo metálico de cisalhamento (Dinamarca) (Figura 10), contendo um orifício com 25 mm de diâmetro, previamente instalado na máquina de ensaio. Esse dispositivo possui dois parafusos, os quais foram utilizados para ajustar o espécime de maneira que ele ficasse imobilizado. Em seguida, iniciou-se o teste no qual a carga foi aplicada por intermédio de um fio de aço, com 0,7 mm de espessura e 12 cm de comprimento, contornado o cilindro de cimento aderido à superfície dentária devendo estar justaposto à interface adesiva (Figura 11) e paralelo à superfície dental até o rompimento da união. A carga necessária para provocar a fratura foi registrada em Newtons (N), os valores da carga foram automaticamente relacionados à área e convertidos pelo software da máquina em MegaPascal (MPa) para se obter a resistência de união ao cisalhamento, a qual corresponde a divisão da força pela área.

Figura 10 – Dispositivo para cisalhamento com espécime adaptado acoplado à máquina de ensaio EMIC

Figura 11 – Fio ortodôntico justaposto à interface adesiva

4.2.6 Análise da fratura

A análise da fratura foi realizada, em todos os espécimes, por meio de um microscópio digital portátil Dino-Lite Plus AM-313T (ANMO, Taiwan) em conjunto com o software correspondente (DinoCapture 2.0 versão 1.3.9), após o ensaio mecânico de cisalhamento.

As fraturas foram classificadas em: adesiva, coesiva em esmalte, coesiva em dentina, coesiva em cimento ou mista. Para análise das mesmas foi necessário posicionar os espécimes, individualmente, sobre um contraste de cor preta e ajustar as configurações selecionando a opção pouca luz, diminuindo o brilho (45) e a exposição (11) para garantir uma boa visualização.

4.2.7 Microscopia Eletrônica de Varredura

Após a fratura, foram selecionados dois espécimes de cada grupo para observações, com caráter ilustrativo, em microscopia eletrônica de varredura – MEV (Jeol JSM-T220A, Tóquio, Japão).

Para a observação em MEV os espécimes foram fixados a estruturas metálicas (9,5 mm de diâmetro e 10,0 mm de altura), denominadas stubs, com esmalte incolor, dessecados a vácuo e cobertos com ouro em uma máquina metalizadora (Denton Vacuum Desk IY, Moorestown, NJ, EUA). No entanto, devido ao grande tamanho dos mesmos houve a necessidade de cortá-los. Os cortes foram realizados cuidadosamente a fim de preservar as regiões de união, as quais eram as áreas de interesse. As observações foram realizadas com aumento de 35 e 1000 vezes.

4.3 ANÁLISE ESTATÍSTICA

Os resultados foram submetidos à análise estatística para a verificação de diferenças ou não entre os grupos experimentais levando-se em consideração os valores de resistência de união.

Foi aplicada a Análise de Variância a três critérios (ANOVA-3) e após esta avaliação, os dados foram submetidos ao teste de Tukey para comparações individuais entre os diferentes grupos, com nível de significância de 5%.

Resultados

5 RESULTADOS

Os dados obtidos no ensaio de resistência de união ao cisalhamento foram submetidos à Análise de Variância a três critérios e posteriormente ao teste de Tukey, em nível de significância de 5%.

Foi verificada que houve diferença entre os três fatores (substrato, cimento e tratamento) envolvidos neste estudo, observando-se interações entre os fatores substrato e cimento, substrato e tratamento, e substrato com cimento e tratamento, simultaneamente.

Na Tabela 5, que segue abaixo, podem ser observados os dados referentes a cada grupo experimental.

TABELA 5 – Valores médios e desvio padrão da resistência de união (MPa) sob cisalhamento dos grupos testados.

Grupos	Resistência de união
E-U100	5,14 (1,15) ^{a,b}
E-U100-C	17,81 (4,08) ^e
E-U200	5,29 (1,20) ^{a,b,c}
E-U200-C	17,52 (7,37) ^e
E-ARC	1,64 (1,05) ^{b,d}
E-ARC-C	9,96 (3,79) ^c
D-U100	5,47 (2,24) ^{a,b,c}
D-U100-C	6,74 (2,15) ^{a,c}
D-U200	4,62 (2,41) ^{a,b,d}
D-U200-C	4,85 (1,41) ^{a,b,d}
D-ARC	0,34 (0,48) ^d
D-ARC-C	7,34 (3,40) ^{a,c}

Letras diferentes indicam diferença estatística significativa ($p < 0,05$)

Letras iguais indicam semelhança estatística

De acordo com os dados expostos verifica-se que em esmalte os cimentos autoadesivos RelyX U100 e RelyX U200 não mostraram diferença estatística significativa ($p > 0,05$) entre eles, porém ambos apresentaram uma menor

resistência de união em relação ao cimento RelyX ARC ($p < 0,05$), todos empregados como recomenda o fabricante.

Quando foi realizado o condicionamento com ácido fosfórico 37% da superfície previamente à aplicação dos cimentos RelyX U100 e RelyX U200, ambos continuaram mostrando semelhança entre si ($p > 0,05$), no entanto, apresentaram superioridade ($p < 0,05$) em relação ao cimento resinoso convencional RelyX ARC utilizado como recomenda o fabricante com realização do condicionamento com ácido fosfórico 37% e aplicação do primer e adesivo.

Avaliando-se o substrato dentinário não foi verificada nenhuma diferença ($p > 0,05$) entre os cimentos RelyX U100, RelyX U200 e RelyX ARC mesmo quando foi proposto o condicionamento ácido previamente a aplicação dos cimentos RelyX U100 e RelyX U200.

Com relação ao tipo de fratura (Figuras 12-18) que foi realizada por meio de um microscópio digital portátil Dino-Lite Plus AM-313T (ANMO, Taiwan), observou-se que a maioria (68,3%) foi do tipo adesiva (Tabela 6), podendo-se assim considerar válidos os valores correspondentes às resistências de união obtidos.

