

UNIVERSIDADE FEDERAL DE UBERLÂNDIA

FACULDADE DE ODONTOLOGIA

Luís Henrique Araújo Raposo

**Avaliação dos parâmetros críticos do ensaio
de microtração: análise laboratorial e por
Elementos Finitos**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-graduação da Faculdade de Odontologia da Universidade Federal de Uberlândia, como requisito parcial para obtenção do título de Mestre em Odontologia.

Área de Concentração: Clínica Odontológica Integrada

Orientador: Prof. Dr. Carlos José Soares

Co-orientador: Prof. Dr. Steven R. Armstrong

Uberlândia – MG

2010

Dados Internacionais de Catalogação na Publicação (CIP)

Sistema de Bibliotecas da UFU, MG, Brasil.

- R219a Raposo, Luís Henrique Araújo, 1985-
 Avaliação dos parâmetros críticos do ensaio de microtração
 [manuscrito] : análise laboratorial e por elementos finitos / Luís
 Henrique Araújo Raposo. 2010.
 141 f. : il.
- Orientador: Carlos José Soares.
 Co-orientador: Steven R. Armstrong.
 Dissertação (mestrado) - Universidade Federal de Uberlândia,
 Programa de Pós-Graduação em Odontologia.
 Inclui bibliografia.
 1. Materiais dentários - Teses. I. Soares, Carlos José. II. Arms-
 trong, Steven R. III. Universidade Federal de Uberlândia. Programa
 de Pós-Graduação em Odontologia. IV. Título.

CDU: 615.46

Luís Henrique Araújo Raposo

**Avaliação dos parâmetros críticos do ensaio
de microtração: análise laboratorial e por
Elementos Finitos**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-graduação da Faculdade de Odontologia da Universidade Federal de Uberlândia, como requisito parcial para obtenção do título de Mestre em Odontologia.

Área de Concentração: Clínica Odontológica Integrada

Orientador: Prof. Dr. Carlos José Soares

Co-orientador: Prof. Dr. Steven R. Armstrong

Banca examinadora:

Prof. Dr. Carlos José Soares – Faculdade de Odontologia - UFU

Prof. Dr. Alfredo Júlio Fernandes Neto – Faculdade de Odontologia - UFU

Prof. Dr. Pedro Yoshito Noritomi – Centro de Tecnologia da Informação Renato Archer

Uberlândia – MG

2010



UNIVERSIDADE FEDERAL DE UBERLÂNDIA

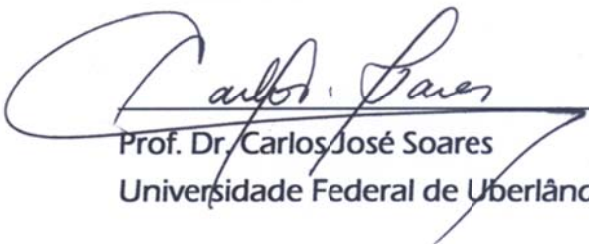
FACULDADE DE ODONTOLOGIA

PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ODONTOLOGIA

RELATÓRIO DA COMISSÃO JULGADORA DA DEFESA DE MESTRADO DE LUIS HENRIQUE ARAÚJO RAPOSO DO PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ODONTOLOGIA DA UNIVERSIDADE FEDERAL DE UBERLÂNDIA.

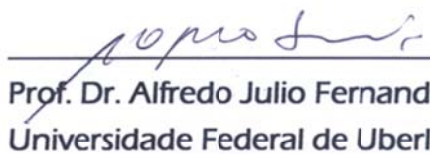
Às quatorze horas do dia vinte e seis de fevereiro do ano de dois mil e dez, reuniu-se a Comissão Julgadora indicada pelo Colegiado do Programa de Pós-Graduação da Faculdade de Odontologia/UFU, para o julgamento da Dissertação de Mestrado apresentada pelo candidato Luis Henrique Araújo Raposo com o título: *Avaliação dos parâmetros críticos do ensaio de microtração: análise laboratorial e por Elementos Finitos*. O julgamento do trabalho foi realizado em sessão pública compreendendo a exposição, seguida de arguição pelos examinadores. Encerrada a arguição cada examinador, em sessão secreta, exarou o seu parecer. A Comissão Julgadora, após análise do Trabalho, verificou que o mesmo encontra-se em condições de ser incorporado ao banco de Dissertações e Teses da Biblioteca desta Universidade. Acompanham este relatório os pareceres individuais dos membros da Comissão Julgadora.

Uberlândia 26 de fevereiro de 2010


Prof. Dr. Carlos José Soares
Universidade Federal de Uberlândia – UFU

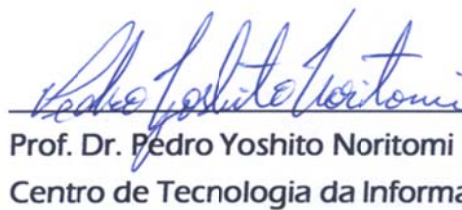
Aprovado.

Aprovado/Reprovado


Prof. Dr. Alfredo Julio Fernandes Neto
Universidade Federal de Uberlândia - UFU

Aprovado

Aprovado/Reprovado


Prof. Dr. Pedro Yoshito Noritomi
Centro de Tecnologia da Informação Renato Archer

APROVADO

Aprovado/Reprovado

DEDICATÓRIA

À Deus,

“Pater noster, Qui es in caelis, sanctificetur nomem tuum. Adveniat regnum tuum. Fiat voluntas tua, sicut in caelo et in terra. Panem nostrum quotidianum da nobis hodie. Et dimitte nobis debita nostra, sicut et nos dimittimus debitoribus nostri. Et ne nos inducas in tentationem: sed libera nos a malo. Amen.”

Sou eternamente agradecido ao Criador pelo dom da vida e pela possibilidade de utilizá-la para o bem. Obrigado Pai, por sua inestimável bondade e por permitir mais essa conquista. Agradeço-te pelo acolhimento nos momentos difíceis, pela ajuda na superação dos obstáculos e pela iluminação de meu caminho. Peço sua benção para todos que me acompanharam nesta caminhada!

Aos meus pais, Boanerges e Lourdes Miriam,

Sempre que busco bons exemplos de superação e conquista para minha vida vejo a imagem de vocês dois. Duas pessoas íntegras que conseguiram criar três filhos de uma maneira excepcional, dando a maior riqueza que uma pessoa pode receber em sua vida: a educação. Se por alguns momentos nesta caminhada estive ausente de nossa família, foi porque procurei me empenhar como aprendi tão bem com vocês. Hoje olho para trás e tenho mais certeza do que nunca que Deus me abençoou com uma enorme fortuna dando-me uma família tão unida como a nossa. Obrigado Pai e Mãe por seu amor e carinho, pela disponibilidade, por suas orações diárias, pelas preocupações de todas as horas e pelo imensurável esforço em minha formação. Pai, Mãe, esta vitória pertence a vocês. Amo muito vocês dois, muito obrigado!

Aos meus irmãos, Carol e Xande

Agradeço vocês pelo enorme carinho e pela compreensão que sempre tiveram comigo e por entenderem os sacrifícios de nossos pais em minha formação. Sou muito orgulhoso por ter vocês como meus irmãos. Contem comigo a qualquer momento e em qualquer dificuldade, pois sei que também poderei contar com vocês em qualquer situação. Tenho certeza que vocês dois irão longe e serão ótimos profissionais nas áreas que escolheram. Amo vocês!

À minha família,

Especialmente aos meus avós maternos, Maria José por ser um exemplo de força e sabedoria e Ademar, que de alguma forma esteve presente neste caminho e aos meus avós paternos, José Luiz por ser um dos alicerces da Odontologia em nossa família e Maria por sua bondade e amor na criação de todos seus filhos e netos. Agradeço muito os conselhos de todos! Aos meus padrinhos, tios e primos, distantes geograficamente ou não, vocês são muito importantes para mim. Muito obrigado por tudo!

Ao Prof. Dr. Carlos José Soares,

Um grande mestre com um grande coração. Essa seria uma boa definição, porém ainda sim seria incompleta. Além de sua bondade, você é um exemplo a ser seguido. Um Professor que consegue assimilar perfeitamente as tarefas de ensino e pesquisa com uma dedicação única para o trabalho. Sabe como direcionar bem seus orientados, mostrando a cada um como extrair o melhor de si. Sua doação para com esta instituição de ensino tem como consequência o enorme desenvolvimento que vem acompanhando esta escola. Seu apoio e seus ensinamentos ao longo desses anos foram fundamentais para minha formação, me fazendo crescer como pessoa e como profissional. Tenho muito orgulho de ser seu orientado e mais ainda por tê-lo como meu amigo. Muito obrigado por tudo e que Deus abençoe e ilumine você e toda sua família!

AGRADECIMENTOS ESPECIAIS

Ao Prof. Steven Armstrong,

Agradeço pela fantástica oportunidade de compartilhar conhecimentos e de receber opiniões sempre tão relevantes. Muito obrigado pela confiança, por sua disponibilidade e pela ajuda crucial na realização deste estudo.

Ao Prof. Alfredo Júlio Fernandes Neto,

É muito admirável a desenvoltura com que você administra esta instituição de ensino e a acessibilidade que tem com todos, independente do momento. Muito obrigado pela amizade e por todos os conselhos. Mais ainda, por mostrar a responsabilidade que os Cirurgiões-dentistas têm com a sociedade como profissionais da área de saúde e o potencial dos mesmos para propiciar mais conforto à vida das pessoas.

Ao Prof. Flávio Domingues das Neves,

Muito obrigado pelos inúmeros auxílios e pelas facilidades dentro da pós-graduação que permitiram o desenvolvimento deste trabalho. Agradeço muito por sua preocupação, dedicação e pelo seu jeito humano com todos os alunos desta instituição.

Aos meus amigos e Professores Paulo Vinícius, Paulo César e Murilo,

Vocês são exemplos claros de que a dedicação incondicional produz grandes frutos e realiza sonhos. Muito obrigado por todos os conselhos, auxílios, ensinamentos, oportunidades de trabalho e pelos ótimos momentos que passamos juntos. Acima de tudo, agradeço pela grande amizade que vocês sempre demonstraram por mim e pela ótima convivência. Espero que possamos continuar trabalhando juntos e desejo cada vez mais sucesso e felicidade a todos vocês.

Às amigas e Professoras Gisele e Veridiana,

Agradeço muito por toda a atenção de vocês duas que me orientaram e me ajudaram a trilhar os caminhos certos em minha Iniciação Científica. Hoje, merecidamente ocupam seus lugares nesta instituição! Muito obrigado pela ajuda de todas as horas, pelas oportunidades e principalmente pela amizade de vocês. Muitas alegrias e muito sucesso para vocês duas!

Ao Prof. Paulo Sérgio Quagliatto,

Sou muito grato pelas várias oportunidades de trabalho e aprendizado que tive com você. Muito obrigado pelos conselhos e incentivos e por poder conviver com uma pessoa tão carismática e cativante quanto você. Tenho orgulho de ser seu aluno e ter você como amigo.

Ao Prof. Adérito Soares da Mota,

Agradeço muito por todos os conselhos e lições que me tornaram uma pessoa melhor. Muito obrigado pelos vários ensinamentos sobre a arte da Odontologia. Espero poder aprender com você muito mais como pessoa e profissional nos próximos anos. Que Deus abençoe o seu caminho e continue te iluminando!

Ao Prof. Henner Alberto Gomide

Obrigado por sua amizade, por seu desprendimento e disponibilidade. Sempre disposto a ajudar e a ensinar as ciências exatas com uma clareza monumental àqueles que antes, dificilmente entenderiam tais conceitos.

À Profa. Priscilla Barbosa Ferreira Soares,

Agradeço por sua confiança e por sua amizade e de sua família. Muito obrigado pelo desprendimento, pelas oportunidades e por todos os ótimos momentos. Que Deus abençoe muito você e toda a sua família!

Ao Prof. Paulo César Simamoto Júnior,

Obrigado pela disponibilidade de sempre e pelas possibilidades de trocas de conhecimentos com os alunos do curso técnico em prótese dentária. Agradeço também pela amizade e por todos seus conselhos.

Aos Professores Ricardo Alves do Prado, Roberto Elias Campos e Márcio Teixeira,

Muito obrigado pela boa convivência, por seus ensinamentos e por me darem a oportunidade de trabalhar com vocês.

Aos Professores Saulo Geraldeli, Fang Qian e ao aluno de pós-graduação Rodrigo Maia,

Agradeço pela disponibilidade e ajuda na execução dos ensaios laboratoriais e análises estatísticas desse estudo.

Aos amigos do Centro de Tecnologia da Informação Renato Archer, Jorge, Pedro, Airton, Daniel, César, Yamato, Cíntia,

Sou grato pela receptividade, acolhimento, pelas amizades e pela ajuda fundamental na geração e execução das análises de elementos finitos deste trabalho.

Aos amigos luzenses, Gleisson, Moisés, Gabriel, Samuel, Maurinho, Felipe, Alexandre,

Obrigado pelo apoio. Mesmo distantes geograficamente, nossa amizade se faz presente e nos ajuda a seguir em frente com sucesso em nossas vidas!

Aos amigos “Paraibas”, Lucas Dantas, João Paulo Lyra, George e João Paulo Silva e aos amigos Bruno Barreto, Bruno Reis, Lucas Zago e Thiago Stape,

Grandes parceiros, de amizade verdadeira, sempre dispostos a ajudar e ouvir. Muito obrigado pelo companheirismo de vocês e por todos os

ótimos momentos que vivemos juntos. Desejo todo o sucesso do mundo a vocês e que possamos levar essa amizade por nossas vidas!

Às amigas e colegas de graduação e pós-graduação, Gabriela Mesquita, Luciana Zaramela, Fabiane Maria e Natália Antunes,

Sou muito grato pela boa convivência durante todos esses anos, pelos conselhos, pela ajuda em vários momentos e principalmente pela amizade de vocês. Muito obrigado pelo apoio de sempre e desejo muito sucesso e conquistas em suas carreiras.

Aos casais amigos Hugo e Fabíola, Rodrigo e Carol Assaf, Andréa e Juan,

Obrigado pela oportunidade de conhecer vocês e principalmente por me confiarem sua amizade. Desejo muitas felicidades e sucesso para todos. Que Deus abençoe a união de vocês!

Aos amigos da pós-graduação, Marininha, Thiago Lucena, Danilo, Carol Castro, Vítor, Fernandinha, Natércia, Marília, Fabrícia, Mirna, Maria Antonieta e Carol Florim,

Agradeço pela ótima convivência e pela participação de vocês em minhas conquistas. Muito obrigado pela amizade e pelo carinho durante essa etapa. Desejo muito sucesso a vocês!

Aos alunos da Iniciação Científica, Carlla e Silas e aos alunos da Graduação,

Muito obrigado pela oportunidade de trabalharmos juntos e poder auxiliar no crescimento profissional de vocês como fui auxiliado um dia. Agradeço pela presteza, disponibilidade e principalmente pela amizade de vocês.

À Abigail,

Agradeço pela disponibilidade, pela enorme paciência e por toda a ajuda. Sempre disposta a atender todas as necessidades dos alunos da pós-graduação com muita dedicação. Muito obrigado e que Deus abençoe muito você Biga!

Ao Sr. Advaldo,

Sou agradecido pelos inúmeros auxílios, conselhos e pela ótima convivência. Com certeza você tem contribuição fundamental nos trabalhos e nas vidas de vários alunos que já passaram ou que ainda estão por aqui. Obrigado pela amizade e dedicação.

Ao Nelson e à Juliana,

Agradeço pelo suporte e dedicação de todas as horas e pela participação nesta conquista.

À Zélia, Susy, Wilton e aos demais funcionários da FOUFU,

Obrigado pela ajuda e atenção tão importantes nesta etapa. Agradeço pela oportunidade de conviver com vocês.

AGRADECIMENTOS

À Faculdade de Odontologia da Universidade Federal de Uberlândia,

Pela formação tão completa que tive nesta instituição, desde minha graduação, especialização e o sonho do mestrado. Sou grato por todos os grandes mestres que tive e por todos os ensinamentos que recebi. Levarei o nome desta escola com muito orgulho.

À Divisão de Tecnologias Tridimensionais do Centro de Tecnologia da Informação Renato Archer,

Obrigado pela oportunidade de associar conhecimentos fundamentais para minha formação e para o desenvolvimento deste trabalho.

À Faculdade de Odontologia da Universidade de Iowa,

Pela grande oportunidade de associação e troca de conhecimentos e também pela ótima receptividade.

À Escola Superior de Agricultura Luiz de Queiroz,

Em nome do Prof. E. W. Kitajima, que permitiu a realização de parte deste estudo com a disponibilização de estrutura e equipamentos.

À CAPES,

Pela concessão de bolsa, a qual teve extrema importância no desenvolvimento deste trabalho.

À FAPEMIG,

Pelo apoio ao Projeto de pesquisa que sem a ajuda, dificilmente realizaria este trabalho

Aos fabricantes de produtos Odontológicos (3M-ESPE),

Obrigado pela confiança e pela disponibilização dos materiais que foram de suma importância para a realização deste trabalho.

EPÍGRAFE

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

Albert Einstein

“O conhecimento torna a alma jovem e diminui a amargura da velhice. Colhe, pois, a sabedoria. Armazena suavidade para o amanhã.”

Leonardo da Vinci

SUMÁRIO

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS	1
RESUMO	2
ABSTRACT	5
1. INTRODUÇÃO	8
2. REVISÃO DE LITERATURA	14
2.1. Ensaio de resistência de união	15
2.2. Parâmetros e variáveis do ensaio de microtração	32
2.3. Integridade estrutural dos espécimes de microtração	54
2.4. Fractografia aplicada à microtração	56
3. PROPOSIÇÃO	58
4. MATERIAIS E MÉTODOS	60
4.1. Ensaio experimental de microtração	61
4.1.1. Preparo dos dentes	61
4.1.2. Preparo dos espécimes e armazenagem	64
4.1.3. Teste de microtração	66
4.2. Determinação do modo de falha	68
4.3. Análise Estatística	70
4.4. Análise por elementos finitos	71
5. Resultados	80
5.1. Resistência de União	81
5.2. Modo de Falha	86
5.3. Distribuição de Tensões	90
6. DISCUSSÃO	97
7. CONCLUSÕES	107
REFERÊNCIAS	110
ANEXOS	118

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

MEV – Microscopia eletrônica de varredura

MET – Microscopia eletrônica de transmissão

EDS – Energy dispersive spectroscopy / Espectroscopia por dispersão de energia

mm – Unidade de comprimento (milímetro)

μm - Unidade de comprimento (micrometro)

mm^2 – Unidade de área (milímetro quadrado)

R – Unidade de raio

° - Unidade de angulação (grau)

° C - Unidade de temperatura (graus Celsius)

h – Unidade de tempo (hora)

min – Unidade de tempo (minuto)

s – unidade de tempo (segundo)

mW/cm^2 - Unidade de densidade de energia (miliwatts por centímetro quadrado)

mm/min - Unidade de velocidade (milímetro por minuto)

% - Porcentagem

N - Unidade de força - carga aplicada (Newton)

MPa – força / área (MegaPascal)

GPa – força / área (GigaPascal)

E – módulo de elasticidade / módulo de Young

γ – coeficiente de Poisson

3D - tridimensional

Fig. – Figura

K_t - fator concentrador de tensões

CAD - Computer Aided Design

CAE - Computer Aided Engineering

RESUMO

RESUMO

Objetivos: Inúmeras modificações foram feitas na metodologia de microtração desde sua introdução. Este estudo objetivou avaliar o efeito de parâmetros críticos do ensaio de microtração na resistência de união, modo de falha e distribuição de tensões de um sistema adesivo à dentina humana. *Materiais e Métodos:* Vinte e um terceiros molares humanos extraídos tiveram o esmalte oclusal removido e sobre a dentina superficial foi aplicado adesivo de condicionamento total simplificado (Adper Single Bond II). Restaurações de resina composta foram construídas incrementalmente. Os dentes foram seccionados e espécimes na forma de haltere e palito foram obtidos a partir do mesmo dente e então divididos entre três dispositivos: Di- espécimes na forma de haltere posicionados no dispositivo de Dircks; GeS- espécimes na forma de palito fixados no dispositivo de Geraldeli com cola SuperGlue; GeZ- palito fixados no dispositivo de Geraldeli com cola Zapit. Os espécimes foram submetidos a ensaio de microtração com velocidade de 1,0mm/minuto e a resistência de união determinada (MPa). O modo de falha foi examinado em lupa estereoscópica e o local de iniciação das falhas foi avaliado por meio de microscópio eletrônico de varredura e com espectroscopia por dispersão de energia. Modelos tridimensionais de cada dispositivo e espécimes foram criados e análises pelo método de elementos finitos foram feitas. *Resultados:* O efeito do tipo de dispositivo de microtração sobre a resistência de união dos espécimes não foi significativa, porém o modo de falha foi influenciado significativamente. O dispositivo de Dircks mostrou-se menos crítico ao erro humano que o de Geraldeli. A contaminação da interface adesiva e o procedimento de re-colagem dos espécimes aumentaram os valores de união. Observou-se distribuição de tensões mais uniforme na camada adesiva do espécime testado no dispositivo de Dircks. *Conclusões:* O tipo de dispositivo de microtração e a geometria dos espécimes não influenciaram os valores de união, entretanto, o modo de falha e a distribuição de tensões foram influenciados por esses parâmetros.

Palavras chave: Dispositivos de microtração; Espectroscopia por dispersão de energia; Método de elementos finitos; Microscopia eletrônica de varredura; Microtração; Modo de falha; Resistência de união.

ABSTRACT

Evaluation of the microtensile critical testing parameters: laboratory and finite elements analysis

ABSTRACT

Objectives: Innumerable modifications have been made in the microtensile methodology since its introduction. The aim of this study was to evaluate the effect of critical parameters such as specimen geometry, microtensile device, fixation mode and bonding interface contamination on bond strength, failure mode, and stress distribution of an adhesive system to human dentin. *Materials and Methods:* Twenty-one extracted human third molars were ground to expose occlusal dentin, and after surface treatment with a total-etch 2-step adhesive system (Adper Single Bond II), composite resin restorations were constructed over the dentin. Dumbbell and stick-shaped specimens were fabricated from same teeth and divided into three microtensile gripping devices: Di- dumbbell-specimens placed onto Dircks device; GeS- stick-specimens gripped onto a Geraldeli's device with SuperGlue; GeZ- stick-specimens gripped onto a Geraldeli's device with Zapit. Specimens were tested and microtensile bond strengths were determined (MPa). The failure mode was examined under stereomicroscopy and fracture initiation sites were verified by scanning electron microscopy and energy dispersive spectroscopy. Three-dimensional models of each device and specimen were created and finite element simulations were performed. *Results:* The effect of the gripping devices on the bond strength was not significantly, but the failure mode was directly influenced by the type of device. Dircks device is less critical to human error than Geraldeli's device. The bonding interface contamination and regluing process increased the bond strength. Dircks device produced a more uniform stress distribution at the dumbbell specimen adhesive layer than did the Geraldeli's device at the stick specimen layer. *Conclusions:* The type of device and specimen geometry did not influence the bond strength values; however, the failure mode and the stress distribution of the specimens were affected by these parameters.

Key-words: Bond Strength; Energy dispersive spectroscopy; Failure mode; Finite Elements Analysis; Microtensile; Microtensile devices; Scanning electron microscopy.