TABELA 6 – Porcentagem geral dos tipos de fratura.

Tipo de fratura	%	n
Adesiva	68,3%	82
Coesiva em esmalte	0,8%	1
Coesiva em dentina	3,4%	4
Coesiva em cimento	2,5%	3
Mista	25,0%	30

Figura 12 – Fratura adesiva em esmalte (E-ARC-C)

Figura 13 – Fratura adesiva em dentina (D-U100-C)

Figura 14 – Fratura coesiva em esmalte (E-U100-C)

Figura 15 – Fratura coesiva em dentina (D-ARC-C)

Figura 16 – Fratura coesiva em cimento (E-U100-C)

Figura 17 – Fratura mista em esmalte (E-U100)

Figura 18 – Fratura mista em dentina (D-U100)

Com relação à observação em MEV, nas figuras 19–23 são apresentadas fotomicrografias das superfícies de esmalte, respectivamente, de espécimes dos grupos E-U100, E-U100-C, E-U200, E-U200-C e E-ARC-C, após o ensaio de cisalhamento. Podem ser observadas estruturas sugestivas de leve interação entre os cimentos e o substrato nas figuras 19 e 21. Por outro lado, nas figuras 20, 22 e 23 observou-se uma maior interação entre os cimentos e o esmalte.

Da mesma forma, nas figuras 24–28 são apresentadas fotomicrografias das superfícies dentinárias de espécimes dos grupos D-U100, D-U100-C, D-U200, D-U200-C e D-ARC-C, respectivamente. Nas figuras 24 e 26 podem ser observadas estruturas sugestivas de lama dentinária combinada com material cimentante, cobrindo parcialmente a superfície de dentina indicando uma interação superficial

entre os cimentos e a dentina. Já nas figuras 25, 27 e 28, observam-se estruturas sugestivas de maior interação entre o cimento e o substrato dentinário de forma que o cimento autoadesivo desmineralizou e penetrou nos túbulos dentinários de maneira semelhante ao cimento resinoso convencional podendo ter sido formada uma verdadeira camada híbrida.

Figura 19 – Fotomicrografia (MEV) de um espécime do grupo E-U100

Figura 20 – Fotomicrografia (MEV) de um espécime do grupo E-U100-C

Figura 21 – Fotomicrografia (MEV) de um espécime do grupo E-U200

Figura 22 – Fotomicrografia (MEV) de um espécime do grupo E-U200-C

Figura 23 – Fotomicrografia (MEV) de um espécime do grupo E-ARC-C

Figura 24 – Fotomicrografia (MEV) de um espécime do grupo D-U100

Figura 25 – Fotomicrografia (MEV) de um espécime do grupo D-U100-C

Figura 26 – Fotomicrografia (MEV) de um espécime do grupo D-U200

Figura 27 – Fotomicrografia (MEV) de um espécime do grupo D-U200-C

Figura 28 – Fotomicrografia (MEV) de um espécime do grupo D-ARC-C

Discussão

6 DISCUSSÃO

Sabendo-se que o sucesso clínico dos procedimentos restauradores indiretos depende em parte da técnica de cimentação utilizada para estabelecer uma união entre a restauração e o dente (RADOVIC et al., 2008), uma vez que os cimentos odontológicos promovem retenção da superfície interna das restaurações indiretas às irregularidades do remanescente dental (BURKE, 2005), os cimentos autoadesivos surgiram com a intenção de eliminar deficiências dos cimentos convencionais e dos cimentos resinosos apresentando características favoráveis de diferentes tipos de cimentos em um único produto como a resistência dos cimentos resinosos, a praticidade de cimentos como o fosfato de zinco (DUKE, 2003) e a liberação de flúor como os cimentos de ionômero de vidro (RADOVIC et al., 2008; BURGESS; GHUMAN; CAKIR, 2010).

Esta nova classe de cimento não requer nenhum pré-tratamento da superfície dentária (DUKE, 2003; RADOVIC et al., 2008; BURGESS GHUMAN; CAKIR, 2010; ANGELIS et al., 2011). O cimento é misturado e aplicado ao substrato e à peça protética em uma única etapa (RADOVIC et al., 2008). Dessa forma, simplifica os procedimentos da cimentação adesiva, minimiza o tempo clínico e encurta a “janela de contaminação” devido à redução do número de etapas (BURGESS; GHUMAN; CAKIR, 2010).

Os ensaios clínicos controlados são ideais para testar modalidades de tratamento e sua durabilidade em longo prazo. Entretanto, as investigações in vitro são indispensáveis para identificar a qualidade dos materiais antes de sua avaliação clínica (BLATZ; SADAN; KERN, 2003), bem como, permitir a realização de estudos impossíveis de serem realizados diretamente in vivo, como por exemplo, aqueles que versam sobre a resistência de união aos tecidos dentais (RETIEF, 1991). Vale ressaltar que os resultados apresentados em estudos laboratoriais, não implicam, necessariamente, num comportamento clínico similar ao material avaliado, uma vez que os estudos in vitro são limitados na reprodução dos fatores que agem in vivo.

Este estudo avaliou a resistência de união, por meio do ensaio mecânico de cisalhamento, entre os substratos dentários bovinos, esmalte e dentina, e

cimentos resinosos autoadesivos e convencional em função do tratamento na superfície dentária com ou sem ácido fosfórico 37%.