INTRODUÇÃO

1. INTRODUÇÃO

O advento da odontologia adesiva restauradora provocou profundas mudanças na prática clínica com o desenvolvimento de sistemas adesivos passíveis de união com os substratos dentais (Van Noort et al., 1989). Como os mecanismos da adesão e seus efeitos não estão completamente esclarecidos, comumente têm-se remoção de tecidos dentais saudáveis para inserção dos materiais restauradores odontológicos (Armstrong et al., 1998). Uma eventual substituição destes materiais pode provocar nova perda de estrutura dental saudável e conseqüentemente mais faces dentais serão envolvidas no procedimento restaurador. Portanto, adesão interfacial durável entre os materiais restauradores e tecidos dentais é essencial (Armstrong et al., 1998).

Apesar dos relativos avanços obtidos com o aperfeiçoamento dos produtos utilizados nas restaurações adesivas, a determinação da resistência de união dos sistemas adesivos odontológicos aos tecidos dentais e aos materiais restauradores continua sendo tema de grande importância e interesse, pesquisado em profundidade por diferentes laboratórios. Vários tipos de ensaios mecânicos foram propostos ao longo dos anos para verificação da resistência e da qualidade da união entre os substratos dentais e os materiais utilizados para restaurá-los, sendo que inicialmente, os testes mais popularmente descritos eram os ensaios de tração ou de cisalhamento convencionais (Van Noort et al., 1989; Van Noort et al., 1991).

Dispersões entre os valores de resistência de união dos agentes adesivos foram observadas em estudos apresentados por diferentes centros de pesquisa, sendo estas atribuídas principalmente às diferenças existentes nas técnicas de mensuração, à idade do substrato utilizado durante os testes e ao preparo do mesmo com o agente de união (Tao & Pashley, 1989; Perinka et al., 1992; Prati & Pashley, 1992). Além disso, foi verificado que a distribuição de tensões que ocorre na interface adesiva é afetada pelo modo de aplicação da carga, pelas propriedades dos materiais utilizados e pelas características do teste

(Van Noort et al., 1991), demonstrando mais uma vez, que os parâmetros dos ensaios mecânicos com tecidos dentais e materiais odontológicos têm influência direta sobre os resultados dos testes laboratoriais. A não-uniformidade da distribuição das tensões nestes corpos de prova, especialmente nas interfaces adesivas, faz com que haja predominância de falhas em defeitos já existentes em detrimento da propagação da falha na interface adesiva (Van Noort et al., 1989). Conseqüentemente, com o aumento da capacidade de adesão dos sistemas adesivos aos tecidos dentais, houve aumento no número de falhas coesivas durante os testes de resistência de união convencionais, como tração ou cisalhamento, impedindo a definição do real valor de união entre os substratos avaliados (Pashley et al., 1995; Phrukkanon et al., 1998a).

Sano et al., (Sano et al., 1994b), propuseram avaliar a resistência de união de agentes adesivos à dentina em interfaces adesivas reduzidas como forma de superar as limitações dos testes anteriores, introduzindo novo conceito de teste de tração miniaturizado, chamado de teste de microtração. Observou-se que a resistência de união de agentes adesivos à dentina é dependente do tamanho da área adesiva testada e que quanto menor esta área, maiores são os valores obtidos. Os resultados apresentados estão em acordo com a teoria do defeito de Griffith para corpos frágeis, que demonstra que o aumento no tamanho de espécimes de tração promove decréscimo na resistência dos mesmos. Com esta nova modalidade de ensaio tornou-se possível a obtenção de vários espécimes em um único dente, permitindo a verificação da resistência de união em diferentes regiões do mesmo, além de uma menor dispersão nos valores dos resultados com falhas adesivas na maioria dos espécimes testados.

Pashley et al., descreveram diversas vantagens potenciais da metodologia de microtração (Pashley et al., 1995; Pashley et al., 1999). Entretanto, alguns autores verificaram que os valores de resistência de união por si só não fornecem lógica definitiva sobre a adesão. Eles afirmam que a interface adesiva deve ser investigada mais detalhadamente com auxílio de ferramentas

como a microscopia eletrônica de varredura (MEV) ou a microscopia eletrônica de transmissão (MET), para averiguar-se o mecanismo da adesão aos tecidos e materiais odontológicos (Nakabayashi et al., 1998). Outra forma de análise também sugerida é a espectroscopia por dispersão de energia (EDS) que proporciona caracterização elemental da superfície a ser avaliada (Mecholsky, 1995a; Della Bona et al., 2003).

Após a introdução do ensaio de microtração, vários laboratórios de pesquisa passaram a utilizar esta metodologia como principal teste para verificação da resistência de união entre os tecidos dentais e materiais odontológicos (Yoshiyama et al., 1996; Armstrong et al., 1998; Shono et al., 1999; Soares et al., 2007a; Soares et al., 2008a), ou mesmo para mensuração da resistência máxima a tração dos substratos citados previamente (Giannini et al., 2004; Jones et al., 2006; Soares et al., 2010). Além disso, foi demonstrado que $8)^{\perp}$. Isto pode ser atribuído ao alinhamento perpendicular do espécime e da interface adesiva com a força de tração imposta. Embora este dispositivo Com isso, diferentes resultados de resistência de união para sistemas adesivos similares têm sido observados. Essas variações são creditadas aos diferentes parâmetros utilizados no teste de microtração, pois como em qualquer ensaio mecânico, os diferentes parâmetros metodológicos influenciam diretamente os resultados obtidos. Modificações no formato do espécime original desenvolvido por Sano et al. (1994b), principalmente na forma de realização da constrição na região adesiva foram propostas por vários autores (Yoshiyama et al., 1996; Phrukkanon et al., 1998b; Hashimoto et al., 2000; Zheng et al., 2001), que apresentaram diferentes resultados devido às características geométricas dos espécimes (Betamar et al., 2007a). Outras alterações foram sugeridas como a modificação da área de seção transversal dos espécimes de quadrada para cilíndrica, realizando o torneamento dos mesmos com pontas diamantadas montadas em dispositivos apropriados para tal procedimento (Phrukkanon et al., 1998a; Phrukkanon et al., 1998b). Além disso, foi proposta a confecção de

espécimes com lados de tamanhos iguais e formato retangular, sem a constrição na região adesiva realizada originalmente, gerando número expressivamente maior de espécimes em um único dente e diminuindo o risco de falhas prematuras ao teste de microtração por eliminar o passo de constrição da região adesiva, realizado a mão livre com pontas diamantadas (Shono et al., 1999).

Um importante parâmetro do ensaio de microtração, muitas vezes negligenciado é o alinhamento dos espécimes no dispositivo mecânico utilizado para carregamento. Esse desalinhamento dos espécimes em relação ao dispositivo de teste e à força de tração uniaxial aplicada pode ser extremamente prejudicial, levando fatalmente a distribuição não-uniforme de tensões na camada adesiva durante o ensaio, podendo gerar grande variação dos resultados (Zheng et al., 2001; Silva et al., 2006). Como forma de minimizar a influência do desalinhamento dos espécimes durante o teste de microtração, foi desenvolvido dispositivo metálico com canaleta de 90° em seu centro (dispositivo de Geraldeli), permitindo o correto alinhamento dos espécimes previamente a realização do teste (Perdigão et al., 2002).

Outro parâmetro dificilmente padronizado nos testes de microtração é o modo de fixação dos espécimes no dispositivo de teste, com envolvimento de apenas uma ou mais faces e apreensão ativa por meio de adesivos à base de cianoacrilato ou passiva sem a utilização destes (Armstrong et al., 2003; El Zohairy et al., 2004; Meira et al., 2004; Poitevin et al., 2007; Soares et al., 2008c). Um dispositivo de microtração com canaleta auto-alinhante foi apresentado por Armstrong et al. (2003), com a vantagem de não necessitar de aplicação de colas para fixação dos espécimes, pois oferece possibilidade de apreensão passiva dos mesmos (dispositivo de Dircks). Por último, um dispositivo com design “top-bottom” que realiza apreensão nas extremidades dos espécimes, de maneira passiva na região superior (mandril) e ativa na porção inferior (adesivo de cianoacrilato), foi apresentado como forma de propiciar melhor alinhamento entre

a força aplicada e o longo eixo do espécime e conseqüentemente da camada adesiva (Poitevin et al., 2007; Poitevin et al., 2008).

O tipo de adesivo à base de cianoacrilato utilizado para fixação ativa dos espécimes de microtração é outro fator considerável e que merece atenção (Poitevin et al., 2007). Parâmetros como a velocidade de aplicação da força durante o teste (Reis et al., 2004a), características de armazenamento dos espécimes (Armstrong et al., 2003; Reis et al., 2004b; Santana et al., 2008), variação no ângulo da camada adesiva em relação à aplicação da força (Silva et al., 2006; Ghassemieh, 2008), métodos de preparo do substrato (Sattabanasuk et al., 2007), espessura da camada adesiva (Zheng et al., 2001; Coelho et al., 2008; D'Arcangelo et al., 2009), geometria da constrição na camada adesiva (Neves et al., 2008), integridade dos espécimes após o corte (Ferrari et al., 2002; Goracci et al., 2004; Sadek et al., 2006), dentre outros, também figuram como fatores responsáveis pela enorme variação dos resultados de união. Desta maneira, grande esforço tem sido feito com intuito de aperfeiçoar a metodologia de microtração com utilização do método de elementos finitos associado a ensaios laboratoriais. Esta associação visa avaliar efeitos das múltiplas variáveis nos resultados de resistência de união e distribuição de tensões, com vários estudos demonstrando a urgência da padronização dos parâmetros de ensaio do teste (Phrukkanon et al., 1998b; El Zohairy et al., 2004; Meira et al., 2004; Silva et al., 2006; Betamar et al., 2007b; Betamar et al., 2007a; Coelho et al., 2008; Ghassemieh, 2008; Neves et al., 2008; Soares et al., 2008b; Soares et al., 2008c; Neves et al., 2009).

Assim, é relevante avaliar a real influência de diferentes parâmetros do ensaio de microtração. Foi investigada a hipótese que alguns parâmetros pudessem influenciar os resultados dos testes laboratoriais e das simulações numéricas por elementos finitos.

REVISÃO DE LITERATURA

2. REVISÃO DE LITERATURA

2.1. Ensaios de resistência de união

Van Noort et al., (1989), propuseram análise crítica dos ensaios de união mais comumente utilizados naquela época, os testes convencionais de resistência à tração e de resistência ao cisalhamento. Os autores identificaram falta de padronização nos estudos disponíveis e demonstraram que fatores como diferenças na geometria dos espécimes, no modo de aplicação de carga e na rigidez dos materiais podem afetar diretamente os resultados de resistência de união, impossibilitando a comparação de resultados entre diferentes laboratórios. Além disso, ao realizarem a simulação dos ensaios de tração e cisalhamento pelo método numérico de elementos finitos com modelos bi-dimensionais, os autores concluíram que existe distribuição não-homogênea de tensões nos espécimes avaliados que pode ser ampliada pelas variáveis existentes. Os modelos do ensaio de tração apresentaram pronunciada concentração de tensões na borda da interface entre resina composta e dentina, onde existe alteração da geometria, podendo alterar a predileção da falha da interface adesiva para um ponto da estrutura que possua algum defeito interno. Já os modelos do ensaio de cisalhamento demonstraram concentração de tensões próxima ao ponto de aplicação da carga gerando momento de flexão, o que pode levar a falha do corpo do espécime fora da região de interesse.

Em estudo subsequente, van Noort et al. (1991), avaliaram a influência da geometria da interface adesiva na resistência de união utilizando ensaios mecânicos de tração convencional e simulações pelo método de elementos finitos. Os autores concluíram que a resistência de união foi altamente influenciada pelo modo de aplicação do sistema adesivo nos espécimes, com aumento de duas vezes nos valores nos espécimes que tiveram o adesivo aplicado em toda superfície do dente, comparado aos espécimes que tiveram o adesivo aplicado apenas na região dentinária onde a resina composta seria inserida. Os modelos

de elementos finitos revelaram alta concentração de tensões nas bordas da interface da resina composta com a dentina, com localizações discrepantes dependendo do modo de aplicação do adesivo. Dessa forma, os autores demonstraram que um método que ofereça padronização para a mensuração da resistência de união dos materiais odontológicos aos tecidos dentais é necessário.

Sano et al., (1994a), propuseram novo método para mensuração da resistência máxima a tração e módulo de elasticidade de espécimes de dentina humana e bovina, mineralizados e desmineralizados, baseado nos corpos de prova empregados em testes de metais. Os autores obtiveram discos de dentina de aproximadamente 0,5 mm de espessura dos dentes de cada espécie e em sequência desenvolveram dois corpos de prova. O primeiro produzido a partir de um desgaste curvo realizado com ponta diamantada nas laterais do disco, gerando uma espécie de ampulheta sem ângulos vivos. No segundo as laterais do disco de dentina foram desgastadas com ponta diamantada e discos de carbeto de silício gerando paredes paralelas na constrição, simulando um haltere. Em seguida os espécimes foram estabilizados nas fendas de um dispositivo metálico com parte superior móvel (Bencor Multi-T modificado) por meio de adesivo à base de cianoacrilato e submetidos ao teste de tração. Após comparação dos resultados obtidos os autores concluíram que a resistência máxima à tração obtida nos ensaios foi maior que a observada em estudos anteriores, possivelmente devido ao tamanho reduzido dos espécimes, o que diminuiu a possibilidade de incorporação de defeitos ou falhas que pudessem desencadear distribuição não-uniforme de tensões. Os autores também observaram que a matriz desmineralizada da dentina contribui em cerca de 30% na resistência máxima da dentina mineralizada.

Devido as dificuldades técnicas inerentes aos ensaios convencionais de tração e cisalhamento, Sano et al. (1994b), adequaram o ensaio de seu estudo prévio para testar a resistência de união da dentina humana a adesivos dentais em diferentes áreas adesivas, introduzindo novo conceito de teste mecânico na

Odontologia: um teste de tração em miniatura chamado originalmente de ensaio de microtração. Nesta abordagem, dentes humanos tiveram seu esmalte oclusal removido e a superfície oclusal dos dentes foi lixada, tratada com os sistemas adesivos avaliados e uma restauração de 5 mm de resina composta ou ionômero de vidro foi construída. Os dentes foram armazenados em água por 24h e posteriormente seccionados em fatias de 0,5 a 3 mm de espessura que foram desgastadas em formato curvo na porção mais estreita da interface adesiva com uma ponta diamantada, gerando espécimes com formato de ampulheta. As áreas adesivas aferidas nos espécimes após o preparo variavam de 0,5 X 0,5 mm a 3 X 3 mm. Os espécimes foram fixados em aparato de teste (Bencor Multi-T) por meio de adesivo à base de cianoacrilato e submetidos a uma força de tração. A força de tração necessária para gerar o rompimento da união adesiva no espécime foi dividida pela seção transversal do mesmo para se obter a resistência adesiva de cada espécime em MPa e após o teste o modo de fratura de cada espécime também foi designado com auxílio de microscópio ótico. Os autores observaram maiores valores de resistência de união e um relacionamento inverso entre a resistência de união dos espécimes e suas áreas adesivas, com maiores resultados de união para os espécimes com menor área adesiva e reduzida dispersão dos valores para os mesmos. As razões para esse fenômeno foram descritas como decorrentes do efeito da presença de defeitos e/ou concentradores de tensão na interface ou no substrato das amostras com maior região adesiva de acordo com a teoria do defeito de Griffith para corpos frágeis. Desta forma, o ensaio de microtração mostrou-se adequado para verificação da resistência adesiva, além de permitir a obtenção de um número maior de espécimes por dente.

Della Bona & van Noort (1995), avaliaram a empregabilidade dos ensaios convencionais de resistência à tração e resistência ao cisalhamento para verificação da resistência de união de uma resina composta à superfície de uma cerâmica feldspática variando o tratamento de superfície empregado, por meio de

ensaios laboratoriais e simulações numéricas com modelos bi-dimensionais pelo método de elementos finitos. Os autores observaram pelos resultados laboratoriais e da análise de elementos finitos que o ensaio de resistência ao cisalhamento por suas características intrínsecas, como dimensão dos espécimes, forneceu valores de resistência dos materiais de base do corpo de prova (falhas coesivas) e não da resistência de união da interface adesiva entre eles. Já no ensaio de resistência à tração, apesar de também apresentar distribuição não-uniforme de tensões, as falhas ocorreram principalmente na interface adesiva dos espécimes, caracterizando este teste como sendo mais adequado que o teste de cisalhamento na verificação da resistência de união entre resinas compostas e cerâmicas. Porém os autores não descreveram as possíveis vantagens do ensaio de microtração comparado aos testes convencionais de tração e cisalhamento na verificação da resistência de união de espécimes bimateriais como os utilizados no estudo.

Pashley et al. (1995), apresentaram revisão de literatura abordando os testes de adesão utilizados para verificar a resistência de união de adesivos dentais. Após verificarem as múltiplas variáveis que podem afetar os ensaios envolvendo sistemas adesivos e tecidos dentais, os autores concluíram que a padronização dos testes utilizados até então deveria ser minuciosamente controlada a fim de permitir possíveis comparações entre estudos realizados em diferentes centros de pesquisa. Além disso, foi demonstrado que após o desenvolvimento do método de microtração este passou a ser o tipo de ensaio mais indicado para verificação da resistência de união de produtos odontológicos ao substrato dental, por permitir mensuração da adesão em múltiplas áreas reduzidas em um só dente, sem apresentar os problemas anteriormente relatados para os ensaios convencionais de tração e cisalhamento. Em essência, a nova metodologia apresenta maiores valores de resistência de união que o dois métodos citados previamente, sendo os resultados dependentes da área adesiva empregada, porém a maioria das falhas observadas são caracterizadas como

adesivas. A possível razão para o aumento nos valores de resistência de união com diminuição da área adesiva se deve à menor incorporação de falhas ou defeitos num espécime reduzido, estando em acordo com a teoria do defeito de Griffith para corpos frágeis. As desvantagens desse método é que ele é tecnicamente difícil de ser executado, exigindo muito trabalho e equipamentos especiais para posicionamento e confecção dos espécimes. Os autores concluíram ressaltando mais uma vez a necessidade da padronização dos ensaios de resistência de união.

Yoshiyama et al. (1996), verificaram a resistência de união regional de diferentes sistemas adesivos à dentina oclusal e gengival esclerótica ou normal localizada em lesões cervicais com formato de cunha por meio de ensaio de microtração. Foram gerados espécimes de microtração no formato de ampulheta que foram fixados em dispositivo metálico (Bencor Multi-T) com auxílio de adesivo à base de cianoacrilato e posteriormente testados. Os resultados indicaram que não foram encontradas diferenças regionais na resistência de união dos sistemas adesivos avaliados à dentina, não havendo diferenças entre os valores das dentinas oclusal e gengival. Os autores verificaram que embora os valores de união à dentina esclerótica tenham sido menores comparados aos da dentina normal, os valores absolutos dos grupos foram relativamente maiores que os das gerações anteriores de agentes de união.

Armstrong et al. (1998), avaliaram o padrão de falha e a resistência de união de sistemas adesivos à dentina por meio do ensaio de microtração e microscopia eletrônica de varredura. Dois sistemas adesivos foram empregados, sendo ambos de condicionamento total e passos múltiplos e após restauração dos dentes preparados os mesmos foram seccionados em fatias de 0,8-0,9 mm que foram posteriormente desgastadas na região adesiva gerando assim espécimes de ampulheta com área adesiva de aproximadamente 0,5 mm². Os espécimes foram fixados em dispositivo plástico para microtração com auxílio de adesivo à base de cianoacrilato e testados e em seguida os espécimes fraturados foram

observados em microscópio eletrônico de varredura. Os resultados demonstraram que a resistência de união não foi significativamente diferente para os dois adesivos avaliados. Os autores concluíram que o novo teste de microtração permitiu múltiplas mensurações de resistência de união em um único dente e que uma interpretação cuidadosa do padrão de falha dos espécimes é necessária.

Nakabayashi et al.(1998), sugeriram outra abordagem metodológica empregando espécimes miniaturizados para identificação de defeitos na infiltração do sistema adesivo na dentina dos corpos de prova. Os autores supuseram que as normas estabelecidas na ISO 11405:94(E) não seriam adequadas para detecção de uma região de dentina desmineralizada e não-impregnada por adesivo e que esta abordagem que se difere ligeiramente da utilizada no ensaio de microtração, seria mais adequada para verificação da resistência adesiva dos espécimes e detecção das regiões com defeitos na infiltração do sistema adesivo. Os dentes tiveram o esmalte oclusal removido e após serem lixados, suas superfícies foram condicionadas com solução de ácido cítrico a 10% e cloreto-férrico a 3% aplicada por 10s, 30s ou 60s e posteriormente tratadas com adesivo experimental à base de 4-META/MMA-TBB. Os dentes foram restaurados com blocos de polímero (PMMA) e seccionados em fatias. Em seguida as fatias foram desgastadas com ponta diamantada, prevalecendo espécimes em formato de halteres com área adesiva de 7 X 2 mm, que foram fixados em placas descartáveis de PMMA com adesivo à base de cianoacrilato e submetidos à tração. Pelos resultados obtidos os autores observaram que a resistência de união dos espécimes diminui com o aumento no tempo de condicionamento da dentina e que a metodologia empregada permitiu verificação clara dos defeitos de infiltração do adesivo, observados principalmente nos espécimes que foram condicionados durante maior período de tempo.

Sudsangiam & van Noort (1999), aferiram a utilidade dos dados fornecidos pelos testes de resistência de união à dentina por meio de revisão de literatura e verificaram que as técnicas utilizadas nas mensurações da resistência

de união à dentina fornecem dados que nem sempre podem ser utilizados como previsores do desempenho clínico desses materiais. Os testes de tração e cisalhamento convencionais não se caracterizam como os mais adequados para mensuração da resistência de união, pois possuem várias limitações que podem comprometer os resultados. Já o ensaio de microtração é mais indicado por distribuir de melhor forma a força de tração aplicada e conseqüentemente as tensões na camada adesiva, fornecendo um quadro mais realístico sobre a resistência de união do material à dentina. Os autores observaram que existem falhas fundamentais nos ensaios mais utilizados e que alternativas para contornar esses problemas devem ser desenvolvidas junto com a padronização dos parâmetros existentes nos testes.

Em outra revisão de literatura, Pashley et al.(1999), criticaram a ainda grande utilização na data do estudo, do ensaio de tração convencional para mensuração da resistência adesiva por muitos laboratórios. Foi demonstrado que o teste de microtração, que foi originalmente desenvolvido para permitir a avaliação da resistência de união entre os materiais odontológicos e pequenas porções de tecido dental, possui inúmeras vantagens sobre os testes de adesão convencionais. Dentre elas estão, produção de vários espécimes em um só dente, a limitação da área adesiva dos espécimes diferindo do que ocorria no teste de tração convencional, a melhor distribuição de tensões no corpo de prova diminuindo o número de fraturas coesivas, a incorporação de menor número de falhas durante a manufatura dos espécimes, dentre outras. Além disso, foram apresentadas no estudo várias aplicações para esse teste e diferentes formas de abordagem, como a utilização de espécimes com diferentes geometrias e dimensões. Os autores concluíram que o método de microtração oferece versatilidade, porém é mais trabalhoso de executar que os testes anteriores, necessitando de padronização para que os resultados de diferentes estudos possam ser comparados.