Como o principal objetivo deste foi avaliar a resistência de união apenas entre os cimentos e os substratos dentários, optou-se pela utilização do método similar ao utilizado por Galun, Saleh e Lewinstein (1994), Abo-Hamar et al. (2005) e Sander et al. (2009) avaliando somente a interface adesiva dente/cimento desconsiderando o substrato da peça protética e a espessura do material cimentante, dessa forma, o cimento com formato de cilindro foi aplicado diretamente sobre a estrutura dentária a fim de se obter dados de resistência de união do material cimentante apenas com a estrutura dentária, sem quaisquer interferências dos materiais restauradores. Portanto, deve-se considerar a crítica condição a qual os cimentos foram submetidos, o que justifica a obtenção de valores de resistência de união relativamente baixos, tanto para o esmalte quanto para a dentina, uma vez que, em relação aos estudos com metodologia similar (ABO-HAMAR et al., 2005; SANDER et al., 2009) os valores são comparáveis.

De acordo com os resultados obtidos verificou-se que houve diferença entre os três fatores (substrato, cimento e tratamento) envolvidos neste estudo, observando-se interações entre os fatores substrato e cimento, substrato e tratamento, e substrato com cimento e tratamento, simultaneamente. Dessa forma, as hipóteses nulas testadas foram rejeitadas, ou seja, os diferentes cimentos, diferentes substratos e diferentes tratamentos das superfícies influenciam nos valores de resistência de união.

Para todos os grupos, preconizou-se a polimerização de forma dual, pois de acordo com alguns trabalhos (KUMBULOGLU et al., 2004; VROCHARI et al., 2009) tem-se verificado um aumento substancial nos níveis de conversão do metacrilato quando a presa dual, química e física, é comparada com a auto presa ou presa química, apenas. Uma maior resistência de união para a maioria dos cimentos foi observada quando foi realizada a polimerização dual, porém para o cimento RelyX Unicem não se observou variação (PIWOWARCZYK et al., 2007; AGUIAR et al., 2010).

A opção pelo ensaio mecânico de cisalhamento para verificar a capacidade adesiva de materiais para cimentação foi utilizada em diversos estudos anteriores (GALUN; SALEH; LEWINSTEIN, 1994; ABO-HAMAR et al., 2005; PIWOWARCZYK et al., 2007; TOMAN; TOKSAVUL; AKIN, 2008; HOLDEREGGER

et al., 2008; SANDER et al., 2009; LÜHRS et al., 2010; PEUTZFELDT; SAHAFI; FLURY, 2011; FARROKH et al., 2012; HITZ et al., 2012; SANTOS et al., 2012). Além disso, os testes de cisalhamento são os mais comumente empregados para avaliação da resistência adesiva de materiais à estrutura dentária (AL-SALEHI; BURKE, 1997; BURKE et al., 2008) provavelmente pela simplicidade do método e facilidade de realização (BRAGA et al., 2010).

Porém, é importante salientar que o método de cisalhamento tem como característica uma distribuição não uniforme de tensões na região de união o que aumenta a chance de fraturas coesivas em dentina (DeHOFF; ANUSAVICE; WAND, 1995; DELLA BONA; VAN NOORT, 1995; PASHLEY et al., 1995). Neste teste, quanto mais distante o ponto de aplicação da tensão em relação à região de união, maior o momento de flexão, resultando não somente em tensões de cisalhamento, mas sim de tração e compressão.

As tensões são sensíveis à geometria do carregamento, forma e tamanho do aderente e seu módulo de elasticidade relativo (VAN NOORT et al., 1989). De acordo com DeHoff, Anusavice e Wang (1995), o uso de fio ortodôntico ao invés de cinzel é preferível, visto que reduz a concentração de tensões próxima à interface, sendo assim, optou-se pelo teste de cisalhamento com auxílio de uma alça de fio ortodôntico para este trabalho.

Os testes de resistência de união auxiliam no desenvolvimento dos sistemas adesivos, técnicas restauradoras e de cimentação. Entretanto, é importante saber o que se pode determinar com a utilização de cada um desses testes laboratoriais (SUDSANGIAM; VAN NOORT, 1999).

É difícil comparar resultados de estudos de microtração e cisalhamento, visto que sistemas adesivos idênticos podem produzir maiores valores de resistência de união quando o teste de microtração é empregado (ABDALLA, 2004). Portanto, os valores absolutos determinados por ambos os métodos não podem ser comparados, mas conclusões com relação à classificação dos materiais podem ser correlacionadas (VAN MEERBEEK et al., 2003).

A utilização de dentes bovinos em estudos in vitro e in situ vem sendo considerada em substituição aos dentes humanos. No entanto, o emprego de dentes humanos é preferível, pois permite testar a hipótese do estudo laboratorial em um substrato mais relevante clinicamente (YASSEN; PLATT; HARA, 2011). Por outro lado, estes últimos são difíceis de serem encontrados em quantidade suficiente e

qualidade adequada, visto que, na maioria das vezes, são extraídos devido a lesões cariosas e outros defeitos (MELLBERG, 1992). Nas diversas situações, é um desafio controlar a fonte e a idade dos dentes coletados (ZERO, 1995). Além disso, a área de superfície relativamente pequena e curva dos dentes humanos pode ser uma limitação para testes específicos que requerem superfícies planas com espessuras uniformes (ZERO, 1995). Por último, a consciência com relação ao risco de infecção (RUEGGEBERG, 1991; KOHN et al., 2003) e as questões éticas (SKENE, 2002) têm aumentado.

Dessa forma, nos últimos 30 anos, o uso de dentes bovinos aumentou bastante em virtude da maior facilidade de obtenção em grande quantidade e em boa condição, livres de lesões cariosas e outros defeitos, com composição mais uniforme em relação aos dentes humanos (YASSEN; PLATT; HARA, 2011) e com uma maior área de superfície plana (MELLBERG, 1992).