Guzmán-Ruiz et al. (2001), desenvolveram metodologia para correlacionar a resistência de união de resina composta à dentina com a infiltração na interface adesiva dos espécimes. Após confecção de cavidades Classe II (MO) e restauração dos dentes com restaurações indiretas de resina composta, os mesmos foram termociclados (300X) entre 5 e 55° e posteriormente imersos em solução de nitrato de prata. Em seguida, os dentes foram seccionados e dois espécimes foram obtidos para avaliação da infiltração e resistência de união na região da parede gengival. Além disso, os espécimes foram avaliados com microscopia eletrônica de varredura e espectroscopia por dispersão de energia (EDS) para verificação do padrão de falha e infiltração. Os autores observaram que a associação entre a resistência de união e a infiltração não foi significativa, porém foi verificada infiltração em todas as amostras envolvendo a camada adesiva. A metodologia empregada mostrou-se eficaz na avaliação da resistência de união e da infiltração da região adesiva utilizando um mesmo espécime.

Em seu estudo, Giannini et al. (2004) determinaram a resistência máxima à tração de diferentes substratos dentais, utilizando a técnica de microtração para investigar a hipótese de que esta resistência das estruturas dentais poderia variar de acordo com a localização e constituição. Após construção de restaurações de resina composta sobre o esmalte de terceiros molares humanos, os mesmos foram seccionados em várias fatias de aproximadamente 0,7 mm, que foram posteriormente desgastadas com ponta diamantada em formato de ampulheta, reduzindo a área de seção a 0,5 mm². A menor área de seção transversal se localizava em esmalte, dentina ou junção amelo-dentinária. Os espécimes de esmalte foram testados de acordo com sua orientação prismática (paralela ou transversalmente), a dentina em função de sua profundidade (superficial, média e profunda) e a junção amelo-dentinária sem variações. Para isso os espécimes foram fixados em dispositivo metálico de microtração (Bencor Multi-T) com auxílio de adesivo à base de cianoacrilato. Os resultados obtidos demonstraram que o esmalte testado transversalmente à sua

orientação prismática foi significativamente menos resistente que testado paralelamente. A dentina superficial apresentou os maiores valores de resistência máxima à tração e a dentina profunda foi significativamente mais fraca. A junção amelo-dentinária apresentou valores de resistência máxima à tração similar ao do esmalte paralelo e da dentina média. Os autores concluíram que a resistência máxima à tração dos substratos dentais varia de acordo com sua composição e localização.

Jones et al.(2006), examinaram a resistência de união de resinas compostas híbridas à compósitos do tipo “flow”. Uma matriz de polivinil siloxano foi utilizada para fabricação dos espécimes, palitos de seção quadrada de 2 X 2 X 20 mm sendo estes formados por resina composta híbrida na porção superior e resina do tipo “flow” na porção inferior, sendo ambos os produtos do mesmo fabricante para cada um dos grupos avaliados. Espécimes de material uniforme também foram feitos para verificação da resistência coesiva dos mesmos. Posteriormente, os espécimes foram torneados com ponta diamantada montada em dispositivo computadorizado (Microspecimen Former) para geração de espécimes com seção cilíndrica na região adesiva de aproximadamente 0,78 mm², que foram então testados em dispositivo que realizava apreensão passiva dos mesmos (dispositivo de Dircks) sem a necessidade de utilização de adesivos à base de cianoacrilato. Observou-se que a resistência coesiva das resinas compostas é material dependente e que resinas flow e híbridas de um mesmo fabricante possuem valores de resistência coesiva comparáveis. Os valores de resistência de união das combinações entre resinas flow/híbridas foram comparáveis à resistência coesiva das resinas híbridas.

Armstrong et al. (2006), determinaram os valores de resistência de união entre resina e dentina após armazenamento por período de três meses em óleo mineral, saliva artificial pura, saliva artificial contendo colágenase exógena ou saliva artificial contendo colesterol-esterase. Após preparo e restauração dos dentes, os mesmos foram seccionados em palitos de secção quadrada de 2 mm²

que foram então torneados com ponta diamantada montada em dispositivo computadorizado (Microspecimen Former) para geração de espécimes com seção cilíndrica na região adesiva de aproximadamente 0,5 mm². Os espécimes foram armazenados em cada uma das soluções por 24h ou três meses e posteriormente testados em dispositivo de apreensão de espécimes (dispositivo de Dircks). Houve uma queda significativa nos valores de resistência de união após armazenamento por 3 meses para todos os grupos experimentais avaliados. A solução de saliva artificial com colesterol-esterase diminuiu significativamente a união após o tempo máximo de armazenamento comparado com a solução contendo colágenase, enquanto diferenças não foram observadas para os espécimes testados imediatamente. Os autores concluíram que a atividade enzimática exógena diminuiu os valores de resistência de união da resina avaliada à dentina, porém afirmaram que o grau de contribuição dessas moléculas para o processo de degradação primário da camada adesiva, como por exemplo, a hidrólise, ainda é desconhecido.

Eckert & Platt (2007), apresentaram avaliação estatística da metodologia de microtração para adesivos dentais, determinando a correlação entre espécimes de um mesmo dente nos resultados de resistência de união e examinando o efeito dos mesmos na interpretação dos resultados. Cerca de 20 espécimes de palito de seção quadrada foram obtidos em cada um dos dez dentes dos grupos avaliados, armazenados por uma semana ou três meses e fixados em dispositivo metálico de microtração (Bencor Multi-T) com auxílio de adesivo à base de cianoacrilato para serem testados. Verificou-se nos adesivos de uma mesma linha de produtos (família Optibond, Kerr) que o adesivo de condicionamento total e três passos apresentou maiores valores de resistência de união que o adesivo de condicionamento total e dois passos. Este último por sua vez apresentou maiores valores que o sistema de condicionamento total e ativação dual, que por fim apresentou menores valores quando comparado ao sistema auto-condicionante de dois passos. O tempo de armazenamento só foi

relevante para os espécimes tratados com os sistemas de condicionamento total de 2 e 3 passos. Os autores concluíram que os espécimes obtidos em um mesmo dente não apresentaram diferenças significantes entre si e puderam ser correlacionados. Além disso, uma análise que assumisse a independência desses espécimes poderia sobreestimar a significância das comparações realizadas. Sendo assim, as análises estatísticas para o ensaio de microtração deveriam correlacionar os espécimes de um mesmo dente para evitar sobre estimativa da significância estatística dos resultados.

Soares et al. (2007a), verificaram a efetividade de tratamentos prévios do substrato dental na resistência de união de dois sistemas adesivos auto-condicionantes à dentina. Incisivos bovinos tiveram o esmalte vestibular e suas raízes removidas e em seguida esmalte e dentina dos determinados grupos foram tratados previamente a aplicação dos sistemas adesivos com: ácido fosfórico a 37% por 15s, ácido fosfórico a 37% por 15s aplicado apenas em esmalte, jateamento com óxido de alumínio, condicionamento com EDTA a 24% e controle. Após construção de restaurações de resina composta os dentes foram seccionados em fatias que foram desgastadas com ponta diamantada gerando constrição e área adesiva de aproximadamente 1,2 mm². Os espécimes foram fixados em dispositivo metálico de microtração (Bencor Multi-T) com auxílio de adesivo à base de cianoacrilato e testados. Foi observado que o tratamento do esmalte com ácido fosfórico a 37% e da dentina com EDTA 24% proporcionaram os maiores valores de resistência de união para os respectivos tecidos. Os dois sistemas adesivos auto-condicionantes avaliados apresentaram grande variação na resistência de união em relação aos substratos avaliados devido à composição dos mesmos. Recomendou-se como o melhor tratamento simultâneo para esmalte e dentina a aplicação de solução de EDTA a 24% nos dois tecidos previamente à utilização de sistemas adesivos auto-condicionantes.

Castro et al. (2007), investigaram a influência da associação do componente adesivo de um sistema adesivo de três passos sobre a camada

híbrida de um sistema auto-condicionante na resistência de união de restaurações indiretas de resina composta à dentina. As comparações foram feitas usando sistema adesivo auto-condicionante (One Up Bond F, Tokuyama) e sistema adesivo auto-condicionante (One Up Bond F, Tokuyama) aplicado e recoberto por camada do componente adesivo de um sistema de condicionamento total de três passos (Scotchbond Multiuso, 3M-ESPE) ou sistema de condicionamento total de dois passos (Single Bond, 3M-ESPE) aplicado em duas camadas. Após o tratamento dos espécimes de acordo com os sistemas adesivos avaliados, restaurações indiretas de resina composta foram cimentadas com cimento resinoso de cura dual (RelyX ARC, 3M-ESPE). Os dentes foram seccionados em palitos de seção quadrada que compreendiam esmalte, dentina ou dentina profunda, com área adesiva de aproximadamente $1,0 \text{ mm}^2$, fixados em dispositivo metálicos para teste de microtração (Bencor Multi-T) com auxílio de adesivo à base de cianoacrilato e testados. Verificou-se que a utilização do componente adesivo de um sistema de condicionamento total e três passos associado a um sistema auto-condicionante não afetou os valores de resistência de união. Verificou-se aumento dos valores de resistência de união à dentina superficial e profunda com a aplicação de uma camada de componente adesivo hidrofóbico sobre a camada de adesivo hidrofílico auto-condicionante. A união do adesivo auto-condicionante foi significativamente mais eficiente na dentina que no esmalte e o sistema de condicionamento total simplificado foi significativamente mais eficiente em esmalte quando comparado ao sistema auto-condicionante.

Em seu estudo, Soares et al.(2007b), avaliaram o efeito do tratamento endodôntico e tempo de armazenamento na resistência flexural e resistência máxima à tração de espécimes de dentina radicular. Foram utilizadas raízes de incisivos bovinos que após terapia endodôntica e obturação do canal radicular com guta-percha e cimento à base de óxido de zinco e eugenol, foram seccionadas axialmente em duas metades, sendo uma utilizada para o teste de flexão e outra para o de tração. As metades referentes ao teste de microtração

foram seccionadas transversalmente em fatias que foram desgastadas com ponta diamantada, gerando ampulhetas com área de secção de aproximadamente 1 mm², que em seguida foram fixadas em dispositivo metálico para ensaio de microtração com auxílio de adesivo à base de cianoacrilato e testadas. Os resultados obtidos demonstraram que a resistência máxima à tração da dentina radicular foi alterada negativamente pelo tratamento endodôntico e potencializada pelo tempo de armazenamento.

Cekic-Nagas et al. (2008), compararam a resistência de união de uma resina composta à dentina por meio de dois testes mecânicos, o de micropush-out e o de microtração. Molares humanos foram utilizados em duas localizações, oclusal ou mesio-distal, gerando discos de dentina para o ensaio de micropush-out que posteriormente receberam preparos com ponta diamantada de formato cônico, foram tratados com sistema adesivo de condicionamento total de três passos para receber restaurações de resina composta e em seguida testados. Para o ensaio de microtração o esmalte oclusal dos dentes foi removido, a dentina foi tratada com o mesmo sistema adesivo anterior e restaurações de resina composta foram construídas. Posteriormente, os dentes foram seccionados em fatias que sofreram constrições, gerando espécimes com formato de ampulheta e área adesiva de aproximadamente 1 mm². Os espécimes foram fixados em dispositivo para ensaio de microtração (Microtensile Tester, Bisco) com auxílio de adesivo à base de cianoacrilato para serem testados. Não foram observadas falhas prematuras nos espécimes de micropush-out e a variação dos dados foi aceitável, sendo que as diferenças regionais na resistência de união dos espécimes também foram observadas. Para os espécimes de microtração falhas prematuras foram observadas devido ao processo de corte das fatias e desgaste das amostras para geração da geometria de ampulheta. A superfície oclusal dos dentes apresentou maiores valores de união que a superfície mesio-distal. Os autores concluíram que o teste de micropush-out pode ser utilizado como uma

alternativa ao ensaio de microtração na avaliação da resistência de união de restaurações adesivas aos tecidos dentais.

Soares et al. (2008a), examinaram o efeito da aplicação de clorexidina em diferentes tempos clínicos na resistência de união de restaurações indiretas de resina composta à dentina. Após remoção das raízes e do esmalte, incisivos bovinos tiveram sua superfície dentinária exposta tratada com um dos seguintes protocolos: clorexidina a 0,12% aplicada previamente ao condicionamento ácido, clorexidina a 2% aplicada previamente ao condicionamento ácido, condicionamento ácido seguido de aplicação de clorexidina a 0,12%, condicionamento ácido seguido de aplicação de clorexidina a 2%, condicionamento ácido conjunto a aplicação de clorexidina 2% ou apenas condicionamento ácido (controle). Em seguida, um sistema adesivo de condicionamento total de dois passos foi aplicado e restaurações indiretas de resina composta foram cimentadas com cimento resinoso de cura dual. Os dentes foram então seccionados em fatias que foram posteriormente desgastadas com ponta diamantada, gerando área adesiva de aproximadamente 1 mm², fixados em dispositivo metálico para microtração (Bencor Multi-T) com adesivo à base de cianoacrilato e testados. Não foi observada diferença estatística entre os grupos avaliados, demonstrando que a solução de clorexidina nas concentrações apresentadas (0,12 e 2%) não produziu efeitos negativos na resistência de união à dentina, independente se aplicada antes, conjuntamente ou após o condicionamento ácido do substrato. Os autores indicaram a aplicação da clorexidina após o condicionamento ácido das estruturas dentais com intuito de eliminar as bactérias presentes no preparo e inibir a ação das metaloproteínases para gerar união mais estável ao longo tempo.

Klein-Júnior et al. (2008), avaliaram o efeito de jato de ar, quente ou frio, na resistência de união de restaurações adesivas à dentina, padrão de nanoinfiltração, grau de conversão e taxas de evaporação de solvente de dois sistemas adesivos de condicionamento total e dois passos, sendo com solvente à

base de etanol e água (Single Bond, 3M-ESPE) e outro com solvente e base de acetona (Prime & Bond 2.1, Dentsply). Os sistemas foram aplicados na dentina de molares após tratamento com ácido fosfórico e em seguida jato de ar quente ou frio foi aplicado por 10 s previamente à fotoativação dos sistemas. Os dentes foram seccionados em palitos de seção quadrada com área adesiva de 0,8 mm², fixados com auxílio de adesivo à base de cianoacrilato a um dispositivo de microtração e testados. Dois espécimes de cada grupo foram tratados e o padrão de nanoinfiltração avaliado por microscopia eletrônica de varredura. Foi observado que maiores valores de resistência de união e melhor qualidade da camada híbrida (menor nanoinfiltração) foram obtidas aplicando-se um jato de ar quente para evaporação dos solventes dos adesivos, principalmente no sistema com solvente à base de etanol e água. Os autores atribuíram essa melhora a maior evaporação do solvente do que a um maior grau de conversão da camada adesiva.

Brackett et al.(2009), examinaram a degradação da camada híbrida em cavidades profundas restauradas com resina composta *in vivo*. Pré-molares agendados para extração por motivos ortodônticos foram preparados e as cavidades foram condicionadas com ácido fosfórico e tratadas com solução de clorexidina a 2% para o grupo experimental seguido da aplicação de um sistema adesivo de condicionamento total de dois passos com solvente à base de acetona. Para o grupo controle apenas o condicionamento ácido seguido da aplicação do sistema adesivo foi utilizado. Após extração, os dentes foram seccionados em fatias e avaliados em microscópio eletrônico de transmissão. Os dentes foram seccionados em palitos de seção quadrada, fixados em dispositivo de microtração com adesivo à base de cianoacrilato e testados. Foi observado que os espécimes do grupo que não recebeu aplicação de clorexidina apresentaram extensiva degradação da camada híbrida após 12 meses de função da restauração *in vivo* diferindo dos espécimes do grupo que recebeu clorexidina, que tiveram a degradação reduzida ou eliminada. Os valores de resistência de união dos dois

grupos não foram estatisticamente diferentes, demonstrando que a aplicação de clorexidina a 2% não influenciou a adesão dos espécimes.

Hiraishi et al. (2009), verificou o efeito do tratamento prévio com clorexidina na resistência de união de cimentos resinosos e nanoinfiltração da interface resina-dentina. Restaurações indiretas de resina composta foram cimentadas em dentes humanos em região de dentina exposta com diferentes tipos de cimentos resinosos e com ou sem tratamento com solução de clorexidina a 2% previamente à aplicação desses cimentos ou de seus sistemas adesivos. Os dentes restaurados foram então seccionados em palitos de seção quadrada e área adesiva de aproximadamente $0,81 \text{ mm}^2$, fixados em dispositivo metálico de microtração com adesivo à base de cianoacrilato. Observou-se que a resistência de união de um cimento resinoso de condicionamento total e cura dual foi significativamente maior que a dos cimentos auto-condicionantes ou auto-adesivos avaliados. A aplicação de clorexidina reduziu os valores de união e gerou nanoinfiltração pronunciada nos espécimes cimentados com os cimentos auto-condicionantes ou auto-adesivos. Dessa maneira, os autores concluíram que o pré-tratamento com clorexidina afetou a integridade da adesão à dentina de cimentos auto-condicionantes e auto-adesivos enquanto mostrou-se inerte na união do cimento de condicionamento total.

Zhou et al.(2009), investigaram se a incorporação de diferentes concentrações (0,05; 0,1; 0,5 e 1%) de clorexidina a 20% no primer de um sistema adesivo auto-condicionante de dois passos poderia preservar a resistência de união à dentina. Após remoção do esmalte oclusal de molares humanos os mesmos foram tratados com um dos grupos de adesivos auto-condicionantes de dois passos com diferentes concentrações de clorexidina incorporada em seu primer e posteriormente restaurados com resina composta. Os dentes foram armazenados por 24 h ou 12 meses, seccionados em fatias que foram desgastadas gerando espécimes com geometria de ampulheta com área adesiva de aproximadamente $0,6 \text{ mm}^2$ e em seguida fixados em dispositivo para

microtração com auxílio de adesivo à base de cianoacrilato para serem testados. Observou-se que o armazenamento por 12 meses provocou uma redução significativa nos valores de resistência de união dos grupos controle sem aplicação de clorexidina e quando a clorexidina foi incorporada ao primer do sistema adesivo esta preservou a união nas concentrações de 0,1, 0,5 e 1%. Os autores concluíram que quando incorporada ao primer de um sistema auto-condicionante de dois passos a clorexidina com concentração maior que 0,1% preservou a união adesiva por período de até um ano.

Chung et al. (2009), examinaram os efeitos da contaminação com saliva na resistência de união de cimentos resinosos à dentina. Restaurações indiretas de resina composta foram cimentadas com cimento resinoso de condicionamento total (RelyX ARC, 3M-ESPE) ou com cimento resinoso auto-condicionante (Panavia F 2.0, Kuraray) em molares humanos contaminados por saliva em diferentes tempos clínicos. Em seguida, os dentes foram seccionados em palitos de seção quadrada com área adesiva de aproximadamente $0,81 \text{ mm}^2$ e fixados em dispositivo de microtração com auxílio de adesivo à base de cianoacrilato para serem testados. Os autores observaram que a contaminação da superfície dentinária durante os procedimentos adesivos com saliva diminuiu a resistência de união dos dois tipos de cimentos avaliados à dentina. Para o cimento de condicionamento total, enxágüe da superfície dentinária com água mostrou-se efetivo em devolver os valores de resistência de união, enquanto o recondicionamento das estruturas dentais diminuiu os valores de união. Para o cimento auto-condicionante a descontaminação com água e reaplicação do primer após esse procedimento melhorou os valores de resistência de união. Concluiu-se que a descontaminação com água foi mais efetiva para o cimento de condicionamento total.

2.2. Parâmetros e variáveis do ensaio de microtração

Phrukkanon et al. (1998a), realizaram estudo que avaliou o efeito do tamanho da área de seção transversal de espécimes na resistência de união entre resina e dentina, idealizando espécimes de microtração com formato de ampulheta e seção cilíndrica e comparando-o com espécimes de cisalhamento também com seção cilíndrica. Diferentes sistemas adesivos foram empregados na confecção das restaurações e após serem seccionados ao meio, cada uma das metades dos dentes foi utilizada na confecção de espécimes de microtração ou de cisalhamento. Ambos os espécimes dos dois tipos de testes foram torneados com uma ponta diamantada e preparados com seções de 1,2, 1,4 a 2 mm. Os espécimes de cisalhamento foram apreendidos em dispositivo metálico de apreensão passiva sem utilização de adesivo à base de cianoacrilato e sofreram carregamento transversal ao seu longo eixo e os de microtração foram inseridos em dispositivo de apreensão passiva, sem utilização de adesivo à base de cianoacrilato e sofreram carregamento paralelo ao seu longo eixo. Os autores observaram clara correlação entre a resistência de união dos espécimes e sua área adesiva, sendo que todos os grupos apresentaram um comportamento inverso entre esses fatores, possivelmente devido a menor incorporação de falhas no corpo de prova, confirmando os resultados obtidos por Sano et al. (1994b). Além disso, foi observado que o teste de microtração oferece resultados de união superiores ao do teste de cisalhamento e que o espécime com seção circular direciona a força de tração para a região de interesse, distribuindo a força de maneira nivelada no centro da interface adesiva.

Em estudo subsequente, Phrukkanon et al. (1998b), supuseram que o formato de espécime de microtração com seção retangular poderia levar a distribuição não-uniforme na interface adesiva e que o método de elementos finitos ainda não havia sido utilizado para análise desses fatores. Seguindo os resultados obtidos em seu estudo prévio, foi avaliada a influência do formato e do tamanho da área de seção transversal no ensaio de microtração. Foram utilizados

ensaios laboratoriais e simulações em modelos tridimensionais dos espécimes no método de elementos finitos. Diferentes sistemas adesivos foram empregados na confecção das restaurações e após serem seccionados ao meio, cada uma das metades dos dentes foi utilizada na confecção de espécimes de microtração com seção retangular (ampulheta) ou seção cilíndrica (halteres), sendo que ambos os espécimes foram torneados com ponta diamantada. Os espécimes foram inseridos em dispositivo de apreensão passiva, sem utilização de adesivo à base de cianoacrilato e sofreram carregamento paralelo ao seu longo eixo. Os modelos 3D para elementos finitos foram criados de acordo com o tamanho e formato dos espécimes utilizados e a força de tração foi aplicada na área de constrição dos mesmos. Os autores não verificaram diferenças significantes na resistência de união entre espécimes de seção retangular ou cilíndrica para um mesmo tipo de adesivo, porém a resistência de união dos espécimes com menores áreas adesivas foi maior que a dos espécimes com maiores áreas adesivas. Na análise por elementos finitos foi verificado acúmulo de tensões na periferia dos espécimes com seção cilíndrica e nos ângulos da borda dos espécimes de seção retangular, porém os espécimes de seção cilíndrica distribuíram as tensões de forma mais homogênea na camada adesiva. Dessa maneira os autores recomendaram a utilização de espécimes de seção cilíndrica com $1,5 \text{ mm}^2$ para ensaios de resistência de união.

Shono et al.(1999), descreveram novo tipo de técnica para obtenção de espécimes para serem empregados no ensaio de microtração. Os autores descreveram o dente como sendo uma matriz que oferece a possibilidade de obtenção de vários espécimes para verificação da resistência de união em diferentes regiões dentro de um mesmo substrato. Para isso, os dentes tiveram a porção de esmalte oclusal removida e após ter sido lixado os sistemas adesivos avaliados foram aplicados e as restaurações de resina composta foram construídas. Em seguida, os dentes restaurados foram divididos em matriz de palitos de seção quadrada de aproximadamente $1 \times 1 \times 8 \text{ mm}$, gerando de 20 a

30 espécimes por dente. Também foram feitos palitos unidos com resina composta nas duas extremidades para verificar a sensibilidade da técnica. Posteriormente, esses espécimes foram fixados em dispositivo metálico com parte superior móvel (Bencor Multi-T) por meio de adesivo à base de cianoacrilato e posteriormente testados individualmente com carregamento uniaxial paralelo ao seu longo eixo. Essa modificação na técnica do ensaio de microtração foi feita com intuito de determinar a uniformidade da resistência de união na superfície oclusal dos dentes utilizados e avaliando os resultados obtidos, os autores concluíram que é possível a verificação de diferenças regionais na resistência de união de um mesmo dente, indicando que essa união pode não ser tão homogênea. Os espécimes com resina composta nas duas extremidades apresentaram variação regional muito reduzida da resistência de união, comprovando a viabilidade da técnica para o ensaio de microtração.

Hashimoto et al. (2000), avaliaram em seu estudo a correlação entre a espessura da camada híbrida e a resistência de união de espécimes de microtração condicionados com ácido fosfórico por períodos variados de tempo (15, 60, 120 e 180 s). Após os procedimentos adesivos e construção da restauração, os dentes foram seccionados, a espessura da camada híbrida de cada grupo foi verificada por meio de microscopia eletrônica de varredura e em seguida os espécimes foram desgastados na região adesiva de forma a se obter o formato de ampulheta. Os espécimes foram fixados com adesivo à base de cianoacrilato em um dispositivo metálico e receberam carregamento uniaxial. Foi observado que a resistência de união diminuiu com o aumento no tempo de condicionamento ácido, indicando que zonas de dentina desmineralizada e não-impregnada pelo adesivo dental promoveram a queda na resistência de união. A impregnação total da região desmineralizada de dentina beneficiou a resistência de união dos espécimes avaliados.

Zheng et al.(2001), também avaliaram o efeito da espessura da camada adesiva de dois adesivos na resistência de união de espécimes de microtração,

sendo um de condicionamento total e passos simplificados (Single Bond, 3M-ESPE) e outro auto-condicionante de dois passos (Liner Bond 2V, Kuraray). Após remover o esmalte oclusal dos dentes, fitas de vinil com orifício de 6 mm foram utilizadas para demarcação da área adesiva, sendo que a espessura da camada adesiva foi definida pela quantidade de fitas sobrepostas e os dentes foram submetidos aos procedimentos adesivos de cada um dos sistemas utilizados e posteriormente restaurados com resina composta. Os dentes foram seccionados em fatias de 0,7 mm e as mesmas foram desgastadas na região adesiva com ponta diamantada gerando espécimes em formato de ampulheta. A espessura da camada adesiva de cada grupo foi verificada em um microscópio óptico e os espécimes foram fixados em dispositivo de teste (Bencor Multi-T) com adesivo à base de cianoacrilato e testados sob tração uniaxial. Foi verificado decréscimo na resistência de união do sistema de condicionamento total com o aumento da espessura da camada adesiva e no sistema auto-condicionante o padrão de comportamento foi inverso, apresentando maiores valores de resistência de união com o aumento da espessura da camada adesiva. Com espessura de camada adesiva maior que 25 µm o sistema de condicionamento total apresentou maior porosidade e separação de fase do adesivo, o que pode estar relacionado com o conteúdo do solvente à base de etanol e água do mesmo. Além disso, os autores demonstraram que o desalinhamento dos espécimes em relação ao dispositivo de teste e à força de tração uniaxial aplicada pode ser extremamente prejudicial, gerando distribuição não-uniforme de tensões na camada adesiva durante o ensaio.

Armstrong et al. (2001), investigaram a influência do armazenamento dos espécimes em água e do fator cavitário (C) na resistência de união de um compósito à dentina utilizando sistema adesivo com carga e outro sem carga. Preparos planos ou com caixas em dentina oclusal foram tratados com um dos dois sistemas adesivos avaliados e restaurados. Os autores propuseram uma nova abordagem para obtenção dos espécimes, incluindo os dentes restaurados

em blocos de gesso para serem posteriormente seccionados em palitos quadrados de aproximadamente 1,5 X 1,5 mm, que em seguida foram fixados em equipamento customizado de preparo controlado por computador (Microspecimen former) para serem torneados, gerando espécimes com geometria de haltere de seção cilíndrica, com área adesiva de aproximadamente 0,5 mm². Após armazenamento dos espécimes em período de 30 e 150 dias, os mesmos foram fixados em dispositivo de microtração com auxílio de adesivo à base de cianoacrilato e testados. Os autores observaram maiores valores de resistência de união para o adesivo com carga e para os grupos armazenados no período de 30 dias. Foi concluído que a durabilidade da junção adesiva é ameaçada pela hidrólise e que a união em cavidades com baixo fator cavitário foi mais durável por permitir forramento flexível do adesivo.

Em seu estudo, Perdigão et al. (2002), avaliaram a influência da umidade residual da dentina na resistência de união de três tipos de adesivos de condicionamento total e de passos simplificados à este tecido. Cada um dos adesivos utilizados possuía diferentes solventes em sua composição, como etanol, acetona e etanol e água. Pré-molares que tinham indicação de extração por motivos ortodônticos foram preparados com cada um dos sistemas adesivos e restaurados com resina composta *in vivo* e após extração foram seccionados em palitos de seção quadrada com aproximadamente 0,7 mm² de área. Posteriormente, foi empregado um dispositivo metálico para microtração com fenda de 90° no centro das duas partes móveis alinhada com a direção da força uniaxial de tração (dispositivo de Geraldini), permitindo desta forma, o correto posicionamento (auto-alinhamento) dos espécimes e uma melhor aplicação da força sobre os mesmos durante o ensaio. Para estabilização dos espécimes neste dispositivo foi utilizado adesivo à base de cianoacrilato e os mesmos foram então testados. Foi observado pelos autores que a resistência de união dos adesivos avaliados à dentina não foi alterada quando se secou a dentina com um jato de ar durante 5 segundos em relação à dentina deixada úmida e relatado que o grau de

umidade residual da dentina após remoção do gel condicionador pode não ser tão relevante.

Armstrong et al.(2003), avaliaram em seu estudo a resistência de união de sistemas adesivos dentais com diferentes protocolos de aplicação à dentina com espécimes armazenados por até 15 meses. Os dentes tiveram suas raízes incluídas em blocos de gesso odontológico, posteriormente o esmalte oclusal removido e os mesmos foram divididos em grupos e submetidos ao tratamento adesivos com sistemas de condicionamento total e 3 passos, condicionamento total e 2 passos, auto-condicionante de 2 passos e auto-condicionante de 1 passo. Em seguida, restaurações de resina composta foram construídas e os dentes seccionados em palitos de 2 x 2 mm que foram então torneados com ponta diamantada montada em dispositivo computadorizado (Microspecimen Former) para geração de espécimes com seção cilíndrica na região adesiva de aproximadamente 0,54 mm². Os espécimes foram então armazenados em água destilada por 1, 6 e 15 meses previamente aos testes. Para o ensaio de microtração os autores fixaram os espécimes dos grupos de 1 e 6 meses em um dispositivo metálico utilizando adesivo à base de cianoacrilato. Já os espécimes dos grupos de 15 meses foram testados em novo dispositivo que realizava apreensão passiva dos mesmos (dispositivo de Dircks), sendo que a resistência de união de espécimes testados nesse dispositivo é comparável a dos testados nos dispositivos que utilizam adesivos instantâneos para apreensão dos espécimes. Foi observado que o adesivo auto-condicionante de 1 passo falhou em produzir uma adesão efetiva já que quase todos os espécimes desse grupo falharam prematuramente ao teste e que os sistemas que não possuem solvente em sua camada adesiva final apresentaram melhores resultados de resistência de união até 6 meses, entretanto no período de 15 meses os sistemas apresentaram valores de união reduzidos sem diferenças significativa entre eles, suportando a possibilidade de degradação hidrolítica da camada adesiva.

Meira et al. (2004), desenvolveram estudo avaliando o fator concentrador de tensões (Fator K_t) em espécimes de microtração com formato de ampulheta feitos de material uniforme, utilizando para isso simulações numéricas tridimensionais pelo método de elementos finitos. Foram simuladas variáveis que podem ocorrer no ensaio de microtração como a fixação do espécime no dispositivo (1 ou 2 lados), a altura da fixação do espécime no dispositivo (1 ou 2,75 mm), a largura do espécime (1,5, 2, 3, 4 ou 5 mm) e o raio da curvatura da constricção na região adesiva (0,2, 0,5, 0,7 ou 1 mm), sendo que a seção transversal foi mantida com tamanho constante de 1 mm². Após a análise de todos os modelos, o fator concentrador de tensões (K_t) de cada um foi obtido relacionando a tensão máxima de tração obtida no modelo pela tração nominal aplicada na menor seção do mesmo. Quanto maior os valores deste fator, maiores serão as diferenças entre a tensão máxima de tração e da tração nominal e conseqüentemente maior será a probabilidade do espécime falhar sobre baixa tração nominal. Por meio dos resultados observados, os autores concluíram que variações na geometria do espécime e no modo de aplicação de carga podem ser em parte responsáveis pelos valores discrepantes de resistência de união observados na literatura para um mesmo sistema adesivo e os parâmetros geométricos dos espécimes avaliados devem ser definidos estritamente para reduzir a variabilidade do teste. Além disso, a fixação do espécime em dois lados é uma maneira simples de reduzir a concentração de tensões e variações no fator K_t induzidas pela geometria do mesmo.

Reis et al.(2004a), investigaram a influência da velocidade do ensaio de microtração na resistência de união de dois sistemas adesivos à dentina humana. Após terem seu esmalte oclusal removido os dentes de cada grupo foram tratados com os respectivos sistemas adesivos, um de condicionamento total e passos simplificados (Single Bond, 3M-ESPE) e outro auto-condicionante de dois passos (Clearfil Se Bond, Kuraray) e em seguida restaurações de resina composta foram construídas. Os dentes foram então seccionados em palitos de seção quadrada

com seção transversal de aproximadamente $0,8 \text{ mm}^2$ que foram fixados em dispositivo metálico modificado com adesivo à base de cianoacrilato e testados nas velocidades de 0,1, 0,5, 1,0, 2,0 e 4,0 mm/min. Foi observado que a velocidade aplicada nos espécimes durante o ensaio de microtração não influenciou diretamente a resistência de união dos mesmos, independente do tipo de adesivo utilizado. Porém os autores observaram diferenças significantes entre a resistência de união dos sistemas adesivos utilizados, sendo que os espécimes tratados com o adesivo de condicionamento total apresentaram melhores resultados.

El Zohairy et al. (2004), avaliaram a influência da fixação e da dimensão dos espécimes na resistência máxima dos mesmos à microtração por meio de ensaios laboratoriais e simulações numéricas pelo método de elementos finitos. Blocos de resina composta foram seccionados em fatias de 1 mm de espessura, com três diferentes larguras, 1, 2 e 3 mm e altura de 10 mm que foram fixadas em dispositivo metálico preconizado pelos autores com adesivo dental (Clearfil SE Bond, Kuraray). As amostras foram fixadas no dispositivo de duas maneiras, com a face de 1 mm de largura em contato com o dispositivo ou com a face de 1, 2 e 3 mm de largura de acordo com cada grupo em contato com o dispositivo. Os modelos tridimensionais de elementos finitos foram criados de acordo com as diferentes dimensões dos espécimes e a restrição de deslocamento foi feita de acordo com a fixação de cada grupo, deixando 2 mm livres na área adesiva de todos os modelos. Com os resultados obtidos os autores concluíram que a resistência de união dos espécimes está diretamente relacionada com aplicação da força de tração paralelamente ao longo eixo dos mesmos, para se obter maior homogeneidade na distribuição das tensões. A fixação dos espécimes pelo lado mais largo não influenciou a resistência de união comparada com a dos espécimes mais finos. Quando os espécimes mais largos foram fixados em seu lado mais fino, houve decréscimo na resistência de união dos mesmos quando comparados aos espécimes de menor seção transversal. Além disso, foi

demonstrado que o relacionamento inverso entre a resistência de união e a secção transversal observado previamente pode ter sido causado pelo carregamento lateral dos espécimes.

Loguercio et al. (2005), verificaram o quanto a dimensão do espécime (dente ou palitos) armazenados previamente ao ensaio de microtração e suas variações regionais afetariam a resistência de união de um compósito à dentina. Após remover o esmalte oclusal de terceiros molares humanos, um dos dois adesivos de condicionamento total (Single Bond, 3M-ESPE ou One-Step, Bisco) foi utilizado no tratamento da superfície dentinária exposta e restaurações de resina composta foram construídas. Após 24 h dentes foram divididos em três grupos: secção e teste imediato dos palitos, armazenamento dos dentes por 6 meses em água, seguido de secção e teste dos palitos, secção dos dentes e armazenamento dos palitos por 6 meses em água seguido do teste. Os espécimes receberam marcação para discriminação entre espécimes do centro e da periferia do dente. Para o ensaio de microtração os autores utilizaram dispositivo metálico com sulco de auto-alinhamento (dispositivo de Geraldeli) e estabilizaram os espécimes com auxílio de adesivo à base de cianoacrilato. Para o adesivo Single Bond foram observadas diferenças significantes entre os grupos testados imediatamente e os grupos testados após armazenamento. Para o adesivo One-Step, o grupo que foi armazenado após secção dos palitos apresentou menores valores de união que o grupo armazenado antes da secção dos dentes, que por sua vez apresentou menores valores que o grupo testado imediatamente após a secção dos dentes. Observaram-se menores valores de união para os espécimes periféricos do grupo que foi armazenado por 6 meses e depois seccionado. Os autores concluíram que o decréscimo na resistência de união é dependente do tamanho dos espécimes (dente ou palitos) e que após armazenamento os espécimes retirados da periferia do dente apresentam menores valores de união, possivelmente devido à degradação da camada híbrida pela atividade hidrolítica.

Silva et al. (2006), investigaram a hipótese de que haveria redução na resistência de união e aumento nos níveis de tensão em espécimes preparados com a junção adesiva variando diferentes ângulos em relação a interface perpendicular usual por meio de ensaios laboratoriais e simulações numéricas utilizando o método de elementos finitos. Para isso, terceiros molares tiveram seu esmalte oclusal removido e cada grupo foi tratado com um dos dois sistemas adesivos, sendo um de condicionamento total e passos simplificados (Single Bond, 3M-ESPE) e outro auto-condicionante de dois passos (Clearfil SE Bond, Kuraray). Posteriormente restaurações de resina composta foram construídas e os dentes foram seccionados em palitos de seção quadrada de aproximadamente 1 mm² com angulações de 10, 20 e 30 graus em relação à interface adesiva, além do grupo controle, que foi seccionado paralelamente a esta interface. Em seguida, os espécimes foram fixados a um dispositivo metálico de microtração (Bencor Multi-T) com adesivo à base de cianoacrilato com a superfície angulada dos mesmos estando em contato com o aparato de teste para serem então testados. Os modelos de elementos finitos tridimensionais foram definidos de acordo com as especificações de cada um dos quatro grupos e as condições de contorno simularam as condições empregadas no ensaio de microtração, deixando 1,5 mm livres na região adesiva do modelo. Foi observado que a variação da angulação da camada adesiva produziu valores de resistência de união significativamente diferentes no adesivo de condicionamento total em relação ao grupo controle, sendo que para o adesivo auto-condicionante apenas o grupo com angulação de 30° foi significativamente diferente dos demais. Os resultados da análise por elementos finitos revelaram que as tensões máximas principais se localizaram na margem da interface adesiva mais próxima do dispositivo de testes e que existe tendência para decréscimo nas tensões máximas principais quando a angulação da interface é aumentada. Além disso, notou-se um aumento nas tensões máximas principais com o aumento da espessura da camada adesiva.

Betamar et al.(2007b), examinaram a sensibilidade do ensaio de microtração a alterações no design dos espécimes utilizando três sistemas adesivos diferentes por meio de testes laboratoriais e simulações numéricas pelo método de elementos finitos. Após remoção do esmalte vestibular de incisivos bovinos, cada grupo foi tratado com um dos sistemas adesivos avaliados, sendo um sistema de condicionamento total e três passos (Scotchbond Multiuso, 3M-ESPE), um sistema de condicionamento total e dois passos (Scotchbond 1XT ou Single Bond, 3M-ESPE) e um sistema auto-condicionante de um passo (Prompt L-Pop, 3M-ESPE) e posteriormente restaurações de resina composta foram construídas. Os dentes foram seccionados em fatias e em seguida as três geometrias avaliadas foram obtidas, palito de seção quadrada, haltere de seção retangular e ampulheta de seção retangular. Os espécimes foram então fixados em dispositivo metálico de teste com resina composta laboratorial (Solidex C&B, Shofu) e testados. Modelos de elementos finitos tridimensionais foram obtidos de acordo com a geometria dos três tipos de espécimes avaliados e as condições de contorno empregadas simularam as condições empregadas no ensaio, com restrições de movimento na parte inferior do espécime e força de tração na parte superior. Os autores não observaram diferenças significantes nos resultados de resistência de união para os três espécimes, entretanto observaram-se maiores valores de união para os espécimes tratados com o sistema adesivo de condicionamento total e três passos. Na análise por elementos finitos diferenças foram observadas entre as três geometrias avaliadas, sendo que o palito de seção quadrada e o haltere de seção retangular apresentaram comportamento muito similar diferindo da ampulheta que apresentou padrão de distribuição de tensões menos uniforme no espécime, com acúmulo de tensões nas bordas. Dessa forma, os autores indicaram a utilização de palitos de seção quadrada para utilização em ensaios de microtração pela maior praticidade e pelos resultados similares às outras geometrias que estes apresentam.

Em estudo subsequente, Betamar et al. (2007a), avaliaram o efeito das variações na geometria do espécime de ampulheta na resistência de união de um sistema adesivo à dentina por meio de ensaios laboratoriais e simulações numéricas pelo método de elementos finitos. O esmalte oclusal dos terceiros molares humanos foi removido e os dentes foram tratados com um sistema adesivo de condicionamento total e três passos (Scotchbond Multiuso, 3M-ESPE), recebendo restaurações em resina composta posteriormente. Em seguida, os dentes foram seccionados em fatias de 0,9 mm de espessura, que foram desgastadas nas formas geométricas dos três grupos experimentais, ampulheta com constrição circular, ampulheta com constrição parabólica e ampulheta com constrição angulada, sendo então fixadas em dispositivo metálico com resina composta laboratorial para o ensaio (Solidex C&B, Shofu). Modelos de elementos finitos tridimensionais foram obtidos de acordo com a geometria dos três tipos de espécimes avaliados e as condições de contorno simularam as condições do ensaio, com restrições de movimento na parte inferior e força de tração na parte superior do espécime. Os autores observaram redução significativa nos valores de resistência de união para os espécimes de ampulheta com constrição parabólica e constrição angulada em relação aos espécimes com constrição circular. Os resultados da análise de elementos finitos demonstraram que a distribuição de tensões nos espécimes foi altamente dependente da geometria dos mesmos, com diferenças na distribuição de tensões nas três geometrias de ampulhetas avaliadas, incluindo grandes concentrações de tensões nas bordas da camada adesiva dos espécimes com constrição parabólica ou angulada. Com isso, os autores concluíram que as diferentes geometrias empregadas para os espécimes de ampulhetas podem influenciar diretamente os resultados de resistência de união.

Sattabanasuk et al. (2007), investigaram a resistência de união de dois sistemas adesivos à dentina humana preparada com seis diferentes métodos de preparo. Terceiros molares humanos tiveram o esmalte removido e foram

desgastados até se chegar à dentina coronária média com os seguintes métodos de desgaste: lixa de carbeto de silício (SiC) de granulação 120, lixa SiC de granulação 400, lixa SiC de granulação 1200, ponta diamantada de granulação média, ponta diamantada de granulação fina e broca carbide. Posteriormente os dentes de cada grupo foram tratados com um dos sistemas adesivos avaliados, sendo um de condicionamento total e três passos (Optibond FL, Kerr) e outro auto-condicionante de dois passos (Clearfil SE Bond, Kuraray) e restaurações de resina composta foram construídas. Os dentes foram seccionados gerando palitos com dimensões de 2 x 2 mm que foram então torneados com ponta diamantada montada em dispositivo computadorizado para geração de espécimes (CNC Specimen Former), gerando espécimes com seção cilíndrica na região adesiva de aproximadamente 0,52 mm². Os espécimes foram posicionados em dispositivo de apreensão passiva sem a necessidade de utilização de adesivo à base de cianoacrilato (dispositivo de Dircks) e testados em máquina de ensaio. Foi concluído que o método de preparo da dentina afeta as características da *smear layer* e a topografia da superfície dentinária, conseqüentemente afetando a resistência de união entre a resina composta e a dentina. Segundo os autores a densidade da *smear layer*, mais que a espessura, pode comprometer a eficácia dos adesivos, especialmente nos sistemas auto-condicionantes. A padronização do preparo da superfície dentinária com pontas diamantadas de granulação fina pareceu ser o mais adequado.

Poitevin et al.(2007), investigaram quanto o modo de fixação dos espécimes nos dispositivos de teste influencia a resistência de união de sistemas adesivos à dentina. Terceiros molares humanos foram incluídos em blocos de gesso, tiveram seu esmalte coronal removido, foram tratados com um dos seguintes sistemas, adesivo de condicionamento total e três passos (Optibond FL, Kerr), adesivo de condicionamento total e dois passos (Scotchbond 1XT, 3M-ESPE) ou adesivo auto-condicionante de dois passos (One Coat SE Bond, Coltene Whaledent) e posteriormente restaurados com resina composta. Os dentes foram

seccionados em palitos retangulares de 1,85 X 1,85 mm que foram então torneados com ponta diamantada montada em dispositivo computadorizado para geração de espécimes (Microspecimen Former), gerando espécimes com seção cilíndrica na região adesiva de aproximadamente 1 mm². Posteriormente os espécimes de cada grupo foram fixados com adesivo à base de cianoacrilato a um dos três tipos de dispositivos avaliados, dispositivo de Ciucchi, dispositivo de Ciucchi modificado com sulco central e dispositivo “top-bottom” e testados. Os autores observaram com os resultados obtidos que os espécimes testados no dispositivo com sulco central que permite auto-alinhamento das amostras previamente ao teste apresentaram valores de resistência de união maiores que os dos espécimes testados nos dispositivos plano (Ciucchi) ou com design top-bottom. Entretanto o dispositivo com design top-bottom apresentou menores valores de desvio padrão e de coeficiente de variação, além de maior número de falhas adesivas, demonstrando que neste dispositivo a força de tração se concentra de forma perpendicular à interface adesiva e paralela ao longo-eixo do espécime.