Assim como em outros trabalhos (WALTER; MIGUEZ; PEREIRA, 2005; BARCELLOS et al., 2011; BENETTI et al., 2011) foram utilizados dentes bovinos neste estudo, pois, de acordo com diversos estudos que avaliaram a resistência de união, tanto em esmalte (NAKAMICHI; IWAKU; FUSAYAMA, 1983; FOWLER et al., 1992; SHAHABI; BROCKHURST; WALSH, 1997; LOPES et al., 2003; REIS et al., 2004; TITLEY; CHILDERS; KULKARNI, 2006; KRIFKA et al., 2008) como em dentina (NAKAMICHI; IWAKU; FUSAYAMA, 1983; SAUNDERS, 1988; FOWLER et al., 1992; BARKMEIER; ERICKSON, 1994; SCHILKE et al., 1999; MUENCH; SILVA; BALLESTER., 2000; REIS et al., 2004; KRIFKA et al., 2008), comparando dentes humanos e dentes bovinos observou-se que não houve diferença significativa entre ambos e concluiu-se que os dentes bovinos podem ser considerados uma alternativa adequada aos dentes humanos em testes de resistência de união.

Por outro lado, alguns estudos encontraram diferenças significantes entre os resultados, observando valores de resistência de união maiores e menores dos dentes bovinos em relação aos dentes humanos, tanto em esmalte (CADWELL; JOHANNESSEN, 1971; BARKMEIER; ERICKSON, 1994; OESTERLE; SHELLHART; BELANGER, 1998; SALEH; TAYMOUR, 2003) quanto em dentina (CADWELL; JOHANNESSEN, 1971; RETIEF et al., 1990; KAPLAN; UBIOS; BEIGELIS et al., 1996; LOPES et al., 2003; TITLEY; CHILDERS; KULKARNI, 2006; GALHANO et al., 2009).

Comparando-se o presente estudo com a literatura disponível, verificou-se uma mesma tendência com relação aos cimentos resinosos convencionais (RelyX ARC) de apresentarem maior resistência de união (9,96 MPa) em esmalte comparando-os com os cimentos resinosos autoadesivos independente do ensaio mecânico empregado (DE MUNCK et al., 2004; ABO-HAMAR et al., 2005; HIKITA et al., 2007; PIWOWARCZYK et al., 2007; DUARTE JÚNIOR et al., 2008; SANDER et al., 2009).

Observando os cimentos resinosos autoadesivos, RelyX U100 e RelyX U200, não se confirmou diferença ($p>0,05$) entre os mesmos com relação à resistência de união tanto nos grupos sem nenhum pré-tratamento da superfície (E-U100 e E-U200) como naqueles nos quais foi feito o prévio condicionamento com ácido fosfórico 37% (E-U100-C e E-U200-C), porém a maior facilidade de manipulação do cimento RelyX U200 em relação ao RelyX U100 é perceptível.

Quando foi realizado o condicionamento com ácido fosfórico 37% da superfície, previamente à aplicação dos cimentos RelyX U100 e RelyX U200, ambos apresentaram superioridade ($p<0,05$) em relação ao cimento resinoso convencional RelyX ARC utilizado como recomenda o fabricante. Este achado também foi encontrado por Duarte Júnior et al, (2008). Outros autores observaram uma resistência de união comparável aos cimentos resinosos convencionais (DE MUNCK et al., 2004; GORACCI et al., 2006; HIKITA et al., 2007). Tais achados podem ser explicados pelas irregularidades microscópicas melhoradas produzidas pelo ácido mais forte (ácido fosfórico 37%) em comparação com as produzidas pelo próprio cimento (DE MUNCK et al., 2004).

Além disso, a aplicação de pressão, realizada neste estudo, durante o assentamento do cimento no substrato pode ter contribuído para este resultado, visto que em virtude da alta viscosidade dos cimentos autoadesivos, eles devem ser aplicados usando alguma pressão para melhorar a adaptação às paredes da cavidade (DE MUNCK et al., 2004). No entanto, Goracci et al. (2006) não constataram que esse fator influenciou na resistência de união ao esmalte, porém afirmaram que a aplicação de pressão durante o assentamento contribui para a redução de porosidades e da espessura do cimento.

Em contraste ao esmalte, não se observou diferença significativa ($p>0,05$) entre os diferentes cimentos na dentina, ou seja, os cimentos autoadesivos apresentaram eficácia similar ao resinoso convencional, o que também foi

confirmado por diversos trabalhos (DE MUNCK et al., 2004; ABO-HAMAR et al., 2005; WALTER; MIGUEZ; PEREIRA, 2005; GORACCI et al., 2006; AL-ASSAF et al., 2007; HIKITA et al., 2007; PIWOWARCZYK et al., 2007; HITZ et al., 2012). Porém, os resultados são muito variáveis mostrando-se, em alguns estudos, superiores (PEUTZFELDT; SAHAFI; FLURY, 2011; TURKMEN et al., 2011) e em outros inferiores em relação aos cimentos resinosos convencionais (YANG et al., 2006; VIOTTI et al., 2009; SANDER et al., 2009; FARROKH et al., 2012; HITZ et al., 2012; SANTOS et al., 2012; VAZ et al., 2012).

Distintamente da maioria dos estudos os quais afirmam que o prévio condicionamento com ácido fosfórico 37% interferem negativamente na resistência de união (DE MUNCK et al., 2004; HIKITA et al., 2007), em virtude da alta viscosidade desses cimentos que impede a sua penetração entre a matriz de colágeno levando a formação de uma fraca união (DE MUNCK et al., 2004), neste estudo não foi verificada nenhuma interferência ($p>0,05$).

Tal fato pode ser justificado pela aplicação de pressão durante a cimentação, como recomenda De Munck et al. (2004). Pois, segundo Goracci et al. (2006), a pressão de assentamento durante a cimentação influencia de maneira positiva à dentina. No entanto, por meio da microscopia eletrônica de varredura, não foi verificado aumento da penetração do cimento nos substratos dentários e não foi detectada formação de camada híbrida, mas smear plugs foram encontradas.