Em estudo subsequente, Poitevin et al. (2008), realizaram análise da influência de diferentes parâmetros do ensaio de microtração na resistência de união de adesivos à dentina. Os dentes foram incluídos em blocos de gesso e tiveram o esmalte coronal removido e em seguida foram tratados com um dos sistemas, adesivo de condicionamento total e três passos (Optibond FL, Kerr), adesivo de condicionamento total e dois passos (Scotchbond 1XT, 3M-ESPE) ou adesivo auto-condicionante de dois passos (Clearfil SE Bond, Kuraray) e posteriormente restaurados com resina composta. Metade dos dentes foi seccionada em palitos retangulares de 1,85 X 1,85 mm que foram torneados, gerando espécimes com seção cilíndrica na região adesiva de aproximadamente 1 mm² e a outra metade dos dentes foi seccionada em palitos de seção quadrada com diferentes áreas adesivas de aproximadamente 0,42, 0,72 e 1 mm². Posteriormente os espécimes foram fixados com adesivo à base de cianoacrilato a

um dos três tipos de dispositivos avaliados, dispositivo de Ciucchi, dispositivo de Ciucchi modificado com sulco central e dispositivo “top-bottom” e na execução do ensaio de microtração foram aplicadas as velocidades de 0,01, 0,1 e 1 mm/min. Foi observado que os espécimes testados no dispositivo com sulco central apresentaram maiores valores de resistência de união e que o coeficiente de variação foi menor nos espécimes testados no dispositivo top-bottom. Apesar do menor coeficiente de variação apresentado pelos espécimes de seção cilíndrica, os espécimes de seção quadrada apresentaram maiores valores de resistência de união. Espécimes com menor área adesiva apresentaram maiores valores de resistência de união, porém foram notadas muitas falhas na cola de cianoacrilato durante os testes. O procedimento de colagem dos espécimes e a velocidade de execução dos ensaios de microtração não influenciaram significativamente os resultados. Os autores concluíram que como vários parâmetros afetaram os resultados de resistência de união, muita atenção deve ser dada para as variáveis no que diz respeito à confiança e reprodutibilidade do teste de microtração.

Gassemieh (2008), avaliou parâmetros que são fontes de incerteza no ensaio de microtração de sistemas adesivos dentais em diferentes geometrias de espécimes por meio de previsões numéricas realizadas pelo método de elementos finitos e testes laboratoriais. Modelos tridimensionais de elementos finitos foram obtidos simulando as geometrias de espécimes de microtração mais comumente utilizadas, ampolheta com seção retangular, palito com seção quadrada e haltere com seção cilíndrica. Fatores como espessura da camada adesiva, interface adesiva irregular, desalinhamento do espécime em relação à força de tração e falhas induzidas durante a fabricação dos espécimes foram avaliados. Ensaio laboratoriais de microtração foram realizados para comparação dos valores de resistência de união obtidos com os resultados apresentados pelo método numérico. A autora observou que os valores de resistência de união e o desvio padrão de cada uma das geometrias dos espécimes mensurados no teste de microtração confirmaram os achados da análise por elementos finitos. Os

espécimes de ampolheta apresentaram menores valores de resistência de união quando comparados aos espécimes de palito e haltere. Não foram encontradas diferenças significativas entre os valores de união dos espécimes de palito e haltere. Observou-se acúmulo de tensões no meio da interface adesiva do espécime de palito e na periferia e no centro da região adesiva dos espécimes de haltere. Os dois espécimes apresentaram distribuição mais homogênea das tensões que o espécime de ampolheta que mostrou acúmulo de tensões nas bordas da camada adesiva, sendo esperadas falhas com menores tensões para esta última geometria. As falhas induzidas na manufatura dos espécimes e o desalinhamento dos mesmos em relação à força de tração aplicada influenciaram significativamente os valores de resistência de união, e foram caracterizados como os fatores que mais afetaram a distribuição de tensões depois da geometria dos modelos. Os resultados ajudam a explicar as razões para a larga discrepância dos resultados relatados em vários estudos e demonstram a necessidade da padronização da metodologia utilizada nos ensaios de microtração.

Coelho et al. (2008), examinaram a hipótese de que os valores de resistência de união de compósitos à dentina são inversamente proporcionais a espessura da camada adesiva por meio de ensaios mecânicos laboratoriais e simulações numéricas empregando o método de elementos finitos. Os dentes selecionados tiveram seu esmalte oclusal removido, foram tratados com um dos sistemas adesivos avaliados, sendo um sistema de condicionamento total e dois passos (Single Bond, 3M-ESPE) e um sistema auto-condicionante de dois passos (Clearfil SE Bond, Kuraray), variando a espessura da camada adesiva em cada um dos grupos com aplicação de uma camada de uma (40 μm), duas (40-80 μm) ou três (80-120 μm) camadas de um dos sistemas. Posteriormente restaurações em resina composta foram construídas, os dentes foram seccionados em palitos de seção quadrada com área adesiva de aproximadamente 0,85 mm² e em seguida foram fixados em dispositivo metálico de microtração (Bencor Multi-T) e testados. Foram obtidos modelos tridimensionais de elementos finitos simulando

as dimensões dos espécimes e da camada adesiva de cada grupo, sendo que as condições de contorno simularam as condições empregadas no ensaio mecânico, com área livre de 1,5 mm na região adesiva. Os valores de resistência de união mais altos para o adesivo de condicionamento total foram observados no grupo com camada adesiva mais fina (0-40 μm) e para o adesivo auto-condicionante não foram encontradas diferenças significantes entre os grupos avaliados. Na análise de elementos finitos observou-se aumento nas tensões máximas principais conjunto com o aumento na espessura da camada adesiva dos modelos, com maior acúmulo de tensões na região posterior da camada adesiva do espécime, mais próxima do dispositivo de teste.

Soares et al.(2008c), avaliaram a influência do modo de fixação e da geometria de espécimes de microtração na distribuição de tensões dos mesmos por meio de simulações numéricas utilizando o método de elementos finitos. Como os valores de resistência de união são altamente influenciados por esses dois parâmetros, os autores supuseram que a distribuição de tensões no interior do espécime e conseqüentemente da camada adesiva também seria influenciada. Modelos de elementos finitos tridimensionais foram obtidos simulando as dimensões das geometrias de espécimes mais comumente utilizadas nos ensaios de microtração, ampolheta de seção retangular, palito de seção quadrada e haltere de seção cilíndrica simulando a união entre uma cerâmica reforçada por dissilicato de lítio e dentina aderidas por um cimento resinoso. Após geração da malha de cada um dos modelos as condições de contorno foram impostas, simulando a fixação dos modelos por um dos modos: pela face posterior em contato direto com o dispositivo de testes, pelas faces posterior, lateral e superior ou fixação em toda a superfície do espécime. Os autores observaram pelos resultados obtidos que o modelo do espécime de palito de seção quadrada apresentou distribuição de tensões homogênea na camada adesiva, diferentemente do modelo de ampolheta que concentrou tensões nas bordas laterais da interface adesiva. O modelo de haltere apresentou distribuição de

tensões mais homogênea que os outros dois modelos. O modo de fixação influenciou fortemente a distribuição de tensões nos modelos avaliados, sendo que quando os espécimes foram fixados apenas na região posterior, observou-se concentração de tensões nessa região. Com o aumento do número de superfícies fixadas no dispositivo de testes foi observado melhora na distribuição de tensões na interface adesiva, com resultados mais homogêneos e regulares para os modelos que tiveram todas as superfícies fixadas.

Valandro et al. (2008), examinaram o efeito da área de seção transversal na resistência de união de um cimento resinoso a uma cerâmica por meio de ensaios laboratoriais. Blocos de cerâmica feldspática foram condicionados com ácido hidrófluídrico a 10% por 1 minuto, lavados, silanizados e o cimento resinoso foi aplicado na superfície tratada seguido do posicionamento de blocos de cimentos pré-polimerizados. Os blocos foram seccionados em palitos de seção quadrada com áreas adesivas de 0,5, 1 e 2 mm² que foram fixados na base metálica de um dispositivo para microtração com adesivo à base de cianoacrilato para em seguida serem testados. Os resultados obtidos foram significativamente afetados pela área adesiva, com os maiores valores de resistência de união para o grupo com menor área adesiva, seguido pelo grupo intermediário e por último pelo grupo com maior interface adesiva. Porém um maior número de falhas prematuras foi observado no grupo com menor área adesiva. Os autores observaram um relacionamento inverso entre a área adesiva e os valores de resistência de união da cerâmica com o cimento resinoso.

Soares et al. (2008b), examinaram a distribuição de tensões e a resistência de união de pinos pré-fabricados de fibra de vidro à dentina intraradicular utilizando duas metodologias, o ensaio de micropush-out e o de microtração. Após tratamento endodôntico e cimentação adesiva dos pinos nos dentes esses foram seccionados em fatias que foram designadas para os testes de micropush-out e microtração. As fatias do teste de microtração foram desgastadas com ponta diamantada gerando espécimes com formato de

ampulheta e de palito de seção quadrada. Durante o preparo desses espécimes foi observada a falha de 4/50 ampulhetas e de 46/50 palitos, o que inviabilizou o ensaio mecânico do segundo grupo. Modelos de elementos finitos foram gerados de acordo com a geometria de cada um dos espécimes avaliados e a distribuição de tensões foi verificada. Os espécimes de microtração (ampulhetas) apresentaram resistência de união ligeiramente maior que dos espécimes de micropush-out. Porém o teste de micropush-out apresentou menor variabilidade nos ensaios mecânicos e na análise por elementos finitos observou-se distribuição de tensões mais homogênea neste grupo. Dessa forma, os autores recomendaram a utilização do ensaio de micropush-out para avaliação da resistência de união de pinos pré-fabricados de fibra à dentina radicular.

Neves et al. (2008), avaliaram a influência da geometria da constrição e da interface adesiva na distribuição e concentração de tensões em espécimes de microtração por meio do fator concentrador de tensões (Fator K_t) em simulações numéricas pelo método de elementos finitos. Modelos axissimétricos foram gerados considerando um material homogêneo com diferentes constrições para palitos: palito de seção quadrada regular, ampulheta de seção retangular, haltere de seção cilíndrica e ampulheta modificada, além da geração de um modelo bimaternal simulando uma junção adesiva. Foi realizada uma análise linear e elástica e no pós-processamento o fator K_t foi obtido na menor seção transversal de cada espécime. Foi observada uma distribuição de tensões não-uniforme nos espécimes de ampulheta e ampulheta modificada localizada na região de constrição, sendo que os valores de tensões máximas nas bordas foram até 3 vezes maiores que os encontrados no centro do espécime. Os espécimes de palito e haltere apresentaram distribuição uniforme das tensões ao longo de toda seção transversal. No espécime de palito bi-material uma área de concentração de tensões foi detectada na junção adesiva próxima da borda do espécime. Os autores concluíram que os espécimes de palito e haltere são beneficiados por sua geometria no teste de microtração, mas que as propriedades mecânicas não-

similares de espécimes com diferentes materiais vão produzir concentração e distribuição não-uniforme de tensões, mesmo que num menor grau.

Santana et al.(2008), investigaram a influência do método e período de armazenamento na resistência de união de restaurações de resina composta à dentina bovina. Os dentes foram armazenados em três diferentes soluções, timol a 0,2%, formalina a 10% e azida sódica a 0,2% durante três períodos, 7 dias, 30 dias e 6 meses. Após remoção das raízes e do esmalte vestibular dos dentes os mesmos foram tratados com um sistema adesivo de condicionamento total e dois passos (Adper Single Bond II, 3M-ESPE), e as restaurações indiretas de resina composta foram fixadas com cimento adesivo de cura dual (RelyX ARC, 3M-ESPE). As coroas dos dentes foram então seccionadas em fatias de 1,2 mm de espessura que foram posteriormente desgastadas com ponta diamantada cilíndrica gerando espécimes de ampulheta com área adesiva de aproximadamente 1 mm². Em seguida as amostras foram fixadas em dispositivo metálico de microtração (Bencor Multi-T) com adesivo à base de cianoacrilato e testadas. Os autores observaram que os períodos de armazenamento de 7 e 30 dias não produziram diferenças significantes entre os grupos avaliados, entretanto, as soluções de formalina e de timol influenciaram negativamente os valores de resistência de união quando os dentes foram armazenados por 6 meses. Recomendou-se o armazenamento dos dentes por tempo reduzido previamente aos testes.

Neves et al. (2009), avaliaram a influência das propriedades mecânicas e da espessura da junção adesiva no padrão de distribuição de tensões de espécimes utilizados em ensaio de microtração por meio de simulações numéricas utilizando o método de elementos finitos. Modelos tridimensionais baseados nas dimensões de palitos de seção quadrada comumente utilizados foram obtidos variando-se camada adesiva de 10, 25, 50 e 100 µm e posteriormente foi feita a geração da malha e definição das condições de contorno. Em seguida, seis diferentes análises foram obtidas alterando-se as propriedades mecânicas dos

componentes (adesivo/dentina) do modelo com camada adesiva de 25 μm . Observou-se um aumento significativo na concentração de tensões na área adesiva e no comprimento da área afetada pelas tensões quando a espessura da junção adesiva foi aumentada. O aumento na proporção entre o coeficiente de Poisson e o módulo de elasticidade (ν / E) entre o adesivo e o aderente propiciou um aumento na concentração de tensões na região adesiva sem alterações no comprimento da área afetada pelas tensões. Os autores concluíram que diferenças nas propriedades mecânicas entre adesivos e aderentes resultam em concentração de tensões singulares na área adesiva em espécimes de microtração e que esse comportamento pode levar a falhas prematuras caso camadas adesivas muito espessas sejam utilizadas devido à maior possibilidade de incorporação de defeitos na manufatura do espécime.

D'Arcangelo e colaboradores (2009), examinaram o efeito da aplicação de múltiplas camadas adesivas de diferentes sistemas adesivos de condicionamento total na espessura fina da junção adesiva e na resistência de união de espécimes de microtração. Após a remoção do esmalte coronário, os dentes foram tratados com um dos três sistemas adesivos de condicionamento total avaliados, PQ1 (Ultradent), EnaBond (Micerium) ou XP Bond (Dentsply) com 1, 2 ou 3 aplicações de camadas adesivas, sendo que cada camada adesiva foi polimerizada antes da aplicação de uma nova camada. Restaurações de resina composta foram construídas e os dentes foram seccionados em palitos de seção quadrada com área adesiva de aproximadamente 1 mm^2 e em seguida os espécimes foram fixados em dispositivo metálico de microtração com auxílio de adesivo à base de cianoacrilato e testados. Foi observado um aumento na resistência de união dos espécimes com a aplicação de múltiplas camadas adesivas, sendo que o adesivo PQ1 apresentou os maiores valores dentre os grupos avaliados com a aplicação de duas camadas. Os autores concluíram que múltiplas camadas adesivas aumentaram a resistência de união dos sistemas

avaliados à dentina, porém afirmaram que o excesso na espessura dessa camada adesiva pode influenciar de maneira negativa a qualidade e resistência da união.

Giachetti et al.(2009), propuseram um método alternativo para realização do ensaio de microtração chamado de duplo teste de microtração e compararam esta nova abordagem com a técnica comumente utilizada. Terceiros molares humanos tiveram o esmalte oclusal removido e foram seccionados transversalmente a seu longo eixo gerando uma fatia de dentina de 0,75 mm e o remanescente da secção do dente, caracterizando dois substratos dentinários diferentes, dentina cervical e dentina profunda. Os dois espécimes foram tratados com um adesivo auto-condicionante (Clearfil SE Bond) e posteriormente restauração de resina composta de 4 mm foi construída nas duas extremidades da fatia de 0,75 mm com auxílio de matrizes descartáveis e no remanescente dental apenas uma restauração foi construída. Os dois corpos foram então seccionados longitudinalmente em espécimes de 0,85 X 0,85 mm. As extremidades dos espécimes da fatia de dentina eram de resina composta enquanto a seção central era de dentina e os espécimes do remanescente dental apresentavam resina composta na porção superior e dentina na inferior. Os espécimes de cada grupo foram fixados em dispositivo metálico de microtração com auxílio de adesivo à base de cianoacrilato e testados. Foi observado pelos resultados que os valores de resistência de união das duas modalidades de testes não podem ser comparados diretamente, pois os espécimes do duplo teste de microtração apresentaram valores inferiores aos dos espécimes do teste convencional de microtração. Os resultados inferiores obtidos na nova modalidade de ensaio foram explicados pela existência de duas interfaces adesivas, fazendo com que a interface mais frágil falhe primeiramente resultando em valores de união mais baixos. A porção cervical da fatia de dentina se mostrou como a interface mais frágil, indicando que menor resistência de união foi obtida em dentina profunda. Com esta nova proposta os autores demonstraram a possibilidade de se testar resistência de união em várias profundidades de dentina em um mesmo dente.

2.3. Integridade estrutural dos espécimes de microtração

Ferrari et al. (2002), avaliaram a integridade de espécimes de microtração com auxílio de microscópio eletrônico de varredura com o intuito de localizar falhas estruturais que podem ser o motivo de falhas prematuras ao teste. Tanto esmalte quanto dentina foram utilizados na avaliação pelos autores e após terem sua superfície tratada com um dos dois sistemas adesivos avaliados (auto-condicionante, Clearfil SE Bond, Kuraray ou de condicionamento total, Excite, Vivadent) restaurações de resina composta foram construídas e os dentes foram seccionados com auxílio de disco diamantado em palitos de 0,64 mm² de área compostos por resina e dentina ou resina e esmalte. Uma amostra de 40 palitos de dentina e 40 de esmalte foi obtida, processada e avaliada em microscópio eletrônico de varredura. Não ocorreram falhas prematuras dos espécimes durante o preparo dos mesmos, porém nenhum dos corpos de prova observados na microscopia eletrônica de varredura estava livre de defeitos estruturais, independente do sistema adesivo utilizado. Lacunas foram observadas quase sempre entre as interfaces dos substratos, porém os espécimes de esmalte tenderam a apresentar mais defeitos que os de dentina, o que conseqüentemente pode levar a uma falha mais facilmente que na dentina dado à friabilidade deste tecido. Foi concluído que um método que permita preparo dos espécimes com menor número de falhas era necessário.

Goracci et al.(2004), investigaram a influência de vários parâmetros que afetam espécimes de microtração em sua integridade estrutural e resistência de união por meio de ensaios laboratoriais e análise em microscópio eletrônico de varredura. Para isso, parâmetros como substrato dental (esmalte ou dentina), geometria do espécime (ampulheta ou palito), dimensão do espécime (0,5 X 0,5; 1 X 1; 1,5 X 1,5; e 2 X 2 mm) foram avaliados. Dois espécimes de cada grupo foram preparados para verificação de sua integridade em microscópio eletrônico de varredura e os demais espécimes foram fixados em dispositivo metálico de microtração com auxílio de adesivo à base de cianoacrilato e testados. Todos os

fatores avaliados tiveram um efeito significativo na resistência de união dos espécimes e os valores mais altos foram observados em dentina comparado ao esmalte e nos espécimes de palitos comparados com os de ampolheta. Além disso, observou-se redução na resistência de união com aumento da área adesiva. As análises realizadas na microscopia eletrônica de varredura demonstraram que os espécimes que sofreram constrição após o corte (ampulhetas), principalmente em esmalte, apresentaram várias fraturas na área de ação da ponta diamantada. Os autores recomendaram evitar a utilização de constrição para espécimes de esmalte e caso opte-se pela geometria de ampolheta, o tamanho da área de seção não deve exceder 1 X 1 mm.

Sadek et al. (2006), propuseram novo método de corte com fio diamantado para obtenção de espécimes de microtração como alternativa ao corte realizado com disco diamantado, minimizando as falhas ocasionadas pela ação de corte deste último. Tanto esmalte quanto dentina foram utilizados na avaliação pelos autores e após terem sua superfície tratada com um sistema adesivo de condicionamento total (Total-Etch, Ivoclar-Vivadent), restaurações de resina composta foram construídas. Em seguida, metade dos dentes foi seccionada com a técnica convencional utilizando um disco diamantado e a outra metade foi seccionada utilizando um fio diamantado, obtendo fatias de 1,0 mm de espessura e palitos com área de 1,0 mm² de ambos os grupos. As fatias foram desgastadas com ponta diamantada gerando área adesiva de 1,0 mm² e posteriormente 5 amostras de cada grupo foram selecionadas, preparadas e observadas em microscópio eletrônico de varredura. Os espécimes remanescentes foram fixados em dispositivo metálico de microtração com auxílio de adesivo à base de cianoacrilato e testados. Os autores observaram diferenças na resistência de união da dentina apenas quando as amostras que falharam previamente ao teste foram removidas da análise, entretanto, para o esmalte, todos os fatores observados influenciaram significativamente na resistência de união. Na análise com microscopia eletrônica de varredura observaram-se várias trincas e defeitos

nos espécimes quando da utilização do disco diamantado, principalmente para os espécimes de ampolheta. O esmalte foi sempre mais afetado que a dentina, porém utilizando o fio diamantado os danos foram menores nos dois substratos.

2.4. Fractografia aplicada à microtração

Mecholsky (1995b), apresentou princípios de mecânica da fratura linear elástica aplicados aos materiais odontológicos. O autor demonstrou que apenas a resistência de um material não pode prover por si só informações sobre o efeito de determinados processos de tratamentos nos materiais, pois como a resistência é dependente do tamanho das trincas inerentes aos corpos frágeis, ela pode variar de acordo com o manuseio, acabamento e defeitos aleatórios de processamento do material. A determinação da origem da falha é essencial para aplicação dos princípios de mecânica da fratura linear elástica, sendo que as técnicas para determinação do ponto inicial da falha regem a análise de fraturas de superfície.

Em estudo subsequente, Mecholsky (1995a), demonstrou os conceitos de fractografia para análise de superfícies fraturadas de materiais frágeis, afirmando que na análise de superfície fraturada se encontra todo o histórico de falha do material. Existem três regiões características no entorno de uma fratura nesses tipos de materiais, sendo a primeira região relativamente suave e regular (espelho), a segunda ligeiramente pontilhada (mista) e a terceira mais grosseira (entalhe). A última região permite ramificação macroscópica da trinca, que é a bifurcação da trinca principal. Esses limites podem ser simétricos ou não na origem da fratura, dependendo da distribuição de tensões, forma da trinca ou anisotropia elástica no caso de cristais. É assumido que a formação das regiões mista, de entalhe e de ramificação da trinca ocorre numa constante característica de acordo com o fator de intensidade das tensões. Foi indicada a análise da superfície do material fraturado com auxílio de microscópio eletrônico de varredura e sempre que possível, uma associação com análise por difração de raios-x para

determinação dos elementos que compõe a superfície em estudo. Por fim o autor apresentou de maneira detalhada como se observar e analisar qualitativa e quantitativamente o padrão de falhas nos materiais odontológicos, permitindo um melhor conhecimento e desenvolvimento dos mesmos.

Della Bona et al.(2003), analisaram o padrão de falha da união entre resina composta e cerâmica utilizando os princípios de fractografia para classificação dos espécimes fraturados após o ensaio de microtração. Para isso dois tipos de cerâmica foram utilizados, sendo uma reforçada por leucita (IPS Empress) e outra por dissilicato de lítio (IPS Empress2), diferentes tratamentos de superfície foram empregados e o componente adesivo de um sistema adesivo de condicionamento total e três passos foi aplicado previamente à construção das restaurações de resina composta sobre os blocos cerâmicos. Em seguida, os blocos foram seccionados em espécimes de seção quadrada com área adesiva de aproximadamente $0,85 \text{ mm}^2$, fixados em um dispositivo metálico para microtração (Bencor Multi-T) com auxílio de adesivo à base de cianoacrilato e testados. O modo de falha dos espécimes fraturados foi verificado por meio de microscópio óptico de varredura para determinação do modo de falha baseado na origem e nos princípios fractográficos e a confirmação dos modos de falha foi feita por meio de análise elemental da superfície por difração de raios-x. Foi observado que tratamentos de superfície similares resultaram em valores de resistência de união significativamente diferentes para os dois tipos de cerâmicas avaliados, sendo que a cerâmica reforçada por dissilicato de lítio apresentou maiores valores de união. A análise do modo de fratura complementada pelo mapeamento elemental por raios-x revelou que todas as fraturas ocorreram na região adesiva, sem nenhuma falha coesiva na resina composta ou nas cerâmicas. Os autores concluíram que a qualidade da adesão não deve ser baseada apenas na resistência de união dos materiais e que modo de falha e uma análise fractográfica provêm informações importantes, permitindo até mesmo previsões sobre os limites de desempenho clínico dos materiais.

PROPOSIÇÃO

3. PROPOSIÇÃO

O objetivo deste estudo foi avaliar o efeito da geometria do espécime, tipo de dispositivo de microtração, modo de fixação e tipo de agente fixador na resistência de união, modo de falha e distribuição de tensões de um sistema adesivo de condicionamento total de dois passos à dentina humana.

MATERIAIS E MÉTODOS

4. MATERIAIS E MÉTODOS

4.1. Ensaio experimental de microtração

Esta etapa foi realizada em parceria com o Departamento de Dentística da Faculdade de Odontologia da Universidade de Iowa (Iowa City, IA, EUA).

4.1.1 Preparo dos dentes

Vinte e um terceiros molares humanos, hígidos, extraídos por razões clínicas, foram selecionados como o substrato (consentimento do comitê de ética em pesquisa da Universidade Federal de Uberlândia #366/08). Os dentes extraídos foram limpos com curetas periodontais e pedra pomes, armazenados em água destilada a temperatura de 4°C e utilizados num período de até 3 meses após sua extração (Fig. 1). Após nova limpeza, uma canaleta foi feita nas raízes dos dentes e os mesmos foram incluídos em blocos de gesso para facilitar sua manipulação. O esmalte oclusal dos dentes foi removido sob irrigação constante com auxílio de ponta diamantada montada em alta-rotação em aparelho padronizador de preparos cavitários (CNC Specimen Former; University of Iowa, Iowa City, IA, USA). A remoção do esmalte foi realizada em camadas de 0,3 mm até que todos os remanescentes tivessem sido removidos. Confirmou-se a completa remoção do esmalte oclusal com uma aplicação rápida de ácido fosfórico por 3 a 5 s (Cond AC 37; FGM, Joinville, SC), seguido de irrigação e secagem. Subseqüentemente, uma camada adicional de dentina de 0,1 mm foi removida para obtenção de substrato dentinário inalterado para realização dos procedimentos adesivos (Armstrong et al., 2003; Sattabanasuk et al., 2007).

Imediatamente após o preparo das superfícies, realizou-se procedimento adesivo na dentina exposta com sistema adesivo de condicionamento total e dois passos e sua respectiva resina composta (Tabela 1). Para aplicação do sistema adesivo condicionou-se a dentina com ácido fosfórico a 37% (Cond AC 37) por 30 s, seguido de irrigação para remoção do ácido e secagem da dentina com leves jatos de ar e papéis absorventes, resultando em

uma superfície visivelmente umedecida, sem desidratação. Em seguida uma camada do sistema adesivo simplificado foi aplicada ativamente com auxílio de microbrush (FGM, Joinville, SC) sobre a superfície dentinária por 20 s, seguido da aplicação de uma segunda camada e fotopolimerização por 20 s. Uma fina camada de resina composta de aproximadamente 0,5 mm foi inserida na superfície preparada com o sistema adesivo, com margens localizadas inteiramente em dentina e fotoativada. Em seguida restauração de resina composta com altura aproximada de 4 a 5 mm foi construída sobre a superfície adesiva em incrementos de 2 mm. Para os passos de polimerização foi empregada unidade fotopolimerizadora com lâmpada halógena (Optilux 501; Kerr, Orange, CA, USA), com a ponteira luminosa posicionada a 1 cm da superfície (Fig 2). A potência da unidade fotopolimerizadora foi verificada durante todo o estudo com auxílio de radiômetro, não sendo inferior a 850 mW/cm². Após os procedimentos adesivos os dentes restaurados foram armazenados em saliva artificial em temperatura ambiente por 24 h (Fig. 3) (Armstrong et al., 2003; Sattabanasuk et al., 2007).



Figura 1. Terceiros molares utilizados como substrato.



Figura 2. Unidade fotopolimerizadora de luz halógena posicionada a 1 cm da superfície a ser fotoativada.

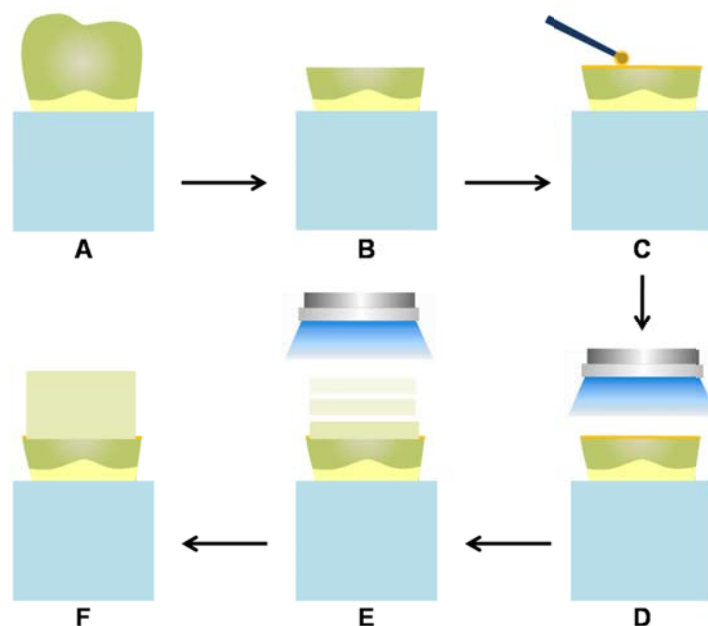


Figura 3. Esquema representando: A- dente incluído em bloco de gesso; B- remoção do esmalte oclusal; C- aplicação do sistema adesivo; D- fotoativação do sistema adesivo (20 s); E- inserção incremental da resina composta e fotoativação (40 s); F- restauração finalizada.

Tabela 1. Composição dos materiais em estudo

Material	Tipo	Composição*	Lote
Adper Single Bond 2 (3M-ESPE)	Sistema Adesivo de condicionamento total e passos simplificado	Ethyl alcohol 25–35%, bisphenol A diglycidyl ether dimethacrylate 10–20%, silane treated silica (5nm nanofiller) 10–20%, 2-hydroxyethyl methacrylate 5–15%, glycerol 1,3-dimethacrylate 5–10%, copolymer of acrylic and itaconic acids 5–10%, diurethane dimethacrylate 1–5%, water <5%.	BRW
Filtek Z250, Cor A2 (3M-ESPE)	Resina composta fotopolimerizável	Silane treated ceramic 75–85%, bisphenol A polyethylene glycol diether dimethacrylate 5–10%, diurethane dimethacrylate 5–10%, bisphenol A diglycidyl ether dimethacrylate <5%, triethylene glycol dimethacrylate <5%, water <2%.	8HE
Cond AC 37% (FGM)	Agente de condicionamento	Water 63-65%; phosphoric acid 35-37%, synthetic amorphous silica 2-3%.	040309
Super Glue Gel (Loctite)	Adesivo à base de cianoacrilato	Ethyl cyanoacrylate 60-100%.	86604
Zapit (DVA Inc.)	Adesivo à base de cianoacrilato	Ethyl-2 cyanoacrylate 60-100%; Poly Methyl Methacrylate 10-30%; Hydroquinone 0-1%.	A39A

* Informações fornecidas pelos fabricantes

4.1.2. Preparo dos espécimes e armazenagem

Os dentes restaurados foram seccionados perpendicularmente à superfície adesiva em duas metades utilizando cortadeira de precisão com discos diamantados montados (Isomet 1000; Buehler, Lake Bluff, IL, USA) (Fig. 4A). Uma das metades foi novamente seccionada em dois espécimes retangulares com aproximadamente 2,0 mm² (Fig. 4B – 1a, 1b). Os espécimes foram então posicionados no mandril de um dispositivo torneador controlado por computador (CNC Specimen Former) e torneados com pontas diamantadas ultrafinas (ISO 806 314 012; Brasseler, Savannah, GA, USA), gerando uma constrição cilíndrica na região adesiva (Fig. 5A e 5B). Os espécimes resultantes com formato de haltere

possuíam secção de aproximadamente $0,51 \pm 0,02 \text{ mm}^2$ na região adesiva, 1,0 mm de comprimento na região torneada e 0,6 mm de raio de curvatura no colarinho do espécime. A segunda metade do dente foi seccionada em quatro espécimes com formato de palitos retangulares com secção transversal de aproximadamente $1,0 \text{ mm}^2$ (Fig. 4C – 2a, 2b, 3a, 3b). Os dois espécimes com formato de haltere obtidos de cada dente foram designados para um grupo experimental, enquanto os quatro espécimes com formato de palitos obtidos dos respectivos dentes foram divididos igualmente em outros dois grupos. Cada espécime foi verificado com uma lupa estereoscópica (Stemi 2000; Carl Zeiss, Thornwood, NY, USA) para inspeção de quaisquer defeitos interfaciais que pudessem excluir o mesmo do teste, como falhas grosseiras ou menos de 1,0 mm de espessura de dentina para os espécimes de palito. Os espécimes preparados foram armazenados separadamente em saliva artificial em temperatura ambiente por 24 h antes dos testes (Armstrong et al., 2003; Sattabanasuk et al., 2007).

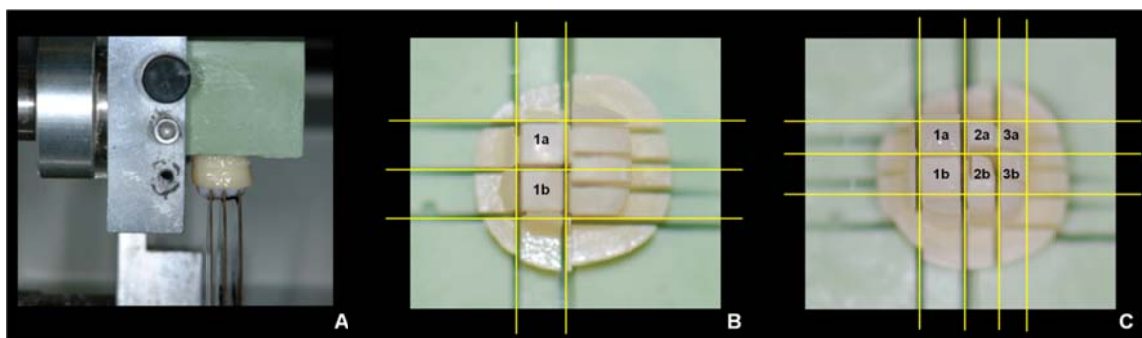


Figura 4. A- Espécime seccionado em cortadeira de precisão; B- Secção da metade do dente em dois palitos de seção quadrada e 2 mm^2 (1a e 1b); C- Secção da metade remanescente em quatro palitos de seção quadrada e 1 mm^2 (2a, 2b, 3a, 3b).

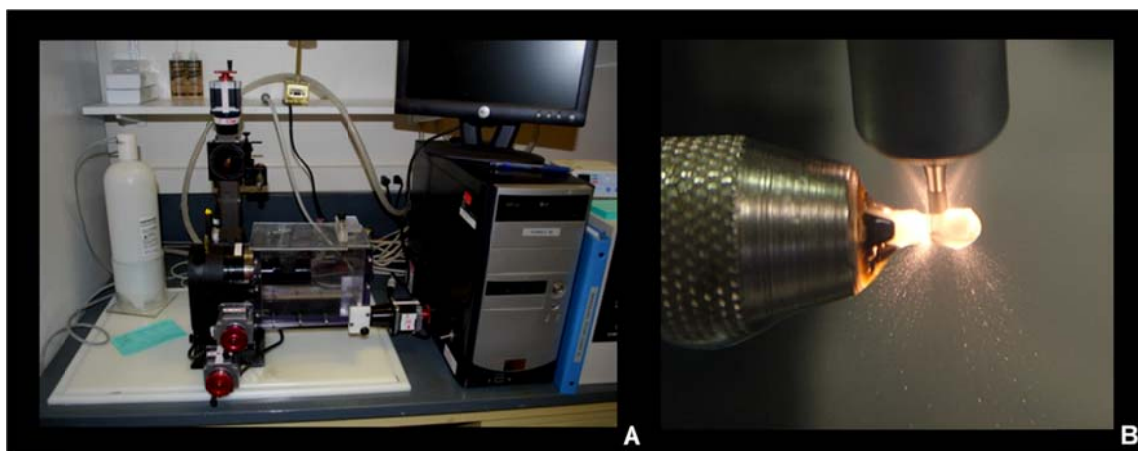


Figura 5. A- Equipamento utilizado para torneamento computadorizado dos espécimes de haltere (CNC Microspecimen Former, University of Iowa); B- Detalhe do espécime sendo torneado.

4.1.3. Teste de microtração

Após armazenagem, os espécimes foram designados para os grupos experimentais: Di- espécimes de haltere posicionados em dispositivo de microtração auto-alinhante de apreensão passiva, sem utilização de adesivos à base de cianoacrilato (Dircks device; The University of Iowa) (Armstrong et al., 2003) (Fig. 6A); GeS- espécimes de palito posicionados e fixados com adesivo à base de cianoacrilato SuperGlue Gel (Loctite, Henkel Corp., Avon, OH, USA) em dispositivo auto-alinhante de Geraldeli, (Perdigão et al., 2002) (Fig. 6B); GeZ- espécimes de palito posicionados e fixados com adesivo à base de cianoacrilato Zapit (Dental Ventures of America Inc., Corona, CA, USA) em dispositivo auto-alinhante de Geraldeli (Fig. 6C). Cada um dos dispositivos de microtração avaliados foi conectado a uma máquina de ensaios universal (Zwick Z2.5; Zwick GmbH, Ulm, Germany) e os respectivos grupos experimentais foram testados estaticamente sobre carregamento de tração a uma velocidade de 1 mm/min (Armstrong et al., 2003; Sattabanasuk et al., 2007) (Fig 7). Em nenhum momento

durante a confecção, armazenagem ou teste, foi permitida a desidratação dos espécimes.

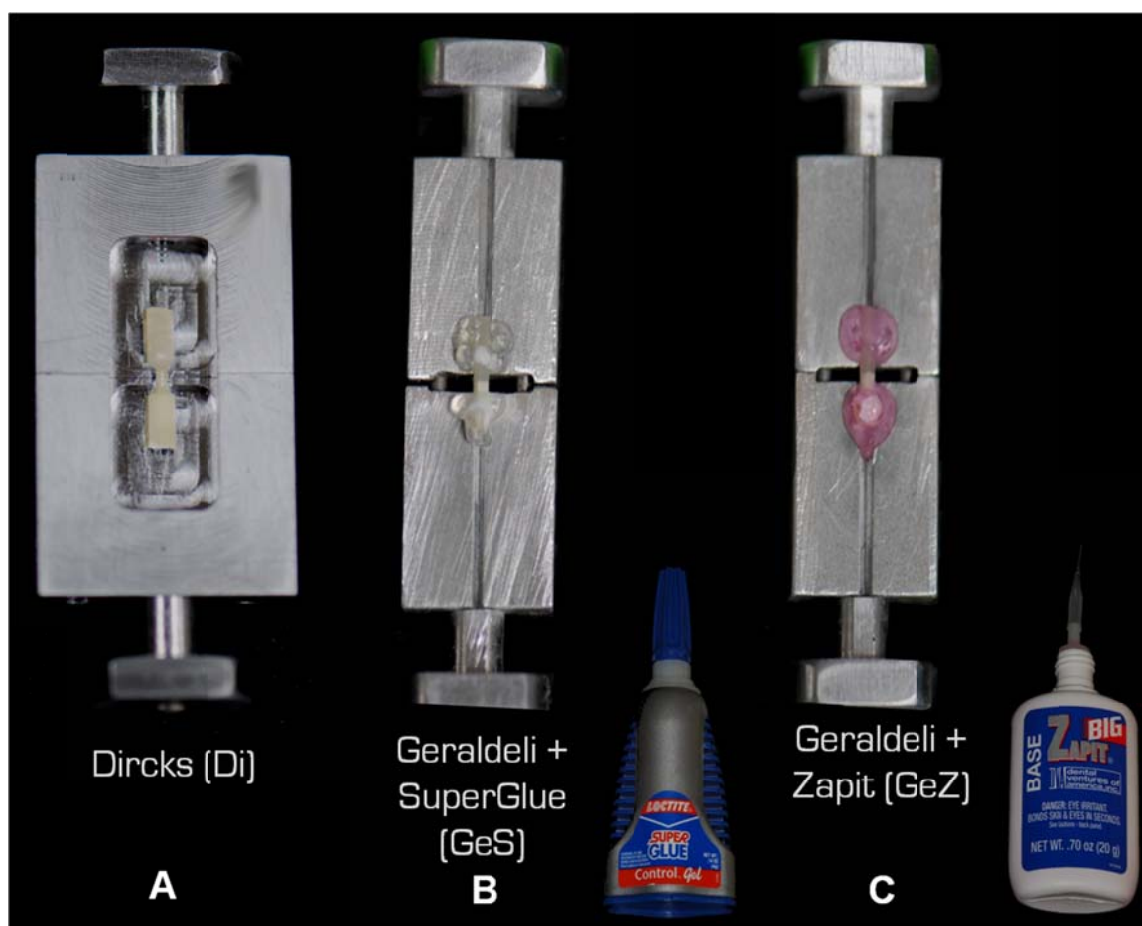


Figura 6. A- Dispositivo de Dircks com espécime de haltere; B- Dispositivo de Geraldeli com espécime de palito fixado com cola SuperGlue; C- Dispositivo de Geraldeli com espécime de palito fixado com cola Zapit.

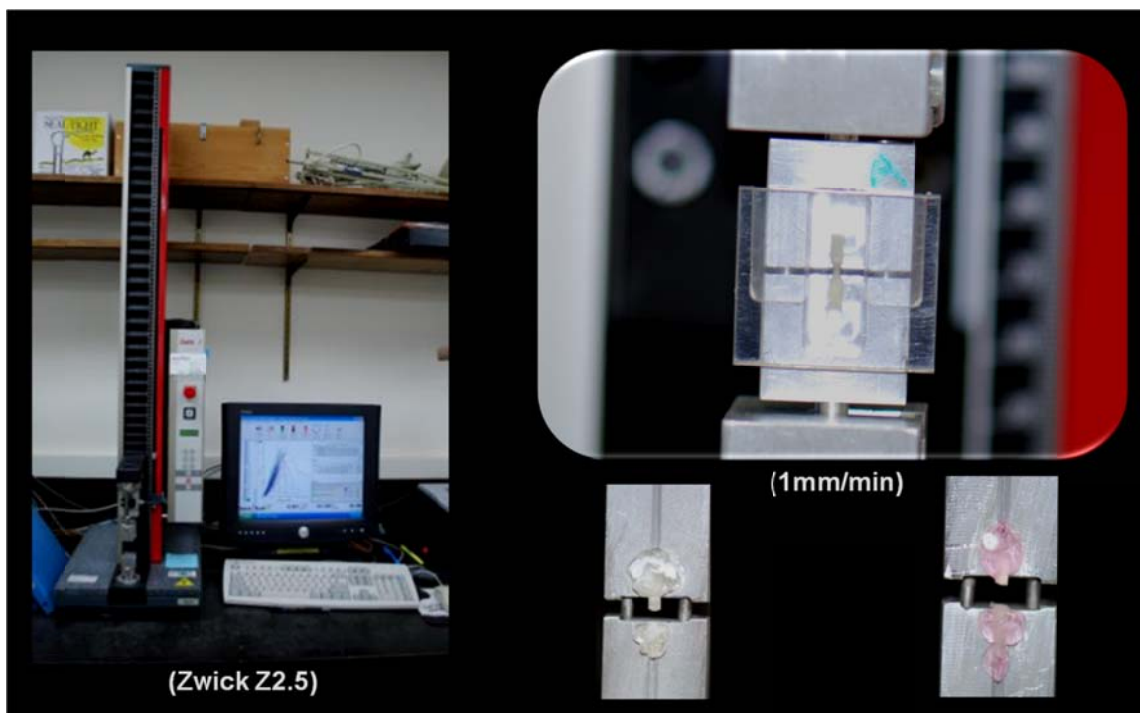


Figura 7. Máquina de ensaios universal; Dispositivo de Dircks com espécime de haltere acoplado à máquina durante ensaio; Dispositivos de Geraldeli com espécimes de palito após ensaio.

4.2. Determinação do modo de falha

Posteriormente aos testes de união, todos os espécimes fraturados foram avaliados em lupa estereoscópica (Stemi 2000, Carl Zeiss) e o modo de falha foi determinado. As falhas das superfícies fraturadas foram classificadas nas seguintes categorias: A- interfacial (na camada adesiva); B- coesiva em dentina (na região torneada, entre a dentina e a cola ou no colarinho de dentina); C- coesiva em resina composta (na região torneada, entre a resina composta e a cola ou no colarinho de resina); D- falha mista (com a prevalência de algum dos substratos na superfície) (Fig. 8).

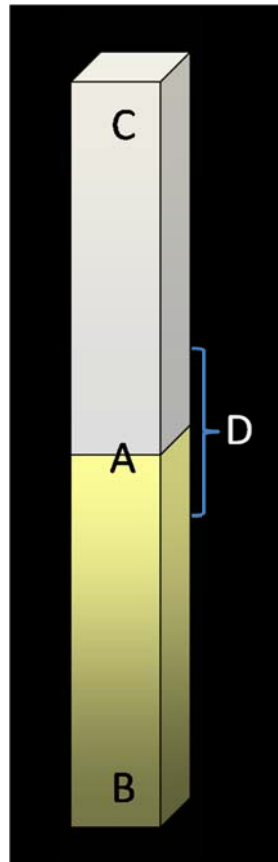


Figura 8. Esquema ilustrando a classificação do padrão de falha: A- interfacial; B- coesiva em dentina; C- coesiva em resina composta; D- falha mista.

Seqüencialmente os espécimes foram secos, posicionados em discos de alumínio com resina composta flow (Filtek Supreme Flowable; 3M-ESPE) e cobertos com grafite (carbono) (Mecholsky, 1995a) (Fig. 9A). As superfícies fraturadas foram examinadas utilizando microscopia eletrônica de varredura (MEV) (LEO 435VP; Carl Zeiss SMT, Oberkochen, Germany) para confirmação do modo de falha baseando-se na origem da fratura (Mecholsky, 1995a; Della Bona et al., 2003) (Fig. 9B). Os locais de iniciação da falha e a composição da superfície foram verificados utilizando-se espectroscopia por dispersão de energia (EDS).

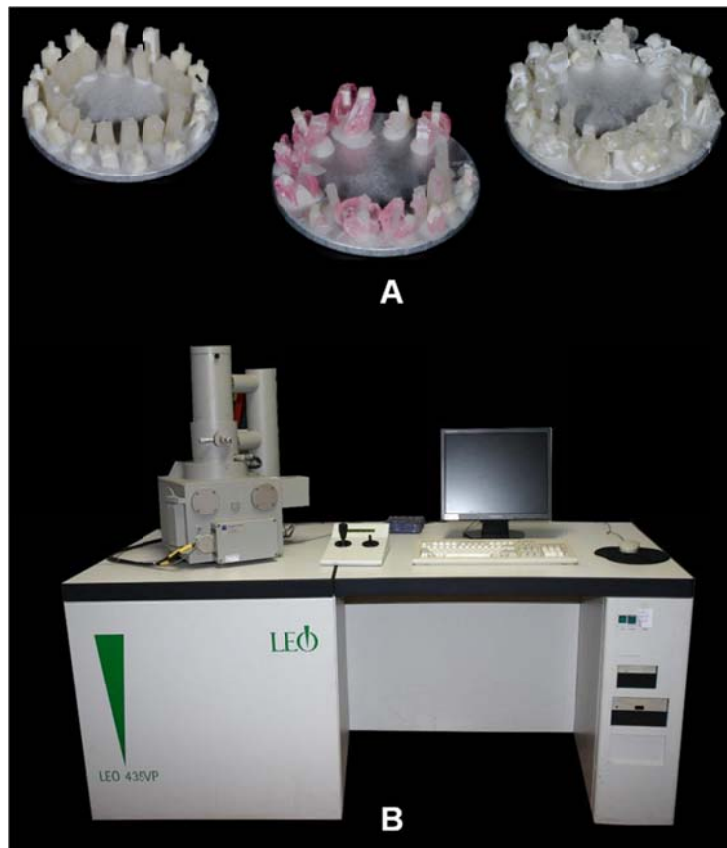


Figura 9. A- Espécimes fraturados fixados em stubs metálicos; B- Microscópio Eletrônico de Varredura (LEO 435VP).