Embora neste estudo a leitura em MEV tenha caráter ilustrativo, pode-se observar que na superfície de esmalte que recebeu condicionamento com ácido fosfórico previamente à cimentação, grupos E-U100-C e E-U200-C (Figuras 20 e 22) é nítida a maior interação entre o esmalte e o cimento, justificando os maiores valores de resistência de união desses grupos em relação aos grupos E-U100 e E-U200 (Figuras 19 e 21) que não receberam nenhum tratamento. No entanto, não se justifica para o grupo E-ARC-C (Figura 23) que recebeu condicionamento ácido e aplicação de adesivo, o qual mostra maior interação entre esmalte e cimento, porém valores de resistência de união inferiores aos dos grupos E-U100-C e E-U200-C.

Para os substratos dentinários, as leituras em MEV (Figuras 24-28) sugerem uma melhor interação para os grupos que receberam tratamento da superfície (D-U-100-C, D-U200-C e D-ARC-C) em relação aos que não receberam (D-U100, D-U200), no entanto, não justifica a similaridade encontrada entre as resistências de união de todos os grupos envolvendo a dentina.

De acordo com diversos trabalhos, a propriedade autoadesiva do cimento RelyX Unicem é proporcionada por um dos seus componentes, o ácido fosfórico metacrilato, que desmineraliza e infiltra-se na superfície dental, proporcionando retenção micromecânica (ABO-HAMAR et al., 2005; GERTH et al., 2006). A adesão obtida é dependente da retenção micromecânica e interação química entre os grupamentos de monômeros ácidos e a hidroxiapatita (GERTH et al., 2006; RADOVIC et al., 2008). Sabe-se que alguns cimentos formam uma fraca interação micromecânica e uma fraca união química com o cálcio do dente a depender do monômero ácido e do mecanismo de neutralização (BURGESS; GHUMAN; CAKIR, 2010).

Alguns estudos (DE MUNCK et al., 2004; AL-ASSAF et al., 2007) afirmam que a interação entre a superfície dentária e os materiais cimentantes autoadesivos é superficial e muito irregular, sem desmineralização da smear layer, não havendo formação de uma camada híbrida real, possivelmente sem a formação de tags de resina. Portanto, é provável a formação de uma camada irregular de interação entre o cimento e o substrato. Entretanto, há indicações através da espectroscopia de fotoelétrons de raios-x de uma boa interação química com o cálcio da hidroxiapatita, o que sugere que esta via proporciona um meio de retenção micromecânica, mesmo não havendo infiltração significativa de mais de um micrômetro na superfície da dentina (MONTICELLI et al., 2008).

Com relação ao tipo de fratura, neste trabalho a análise da fratura foi realizada por meio de um microscópio digital portátil e observou-se que, de forma geral, a maioria das falhas foi do tipo adesiva o que também foi constatado por outros estudos (HIKITA et al., 2007; LÜHRS et al., 2010).

Os cimentos autoadesivos parecem ser materiais promissores para a odontologia em virtude de sua grande praticidade e aceitação clínica, no entanto, ressalta-se a necessidade de mais estudos com esses materiais, inclusive em relação ao desempenho clínico em longo prazo.

Conclusões

7 CONCLUSÕES

Considerando as limitações deste estudo e os resultados obtidos conclui-se que os cimentos resinosos autoadesivos podem ser utilizados em alternativa aos cimentos resinosos convencionais nas situações com pouca ou nenhuma estrutura em esmalte. Quando houver a presença considerável de esmalte deve-se priorizar o emprego dos cimentos resinosos convencionais ou os autoadesivos associados ao condicionamento com ácido fosfórico previamente à cimentação.

Referências

REFERÊNCIAS

Abdalla AI. Microtensile and tensile bond strength of single-bottle adhesives: a new test method. *J Oral Rehabil.* 2004 Apr;31(4):379-84.

Abo-Hamar SE, Hiller KA, Jung H, Federlin M, Friedl KH, Schmalz G. Bond strength of a new universal self-adhesive resin luting cement to dentin and enamel. *Clin Oral Investig.* 2005 Sep;9(3):161-7.

Aguiar TR, Di Francescantonio M, Ambrosano GM, Giannini M. Effect of curing mode on bond strength of self-adhesive resin luting cements to dentin. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater.* 2010 Apr;93(1):122-7.

Anusavice KJ. Cerâmicas odontológicas. In: Anusavice, KJ. *Philip's: materiais dentários*. Elsevier, Rio de Janeiro, 11ª Edição; 2005.p.619-672

Al-Assaf K, Chakmakchi M, Palaghias G, Karanika-Kouma A, Eliades G. Interfacial characteristics of adhesive luting resins and composites with dentine. *Dent Mater.* 2007 Jul;23(7):829-39.

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

Attar N, Tam LE, McComb D. Mechanical and physical properties of contemporary dental luting agents. *J Prosthet Dent.* 2003 Feb;89(2):127-34.

Barcellos DC, Batista GR, Silva MA, Rangel PM, Torres CR, Fava M. Evaluation of bond strength of self-adhesive cements to dentin with or without application of adhesive systems. *J Adhes Dent.* 2011 Jun;13(3):261-5.

Barkmeier WW, Erickson RL. Shear bond strength of composite to enamel and dentin using Scotchbond Multi-Purpose. *Am J Dent.* 1994 Jun;7(3):175-9.