4.3. Análise Estatística

Os testes de Shapiro-Wilk e o de Kolmogorov-Smirnov foram conduzidos para detecção da normalidade dos dados. Em seguida, empregou-se One-way ANOVA com post-hoc Tukey's HDS (Honestly Significant Difference) para determinação de diferenças significativas entre a resistência de união dos espécimes testados nos diferentes dispositivos de microtração. Os efeitos aleatórios no Modelo Misto ANOVA (ex.: permitir correlação entre os seis espécimes obtidos de um mesmo dente) foram conduzidos para avaliar o efeito do tipo de dispositivo de microtração na resistência de união. Além disso, modelos

paramétricos regressivos de Weibull foram realizados para avaliar a significância da resistência de união e o tipo de dispositivo de microtração pelo teste de Wald chi-square. O efeito aleatório dos modelos regressivos de Weibull com eventos repetidos (espécimes múltiplos de um mesmo dente) foi usado para examinar os resultados dos modelos paramétricos regressivos de Weibull considerando o efeito aleatório do dente e as correlações entre os espécimes. Em adição, diferenças no modo de falha ou no erro humano entre os dispositivos de microtração foram testadas utilizando o teste exato de Fisher e o teste de chi-square. Foram realizados dois testes, um teste-t com duas amostras e um teste-t com amostras pareadas para detecção de diferenças entre os dois grupos. Todos os testes empregaram nível de significância de 0,05 e todas as análises estatísticas foram realizadas com o pacote de softwares estatísticos SAS® System version 9.1(SAS Institute Inc, Cary, NC, USA).

4.4. Análise por elementos finitos

Esta etapa foi realizada em parceria com a Divisão de Tecnologias Tridimensionais do Centro de Tecnologia da Informação Renato Archer (DT3D/CTI – Campinas, SP).

Modelos tridimensionais dos grupos experimentais com seus respectivos dispositivos de microtração e espécimes foram criados utilizando *software* CAD (Rhinoceros 3D 4.0; McNeel North America, Seattle, WA, USA) a partir de medições das peças geométricas de cada dispositivo e das dimensões de cada espécime realizadas em paquímetro digital (#500-171-20B; Mitutoyo, Suzano, SP). As superfícies geométricas foram criadas a partir das linhas externas obtidas com as medições dos corpos realizadas previamente e em seqüência, os volumes externos e internos dos dispositivos e espécimes foram gerados (Fig 10A e 10B).

Os modelos dos espécimes foram desenvolvidos simulando um corpo bi-material incluindo resina composta, dentina e a região central da camada adesiva. Os modelos foram definidos como tendo 10,2 mm de comprimento, sendo 5 mm de dentina e 5 mm de resina composta e uma camada adesiva de 20 μm de espessura (Misra et al., 2004). O modelo de haltere foi definido com seção adesiva de 0,5 mm^2 , com 1 mm de comprimento na região torneada, 0,6 mm de raio de curvatura e 2 mm de espessura (Fig. 11). Para o modelo de palito, a espessura foi definida como sendo de 1 mm e a seção adesiva de 1 mm^2 conseqüentemente (Fig. 12). O modelo do dispositivo de Dircks consistiu de uma simplificação do dispositivo real, com duas partes de alumínio idênticas, uma canaleta de auto-alinhamento central e as abas de apreensão passiva dos espécimes. O dispositivo de Geraldeli foi simplificado como tendo duas partes idênticas de alumínio com um orifício na extremidade de cada uma para aplicação da carga e uma canaleta central de auto-alinhamento com ângulo de 90° para fixação dos espécimes. Após conclusão dos modelos dos dispositivos de microtração, os modelos dos respectivos espécimes foram adicionados para a região de teste de cada dispositivo, como no design experimental; o dispositivo de Dircks com um espécime de haltere e o dispositivo de Geraldeli com um espécime de palito e a simulação geométrica do adesivo à base de cianoacrilato em suas extremidades (Fig. 13A e 13B).

Os modelos geométricos obtidos no programa CAD foram exportados para o *software* de pré-processamento CAE (Femap 10.1; Velocity Series, Siemens PLM Software, USA) e a malha de cada estrutura foi gerada empregando-se elementos sólidos do tipo quadrático tetraédricos com 10 nós. O processo de malhagem foi cuidadosamente controlado utilizando-se ferramentas específicas do *software* de pré-processamento, promovendo homogeneidade e conectividade da malha (Fig. 14 e 15). A quantidade de elementos e nós de cada modelo estão descritos na Tabela 2. Os materiais utilizados nos modelos foram considerados isotrópicos, lineares e elásticos e as propriedades mecânicas utilizadas estão

descritas na Tabela 3. No dispositivo de Dircks, um contato uniforme de superfície foi determinado entre a área de apreensão do espécime (região do colarinho) e as faces de apreensão localizada na canaleta central do dispositivo, as quais possuem raio de curvatura de 0,6 mm nas abas laterais, correspondente à curvatura do colarinho dos espécimes de haltere (Armstrong et al., 2010), simulando dessa forma a apreensão passiva do espécime (Fig. 16). Para o dispositivo de Geraldeli foi considerada uma união perfeita entre a superfície metálica do dispositivo, o adesivo de cianoacrilato e as extremidades do espécime de palito, simulando a apreensão ativa do espécime nesse dispositivo (Armstrong et al., 2010). Como controle, modelos ideais contendo apenas um dos dois espécimes (haltere e palito) foram avaliados separadamente sem a influência dos aplicadores de carga para que comparações pudessem ser feitas entre os modelos testados com ou sem os dispositivos de microtração.

Em sequência, as condições de contorno foram definidas e uma força de tração de 30 N foi aplicada paralelamente ao modelo em sua porção superior. Foi aplicada restrição de deslocamento na porção inferior e nas laterais do dispositivo nos eixos X, Y e Z, como forma de garantir a movimentação uniaxial dos mesmos (Fig. 17). Os modelos foram então exportados para o software de processamento (NEi Nastran 9.2, Noran Engineering, Westminster, CA, USA) e a solução de cada modelo foi gerada. Os arquivos de solução foram exportados para o programa de pós-processamento (Femap 10.1) e os resultados foram analisados qualitativamente utilizando-se o critério de von Mises.

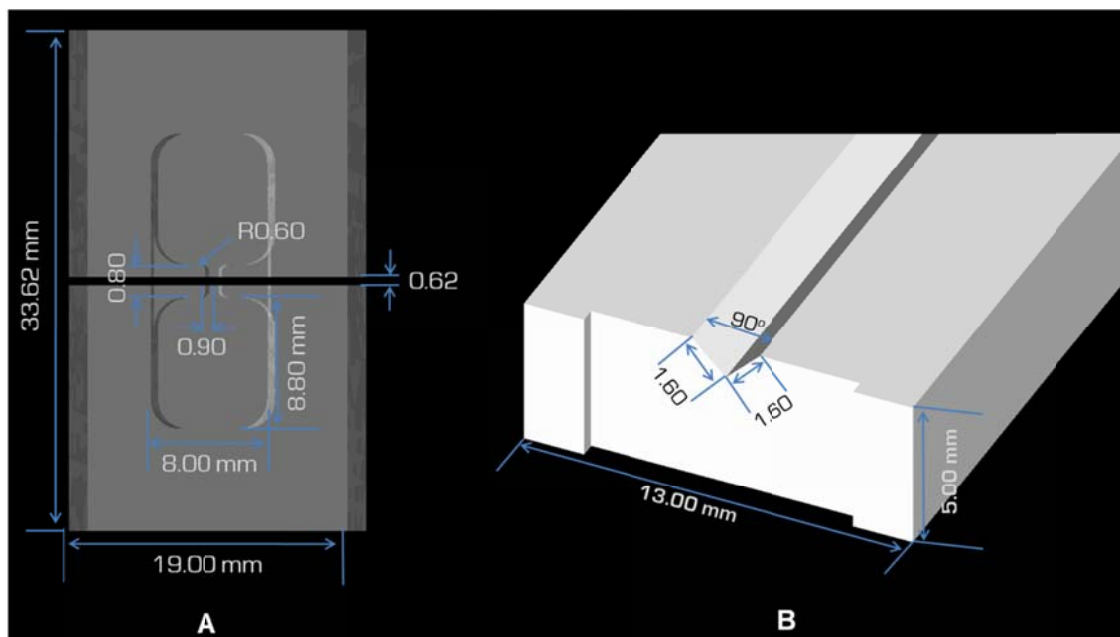


Figura 10. A- dimensões do dispositivo de Dircks; B- dimensões do dispositivo de Geraldeli.

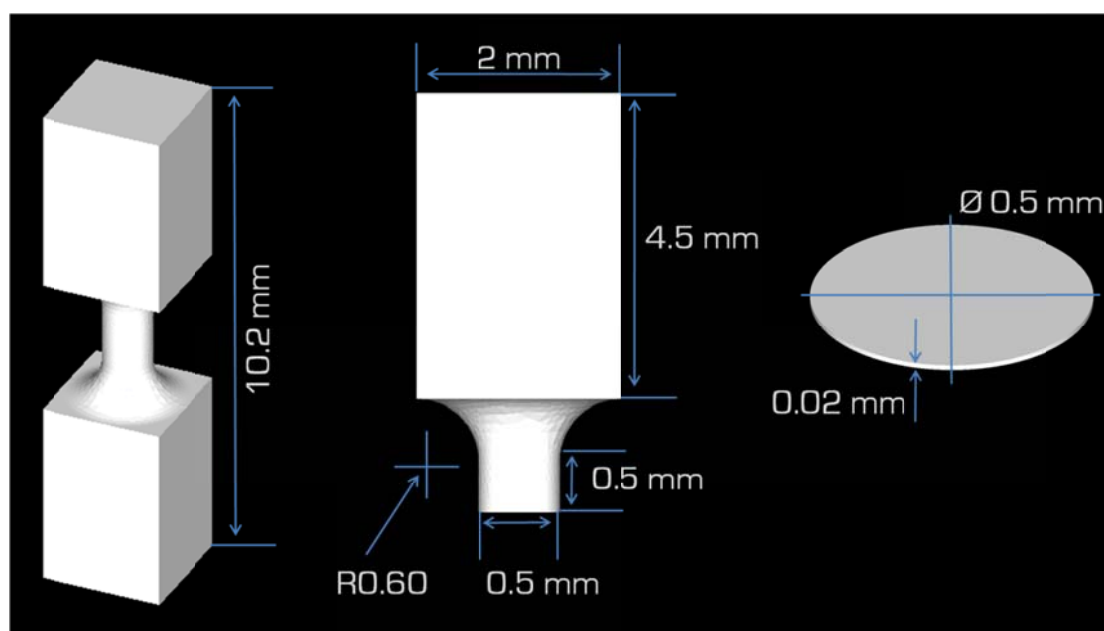


Figura 11. Dimensões do espécime de haltere.

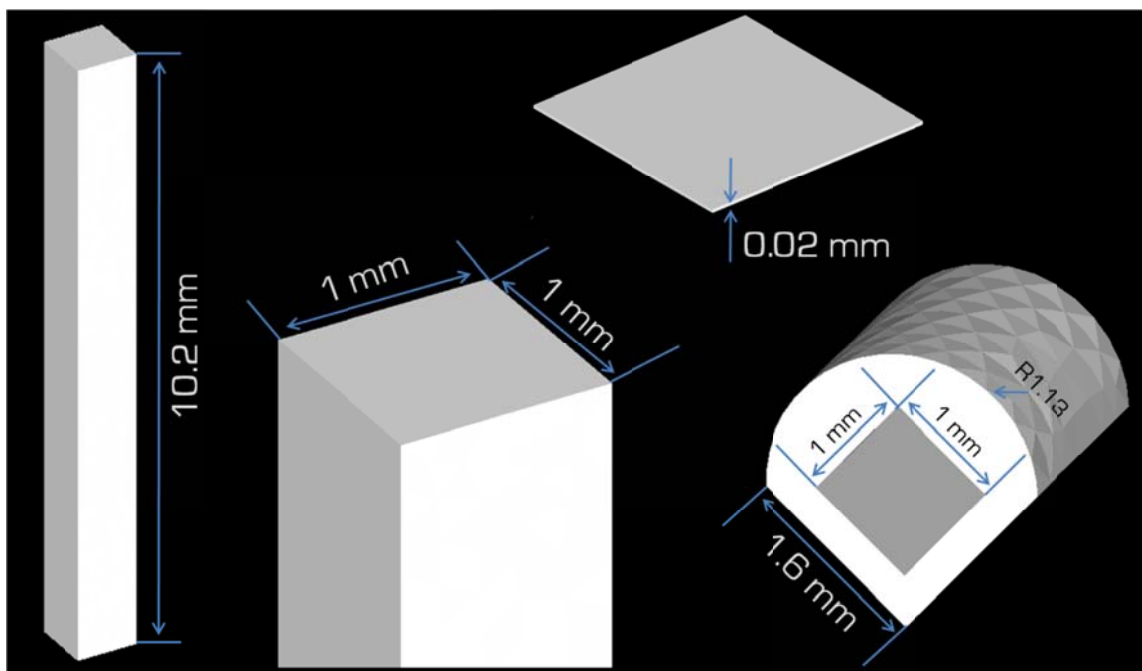


Figura 12. Dimensões do espécime de palito e da cola de cianoacrilato.

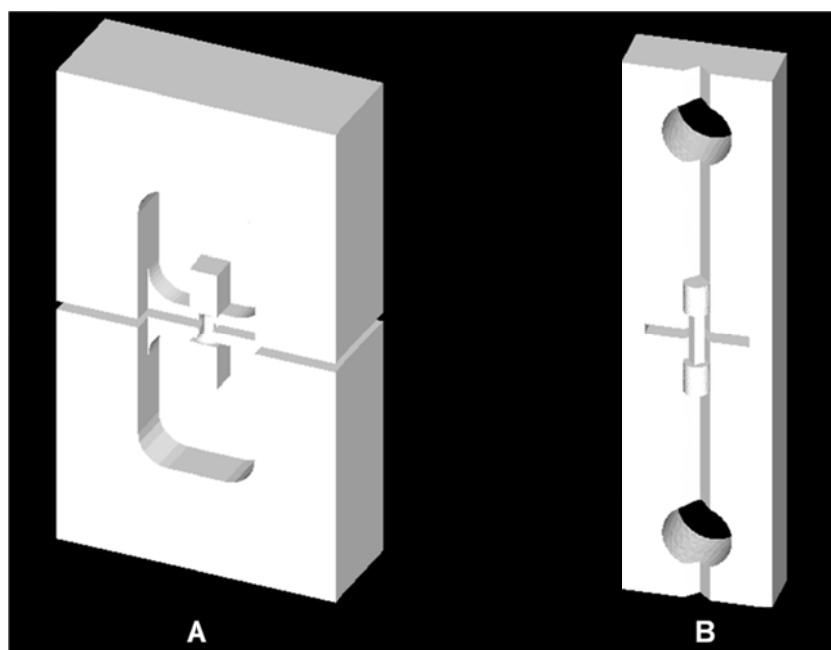


Figura 13. A- dispositivo de Dircks com espécime de haltere; B- dispositivo de Geraldeli com espécime de palito com cola de cianoacrilato nas extremidades.

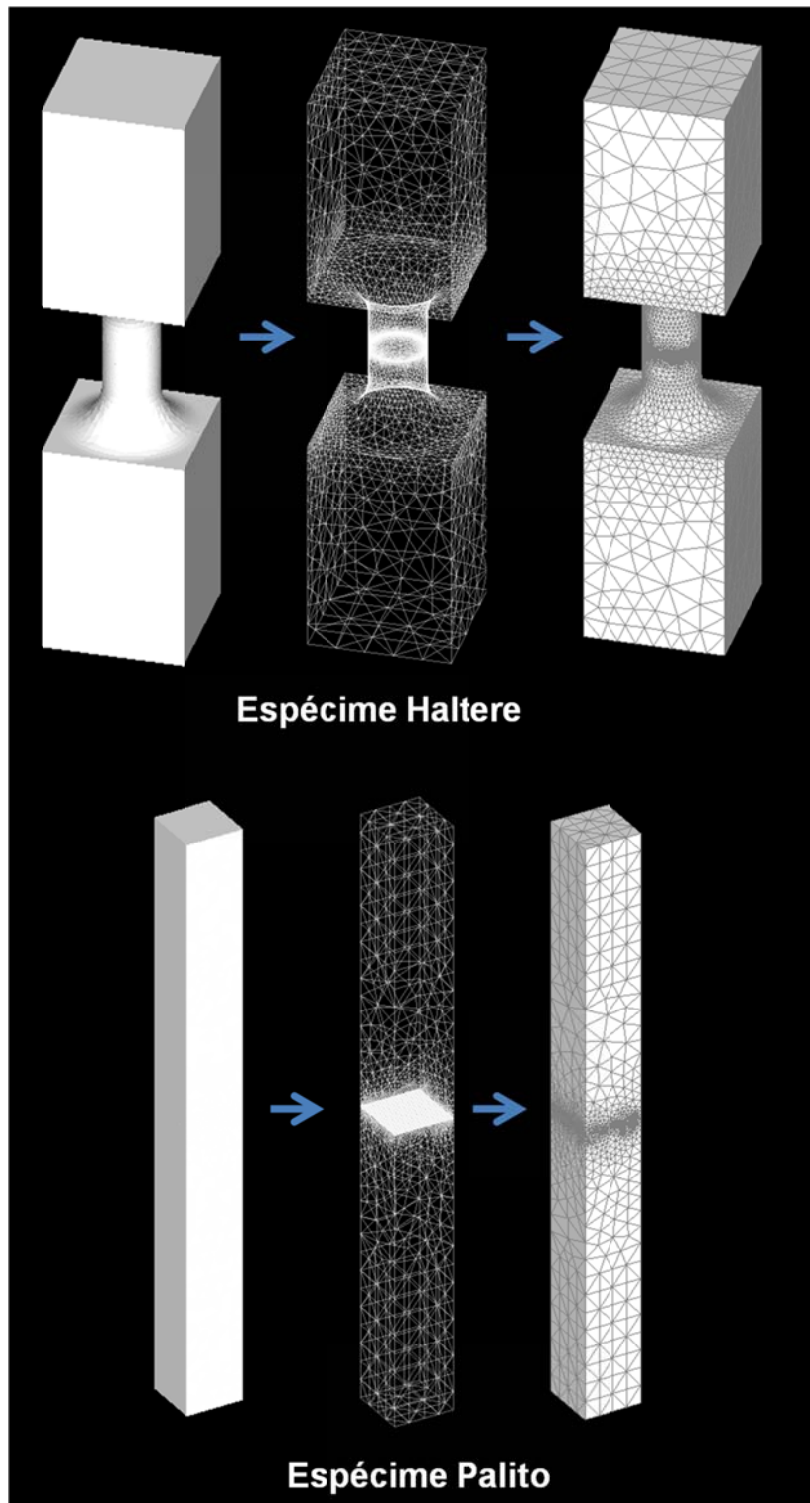


Figura 14. Malhagem dos modelos tridimensionais dos espécimes de microtração.

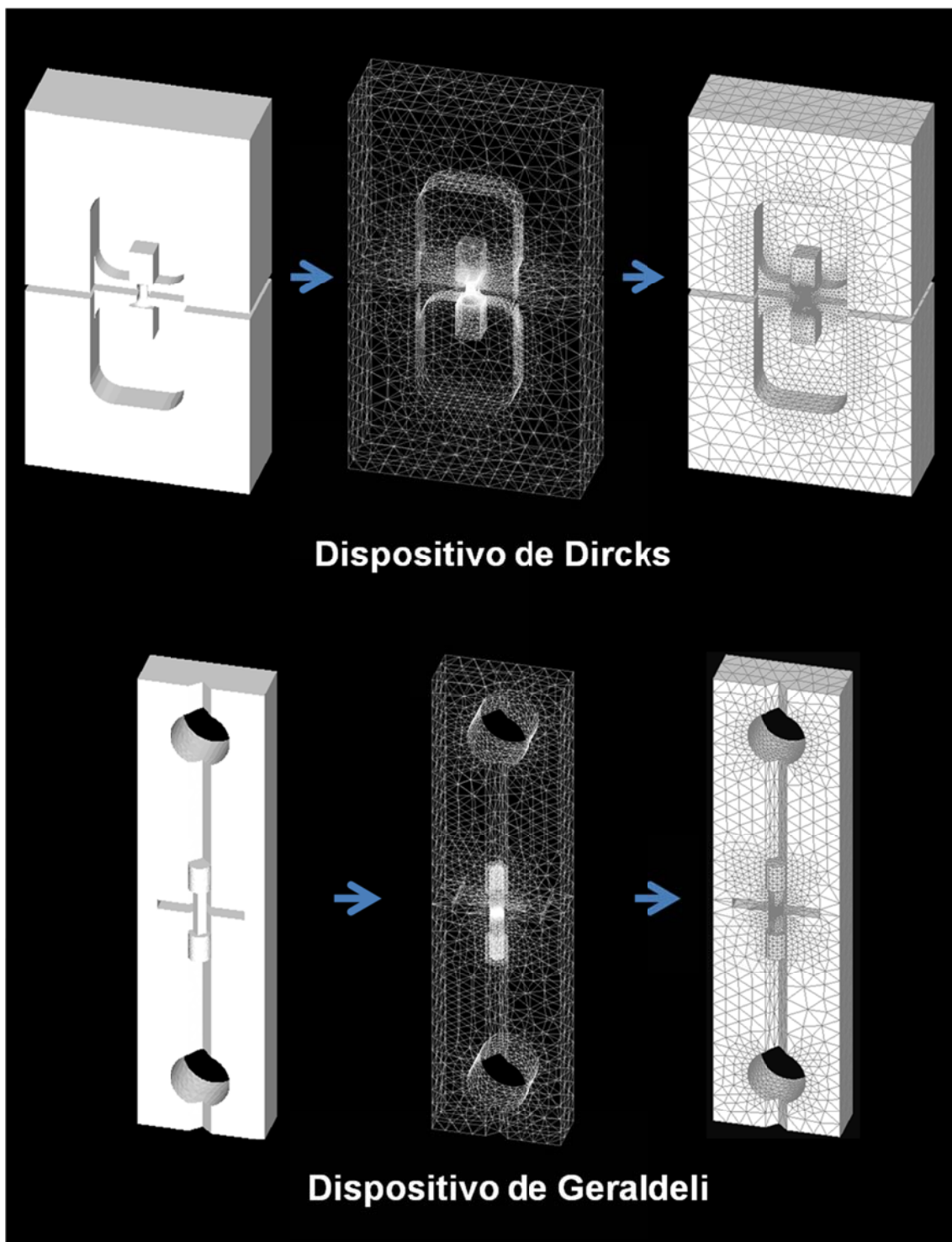


Figura 15. Malhagem dos dispositivos de microtração com seus respectivos espécimes.