- Belli R, Pelka M, Petschelt A, Lohbauer U. In vitro wear gap formation of self-adhesive resin cements: a CLSM evaluation. *J Dent*. 2009 Dec;37(12):984-93.
- Benetti P, Fernandes VV, Torres CR, Pagani C. Bonding efficacy of new self-etching, self-adhesive dual-curing resin cements to dental enamel. *J Adhes Dent*. 2011 Jun;13(3):231-4.
- Bitter K, Paris S, Pfuertner C, Neumann K, Kielbassa AM. Morphological and bond strength evaluation of different resin cements to root dentin. *Eur J Oral Sci*. 2009 Jun;117(3):326-33.
- Blatz MB, Mante FK, Saleh N, Atlas AM, Mannan S, Ozer F. Postoperative tooth sensitivity with a new self-adhesive resin cement-a randomized clinical trial. *Clin Oral Investig*. 2012 Jul 11.
- Blatz MB, Sadan A, Kern M. Resin-ceramic bonding: a review of the literature. *J Prosthet Dent*. 2003 Mar;89(3):268-74.
- Burgess JO, Ghuman T, Cakir D. Self-adhesive resin cements. *J Esthet Restor Dent*. 2010 Dec;22(6):412-9.
- Burke FJ. Trends in indirect dentistry: 3. Luting materials. *Dent Update*. 2005 Jun;32(5):251-4, 7-8, 60.
- Burke FJ, Crisp RJ, Richter B. A practice-based evaluation of the handling of a new self-adhesive universal resin luting material. *Int Dent J*. 2006 Jun;56(3):142-6.
- Burke FJ, Hussain A, Nolan L, Fleming GJ. Methods used in dentine bonding tests: an analysis of 102 investigations on bond strength. *Eur J Prosthodont Restor Dent*. 2008 Dec;16(4):158-65.
- Cadwell DE, Johannessen B. Adhesion of restorative materials to teeth. *J Dent Res*. 1971 Nov-Dec;50(6):1517-25.
- Christensen GJ. Resin cements and postoperative sensitivity. *J Am Dent Assoc*. 2000 Aug;131(8):1197-9.

De Angelis F, Minnoni A, Vitalone LM, Carluccio F, Vadini M, Paolantonio M, et al. Bond strength evaluation of three self-adhesive luting systems used for cementing composite and porcelain. *Oper Dent*. 2011 Nov-Dec;36(6):626-34.

de Mendonca AA, Souza PP, Hebling J, Costa CA. Cytotoxic effects of hard-setting cements applied on the odontoblast cell line MDPC-23. *Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod*. 2007 Oct;104(4):e102-8.

De Munck J, Vargas M, Van Landuyt K, Hikita K, Lambrechts P, Van Meerbeek B. Bonding of an auto-adhesive luting material to enamel and dentin. *Dent Mater*. 2004 Dec;20(10):963-71.

de Souza Costa CA, Hebling J, Randall RC. Human pulp response to resin cements used to bond inlay restorations. *Dent Mater*. 2006 Oct;22(10):954-62.

DeHoff PH, Anusavice KJ, Wang Z. Three-dimensional finite element analysis of the shear bond test. *Dent Mater*. 1995 Mar;11(2):126-31.

Della Bona A, van Noort R. Shear vs. tensile bond strength of resin composite bonded to ceramic. *J Dent Res*. 1995 Sep;74(9):1591-6.

Dickens SH, Milos MF. Relationship of dentin shear bond strengths to different laboratory test designs. *Am J Dent*. 2002 Jun;15(3):185-92.

Duarte S, Jr., Botta AC, Meire M, Sadan A. Microtensile bond strengths and scanning electron microscopic evaluation of self-adhesive and self-etch resin cements to intact and etched enamel. *J Prosthet Dent*. 2008 Sep;100(3):203-10.

Duke ES. New technology directions in resin cements. *Compend Contin Educ Dent*. 2003 Aug;24(8):606-8, 10.

Farrokh A, Mohsen M, Soheil S, Nazanin B. Shear bond strength of three self-adhesive resin cements to dentin. *Indian J Dent Res*. 2012 Mar-Apr;23(2):221-5.

Ferracane JL, Stansbury JW, Burke FJ. Self-adhesive resin cements - chemistry, properties and clinical considerations. J Oral Rehabil. 2011 Apr;38(4):295-314.

Fowler CS, Swartz ML, Moore BK, Rhodes BF. Influence of selected variables on adhesion testing. Dent Mater. 1992 Jul;8(4):265-9.

Galhano G, de Melo RM, Valandro LF, Bottino MA. Comparison of resin push-out strength to root dentin of bovine- and human-teeth. Indian J Dent Res. 2009 Jul-Sep;20(3):332-6.

Galun EA, Saleh N, Lewinstein I. Diametral tensile strength and bonding to dentin of type I glass ionomer cements. J Prosthet Dent. 1994 Oct;72(4):424-9.

Garcia FCP, D'Alpino PHP, Terada RSS, Carvalho RM. Testes mecânicos para avaliação laboratorial da união resina/dentina. Rev Fac Odontol Bauru. 2002;10(3):118-27.

Gerth HU, Dammaschke T, Zuchner H, Schafer E. Chemical analysis and bonding reaction of RelyX Unicem and Bifix composites--a comparative study. Dent Mater. 2006 Oct;22(10):934-41.

Goracci C, Cury AH, Cantoro A, Papacchini F, Tay FR, Ferrari M. Microtensile bond strength and interfacial properties of self-etching and self-adhesive resin cements used to lute composite onlays under different seating forces. J Adhes Dent. 2006 Oct;8(5):327-35.

Hikita K, Van Meerbeek B, De Munck J, Ikeda T, Van Landuyt K, Maida T, et al. Bonding effectiveness of adhesive luting agents to enamel and dentin. Dent Mater. 2007 Jan;23(1):71-80.

Hitz T, Stawarczyk B, Fischer J, Hammerle CH, Sailer I. Are self-adhesive resin cements a valid alternative to conventional resin cements? A laboratory study of the long-term bond strength. Dent Mater. 2012 Nov;28(11):1183-90.

Holderegger C, Sailer I, Schuhmacher C, Schlapfer R, Hammerle C, Fischer J. Shear bond strength of resin cements to human dentin. Dent Mater. 2008 Jul;24(7):944-50.

- 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 Dec;84(12):1160-4.
- Kaplan AE, Ubios AM, Beigelis AA. Suitability of different substrates for reliable bond strength tests. *Acta Odontol Latinoam*. 1996;9(1):3-12.
- Kohn W, Collins A, Cleveland J, Harte J, Eklund K, Malvitz D. Centers for Disease Control and Prevention. Guidelines for infection control in dental-care settings. *MMWR Recomm Rep*. 2003 Dec;52(RR-17):1-61.
- Krifka S, Borzsonyi A, Koch A, Hiller KA, Schmalz G, Friedl KH. Bond strength of adhesive systems to dentin and enamel--human vs. bovine primary teeth in vitro. *Dent Mater*. 2008 Jul;24(7):888-94.
- Kumbuloglu O, Lassila LV, User A, Vallittu PK. A study of the physical and chemical properties of four resin composite luting cements. *Int J Prosthodont*. 2004 May-Jun;17(3):357-63.
- Lopes MB, Sinhoreti MA, Correr Sobrinho L, Consani S. Comparative study of the dental substrate used in shear bond strength tests. *Pesqui Odontol Bras*. 2003 Apr-Jun;17(2):171-5.
- Luhrs AK, Guhr S, Gunay H, Geurtsen W. Shear bond strength of self-adhesive resins compared to resin cements with etch and rinse adhesives to enamel and dentin in vitro. *Clin Oral Investig*. 2010 Apr;14(2):193-9.
- Luthy H, Loeffel O, Hammerle CH. Effect of thermocycling on bond strength of luting cements to zirconia ceramic. *Dent Mater*. 2006 Feb;22(2):195-200.
- Mak YF, Lai SC, Cheung GS, Chan AW, Tay FR, Pashley DH. Micro-tensile bond testing of resin cements to dentin and an indirect resin composite. *Dent Mater*. 2002 Dec;18(8):609-21.

- Makishi P, Shimada Y, Sadr A, Wei S, Ichinose S, Tagami J. Nanoleakage expression and microshear bond strength in the resin cement/dentin interface. *J Adhes Dent*. 2010 Oct;12(5):393-401.
- Manso AP, Silva NR, Bonfante EA, Pegoraro TA, Dias RA, Carvalho RM. Cements and adhesives for all-ceramic restorations. *Dent Clin North Am*. 2011 Apr;55(2):311-32, ix.
- Mason PN, Ferrari M, Cagidiaco MC, Davidson CL. Shear bond strength of four dentinal adhesives applied in vivo and in vitro. *J Dent*. 1996 May;24(3):217-22.
- Mellberg JR. Hard-tissue substrates for evaluation of cariogenic and anti-cariogenic activity in situ. *J Dent Res*. 1992 Apr;71 Spec No:913-9.
- Meyer JM, Cattani-Lorente MA, Dupuis V. Compomers: between glass-ionomer cements and composites. *Biomaterials*. 1998 Mar;19(6):529-39.
- Monticelli F, Osorio R, Mazzitelli C, Ferrari M, Toledano M. Limited decalcification/diffusion of self-adhesive cements into dentin. *J Dent Res*. 2008 Oct;87(10):974-9.
- Muench A, da Silva EM, Ballester RY. Influence of different dentinal substrates on the tensile bond strength of three adhesive systems. *J Adhes Dent*. 2000 Autumn;2(3):209-12.
- Myers ML, Caughman WF, Rueggeberg FA. Effect of restoration composition, shade, and thickness on the cure of a photoactivated resin cement. *J Prosthodont*. 1994 Sep;3(3):149-57.
- Nakamichi I, Iwaku M, Fusayama T. Bovine teeth as possible substitutes in the adhesion test. *J Dent Res*. 1983 Oct;62(10):1076-81.
- Oesterle LJ, Shellhart WC, Belanger GK. The use of bovine enamel in bonding studies. *Am J Orthod Dentofacial Orthop*. 1998 Nov;114(5):514-9.

Oilo G. Bond strength testing--what does it mean? *Int Dent J*. 1993 Oct;43(5):492-8.

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

Pashley DH. The effects of acid etching on the pulpodentin complex. *Oper Dent*. 1992 Nov-Dec;17(6):229-42.

Pashley DH, Sano H, Ciucchi B, Yoshiyama M, Carvalho RM. Adhesion testing of dentin bonding agents: a review. *Dent Mater*. 1995 Mar;11(2):117-25.

Pecora N, Yaman P, Dennison J, Herrero A. Comparison of shear bond strength relative to two testing devices. *J Prosthet Dent*. 2002 Nov;88(5):511-5.

Peutzfeldt A, Sahafi A, Flury S. Bonding of restorative materials to dentin with various luting agents. *Oper Dent*. 2011 May-Jun;36(3):266-73.

Piwowarczyk A, Bender R, Ottl P, Lauer HC. Long-term bond between dual-polymerizing cementing agents and human hard dental tissue. *Dent Mater*. 2007 Feb;23(2):211-7.

Radovic I, Monticelli F, Goracci C, Vulicevic ZR, Ferrari M. Self-adhesive resin cements: a literature review. *J Adhes Dent*. 2008 Aug;10(4):251-8.

Reis AF, Giannini M, Kavaguchi A, Soares CJ, Line SR. Comparison of microtensile bond strength to enamel and dentin of human, bovine, and porcine teeth. *J Adhes Dent*. 2004 Summer;6(2):117-21.

Retief DH. Standardizing laboratory adhesion tests. *Am J Dent*. 1991 Oct;4(5):231-6.

Retief DH, Mandras RS, Russell CM, Denys FR. Extracted human versus bovine teeth in laboratory studies. *Am J Dent*. 1990 Dec;3(6):253-8.

Rueggeberg FA. Substrate for adhesion testing to tooth structure - review of the literature. *Dent Mater*. 1991 Jan;7(1):2-10.

Saleh F, Taymour N. Validity of using bovine teeth as a substitute for human counterparts in adhesive tests. *East Mediterr Health J*. 2003 Jan-Mar;9(1-2):201-7.

Salz U, Bock T. Testing adhesion of direct restoratives to dental hard tissue - a review. *J Adhes Dent*. 2010 Oct;12(5):343-71.

Sanares AM, Itthagarun A, King NM, Tay FR, Pashley DH. Adverse surface interactions between one-bottle light-cured adhesives and chemical-cured composites. *Dent Mater*. 2001 Nov;17(6):542-56.

Sander RF, Prates LHM, Chain MC, Clavo MCM. Resistência de união ao cisalhamento de cimentos resinosos autocondicionantes à dentina. *Rev Clin Pesq Odontol*. 2009;5(3):273-9.

Santos MJ, Driessen CH, de Freitas AP, Rizkalla AS, Santos GC, Jr. In vitro shear bond strength of resin-based luting cements to dentin. *Gen Dent*. 2012 Jul-Aug;60(4):e215-20.

Saunders WP. The shear impact retentive strengths of four dentine bonding agents to human and bovine dentine. *J Dent*. 1988 Oct;16(5):233-8.

Schilke R, Bauss O, Lisson JA, Schuckar M, Geurtsen W. Bovine dentin as a substitute for human dentin in shear bond strength measurements. *Am J Dent*. 1999 Apr;12(2):92-6.

Shahabi S, Brockhurst PJ, Walsh LJ. Effect of tooth-related factors on the shear bond strengths obtained with CO2 laser conditioning of enamel. *Aust Dent J*. 1997 Apr;42(2):81-4.

Sinhoreti MA, Consani S, De Goes MF, Sobrinho LC, Knowles JC. Influence of loading types on the shear strength of the dentin-resin interface bonding. *J Mater Sci Mater Med*. 2001 Jan;12(1):39-44.

Skene L. Ownership of human tissue and the law. *Nat Rev Genet.* 2002 Feb;3(2):145-8.

Sudsangiam S, van Noort R. Do dentin bond strength tests serve a useful purpose? *J Adhes Dent.* 1999 Spring;1(1):57-67.

Taschner M, Frankenberger R, Garcia-Godoy F, Rosenbusch S, Petschelt A, Kramer N. IPS Empress inlays luted with a self-adhesive resin cement after 1 year. *Am J Dent.* 2009 Feb;22(1):55-9.

Titley KC, Childers S, Kulkarni G. An in vitro comparison of short and long term bond strengths of polyacid modified composite resins to primary human and bovine enamel and dentine. *Eur Arch Paediatr Dent.* 2006 Dec;7(4):246-52.

Toman M, Toksavul S, Akin A. Bond strength of all-ceramics to tooth structure: using new luting systems. *J Adhes Dent.* 2008 Oct;10(5):373-8.

Turkmen C, Durkan M, Cimilli H, Oksuz M. Tensile bond strength of indirect composites luted with three new self-adhesive resin cements to dentin. *J Appl Oral Sci.* 2011 Aug;19(4):363-9.

Ulker HE, Sengun A. Cytotoxicity Evaluation of Self Adhesive Composite Resin Cements by Dentin Barrier Test on 3D Pulp Cells. *Eur J Dent.* 2009 Apr;3(2):120-6.

Van Landuyt KL, Yoshida Y, Hirata I, Snauwaert J, De Munck J, Okazaki M, et al. Influence of the chemical structure of functional monomers on their adhesive performance. *J Dent Res.* 2008 Aug;87(8):757-61.

Van Meerbeek B, De Munck J, Yoshida Y, Inoue S, Vargas M, Vijay P, et al. Buonocore memorial lecture. Adhesion to enamel and dentin: current status and future challenges. *Oper Dent.* 2003 May-Jun;28(3):215-35

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

Vaz RR, Hipolito VD, D'Alpino PH, Goes MF. Bond strength and interfacial micromorphology of etch-and-rinse and self-adhesive resin cements to dentin. *J Prosthodont*. 2012 Feb;21(2):101-11.

Viotti RG, Kasaz A, Pena CE, Alexandre RS, Arrais CA, Reis AF. Microtensile bond strength of new self-adhesive luting agents and conventional multistep systems. *J Prosthet Dent*. 2009 Nov;102(5):306-12.

Vrochari AD, Eliades G, Hellwig E, Wrbas KT. Curing efficiency of four self-etching, self-adhesive resin cements. *Dent Mater*. 2009 Sep;25(9):1104-8.

Walter R, Miguez PA, Pereira PN. Microtensile bond strength of luting materials to coronal and root dentin. *J Esthet Restor Dent*. 2005;17(3):165-71; discussion 71.

Yang B, Ludwig K, Adelung R, Kern M. Micro-tensile bond strength of three luting resins to human regional dentin. *Dent Mater*. 2006 Jan;22(1):45-56.

Yassen GH, Platt JA, Hara AT. Bovine teeth as substitute for human teeth in dental research: a review of literature. *J Oral Sci*. 2011 Sep;53(3):273-82.

Yoshida Y, Nagakane K, Fukuda R, Nakayama Y, Okazaki M, Shintani H, et al. Comparative study on adhesive performance of functional monomers. *J Dent Res*. 2004 Jun;83(6):454-8.

Zero DT. In situ caries models. *Adv Dent Res*. 1995 Nov;9(3):214-30; discussion 31-4.

Zidan O, Ferguson GC. The retention of complete crowns prepared with three different tapers and luted with four different cements. *J Prosthet Dent*. 2003 Jun;89(6):565-71.