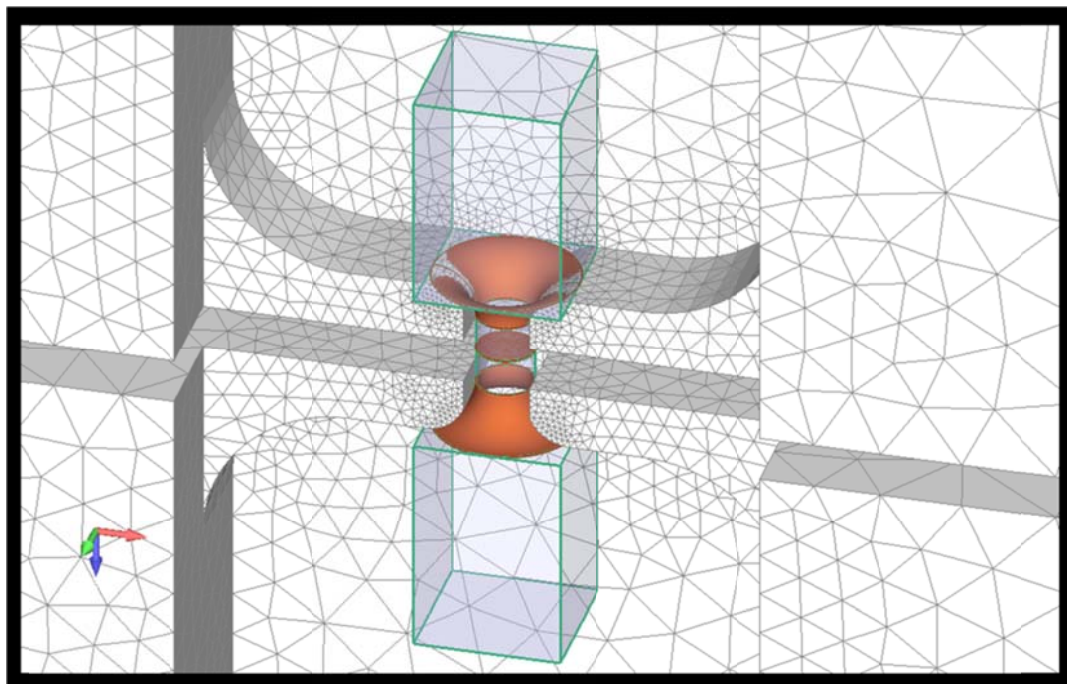


Figura 16. Contato de superfície estabelecido entre o colarinho do espécime de haltere e as abas de aplicação de força do dispositivo de Dircks.

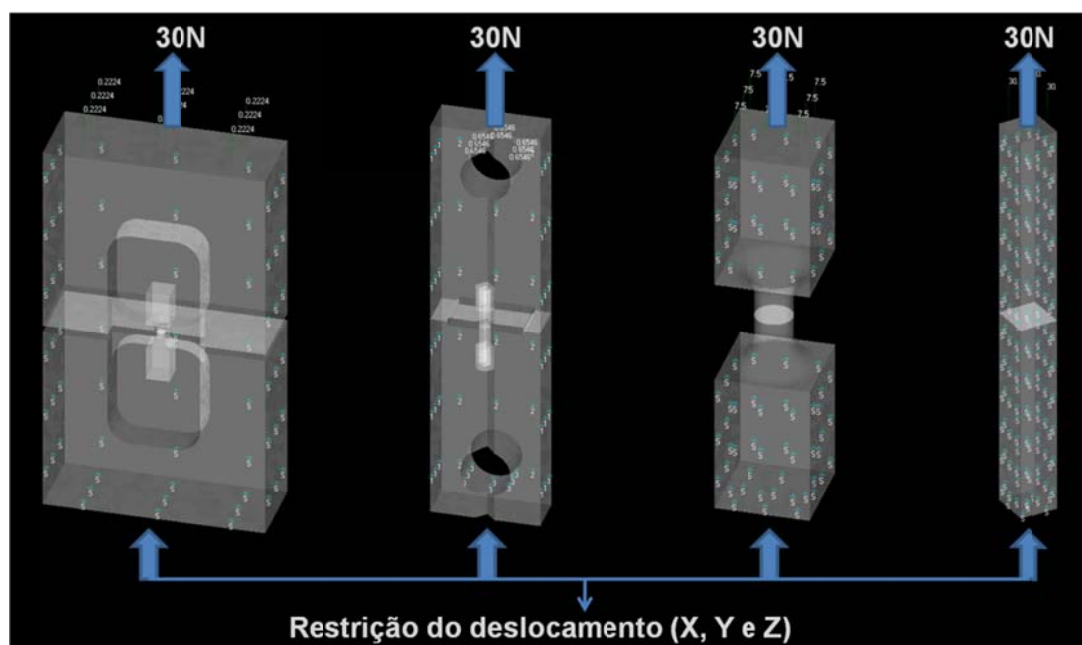


Figura 17. Condições de contorno definidas sobre os modelos.

Tabela 2. Número de elementos e nós dos modelos.

Modelo	Elementos	Nós
Dircks + Haltere	92413	398885
Geraldeli + Palito	47112	81407
Haltere	71514	362933
Palito	32544	56585

Tabela 3. Propriedades mecânicas utilizadas nos modelos de Elementos Finitos

Material	Modulo de Elasticidade (E) GPa	Referência	Razão de Poisson (ν)	Referência
Dentina Humana	18,0	(Soares et al., 2008d)	0,31	(Soares et al., 2008d)
Resina Composta (Filtek Z250)	18,5	(Sabbagh et al., 2002)	0,308	(Chung et al., 2004)
Sistema adesivo (Adper Single Bond 2)	8,43	(Pongprueksa et al., 2008)	0,3	(Ghassemieh, 2008)
Adesivo à base de cianoacrilato	6,0	(Volinsky et al., 1999)	0,3	(Volinsky et al., 1999)
Alumínio	71,0	(McKenzie et al., 2000)	0,33	(McKenzie et al., 2000)

RESULTADOS

5. RESULTADOS

5.1. Resistência de União

Os resultados da análise de variância em fator único (one-way ANOVA) para os espécimes considerados independentes revelaram ausência de efeito significativo para o tipo de dispositivo de microtração na resistência de união ($p=0,7198$) (Tabela 4). Considerando as correlações existentes entre os espécimes provenientes de um mesmo dente, verificou-se também ausência de efeito significativo dos três tipos de dispositivos testados nos valores de resistência de união ($p=0,6314$) (Tabela 5).

Os modelos regressivos paramétricos de Weibull considerando a independência entre os espécimes testados revelaram não haver efeito significativo dos dispositivos de microtração nos resultados de resistência de união ($p=0,5063$), bem como os modelos regressivos de Weibull com efeito aleatório considerando as inter-relações entre espécimes de um mesmo dente demonstraram também não haver efeito significativo do tipo de dispositivo na resistência de união ($p=0,2559$). Os gráficos das figuras 18, 19 e 20 demonstram a probabilidade de falha (%) versus a resistência de união (MPa) de cada um dos dispositivos testados.

Com base no teste- t de Student com duas amostras, foi demonstrado diferença significativa na resistência de união entre espécimes testados em dispositivos de apreensão ativa que passaram por procedimento de re-colagem de suas extremidades com adesivo à base de cianoacrilato comparados àqueles que foram colados apenas uma vez ($p=0,0012$). Os espécimes re-colados apresentaram maior resistência de união que os colados apenas uma vez (43,67 contra 33,74 MPa, respectivamente).

Tabela 4. Média de resistência de união e desvio padrão para os dispositivos de microtração testados (assumindo a independência entre os espécimes).

Dispositivo	n	Média (MPa)	Desvio Padrão	Mínimo (MPa)	Máximo (MPa)	Mediana (MPa)
Di	21	38,5 ^A	13,4	14,1	61,2	39,8
GeS	21	36 ^A	11,9	14	66	37
GeZ	21	35,7 ^A	11,3	15,2	62,2	33,6

Tabela 5. Média de resistência de união e desvio padrão para os dispositivos de microtração testados (considerando as correlações entre os espécimes de um mesmo dente).

Dispositivo	n	Média (MPa)	Desvio Padrão	Mínimo (MPa)	Máximo (MPa)	Mediana (MPa)
Di	40	39,2 ^A	14,6	11,1	67,8	39,6
GeS	34	36,8 ^A	13,6	14	66	37,1
GeZ	33	35,7 ^A	13,6	8,5	63,7	33,1

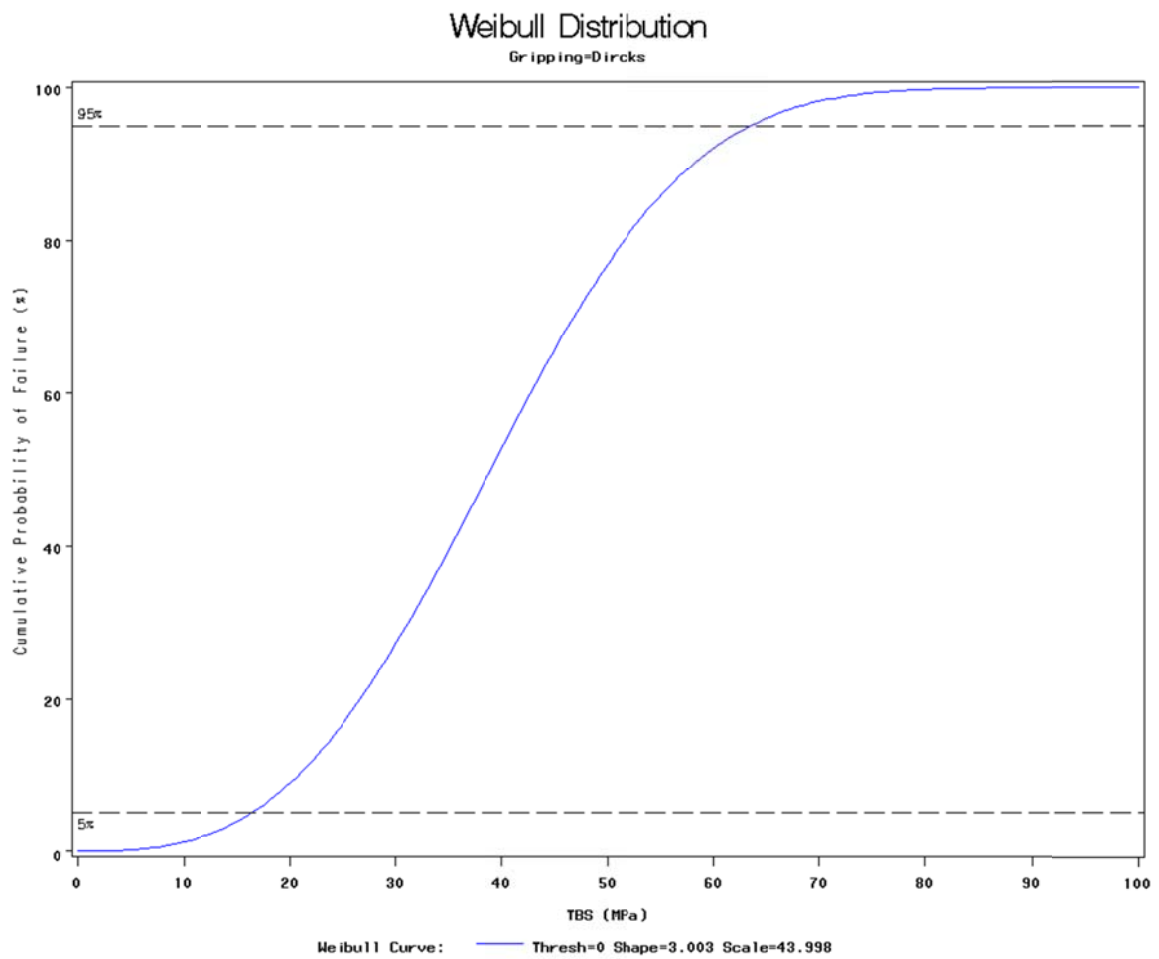


Figura 18. Probabilidade de falha (%) versus a resistência de união (MPa) para o dispositivo de Dircks.

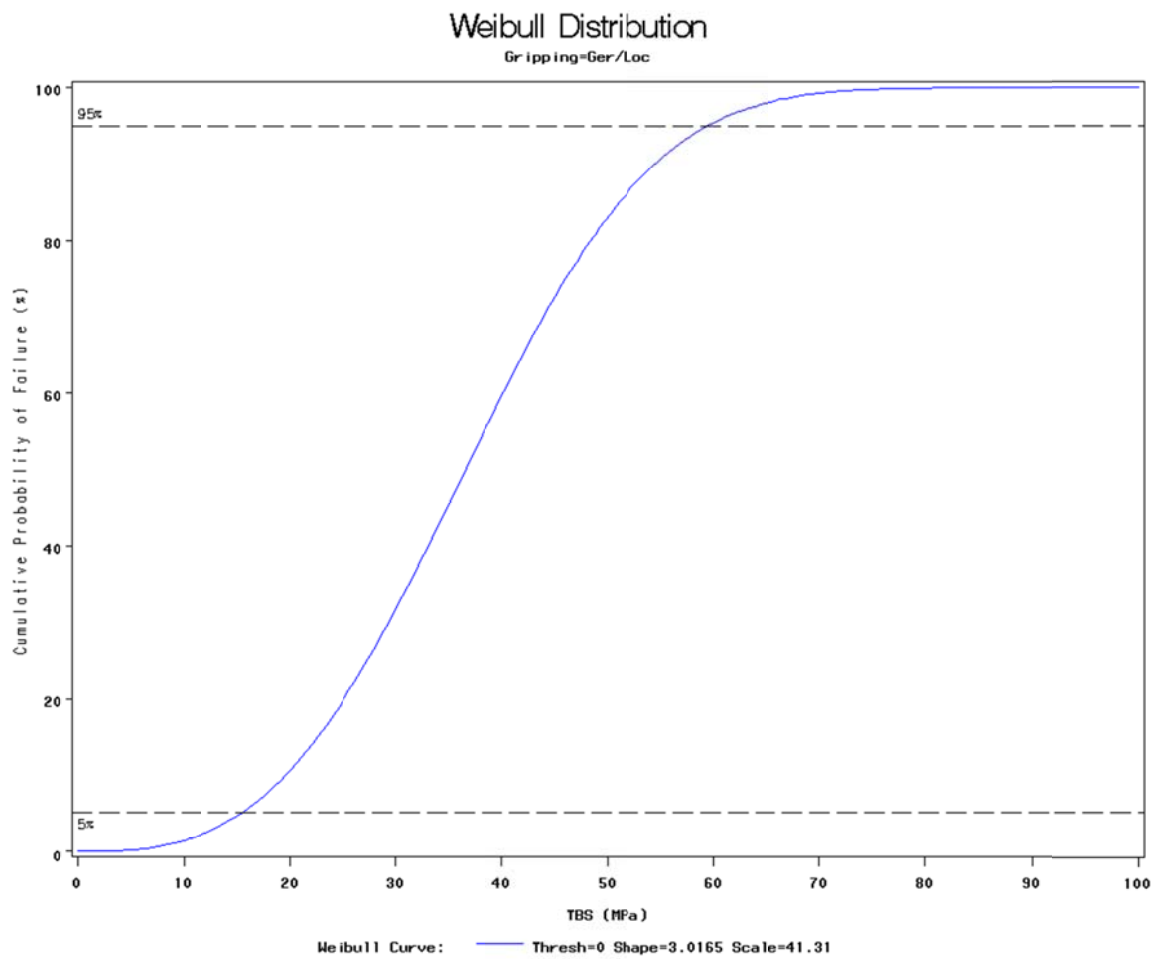


Figura 19. Probabilidade de falha (%) versus a resistência de união (MPa) para o dispositivo de Geraldeli com o adesivo à base de cianoacrilato SuperGlue.

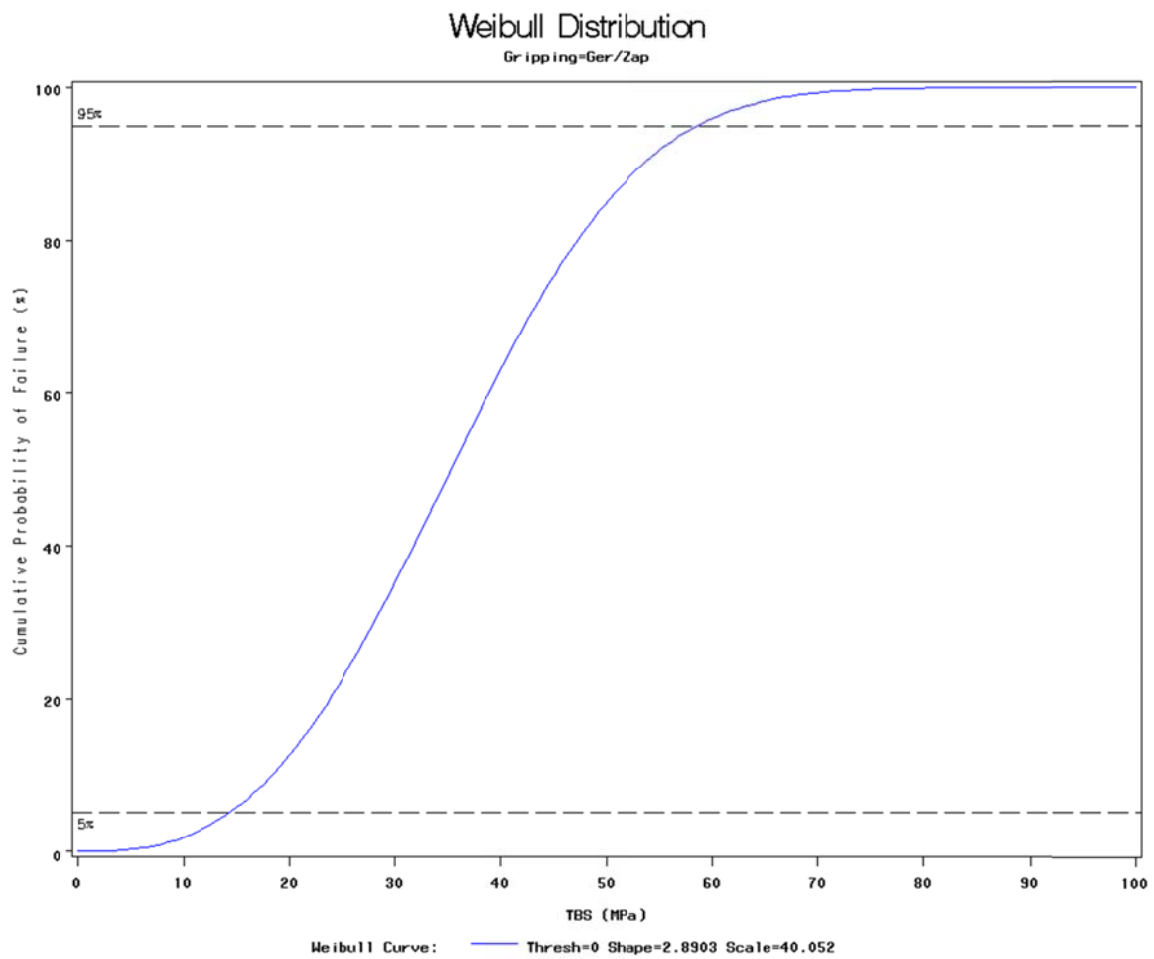


Figura 20. Probabilidade de falha (%) versus a resistência de união (MPa) para o dispositivo de Geraldeli com o adesivo à base de cianoacrilato Zapit.

5.2. Modo de Falha

Foi demonstrada associação significativa entre os modos de falha e o tipo do dispositivo de microtração utilizado ($p < 0,0001$). Os resultados indicaram que o dispositivo de Dircks apresentou maior número de falhas interfaciais (tipo A - 62,5%) que os dois outros dispositivos (37,8% para GeS e 19,4% para GeZ). Por outro lado, o dispositivo de Geraldeli com o adesivo à base de cianoacrilato Zapit (GeZ) apresentou mais falhas mistas (tipo D - 33,3%) que o dispositivo de Geraldeli com o adesivo à base de cianoacrilato SuperGlue (GeS - 13,5%) ou que o dispositivo de Dircks (Di - 10,0%) (Tabela 6). Também foi demonstrada associação significativa entre o tipo de dispositivo de microtração e o erro humano durante a fixação dos espécimes nos testes ($p = 0,0110$), indicando que o dispositivo de Dircks apresentou menor probabilidade de erros (2,38%) que os outros dois dispositivos combinados (GeS e GeZ = 19,05%).

Com o teste exato de Fisher, foi observada diferença significativa no modo de falha do grupo GeZ, indicando que os espécimes com cola de cianoacrilato contaminando sua interface adesiva apresentaram mais falhas interfaciais (tipo A - 66,67%) do que os espécimes sem cola em sua interface (15,15%). Nesse grupo, os espécimes que não tiveram sua interface adesiva contaminada por cola de cianoacrilato apresentaram mais falhas coesivas em dentina (tipo B - 27,27%) e mistas (tipo D - 36,36%) que os espécimes contaminados com cola na interface (0% e 0% respectivamente).

Tabela 6. Localização das fraturas e modo de falha para os espécimes testados nos três dispositivos de microtração.

Dispositivo	Tipo de Falha	Interfacial (A)	Coesiva em dentina (B)			Coesiva em resina composta (C)			Mista (D)			Excluídos	Total
			Região torneada ou área de teste	Fora da região torneada ou envolvendo a cola	Total	Região torneada ou área de teste	Fora da região torneada ou envolvendo a cola	Total	Região torneada ou área de teste	Fora da região torneada ou envolvendo a cola	Total		
Dircks (Di)	Freq	26	9	2	11	0	0	0	3	0	4	2	40 (35,4%)
	Total %	22,1			9,73			0			3,5		
	Linha %	62,5			27,5			0			10		
	Colun %	54,4			35,5			0			19		
Geraldeli Super Glue (GeS)	Freq	14	1	10	11	1	6	7	5	0	5	5	37 (32,7%)
	Total %	12,4			9,7			6,2			4,4		
	Linha %	37,8			29,7			18,9			13,5		
	Colun %	30,4			35,5			46,7			23,8		
Geraldeli Zapit (GeZ)	Freq	7	0	9	9	5	3	8	12	0	12	6	36 (31,9%)
	Total %	6,2			7,9			7			10,6		
	Linha %	19,4			25			22,2			33,3		
	Colun %	15,2			29			53,3			57,1		
Total		46 (40,7%)			31 (27,4%)			15 (13,3%)			21 (18,6%)		
Freq. de perdas												13	

A análise por microscopia eletrônica de varredura (MEV) revelou que a falha comumente ocorre da periferia para o centro da camada adesiva nos espécimes de haltere, com porções de substratos permanecendo aderidas na porção posterior e na periferia da região adesiva (Fig. 21A). Nos espécimes de seção retangular, as falhas ocorreram predominantemente dos ângulos das bordas para o centro da camada adesiva, ocorrendo falha de um dos substratos nessas bordas (Fig. 21B). A análise com espectroscopia por dispersão de energia (EDS) confirmou a presença de remanescentes de resina composta aderidos na periferia dos espécimes de haltere e nas bordas dos espécimes de palito (Fig. 22A e 22B).

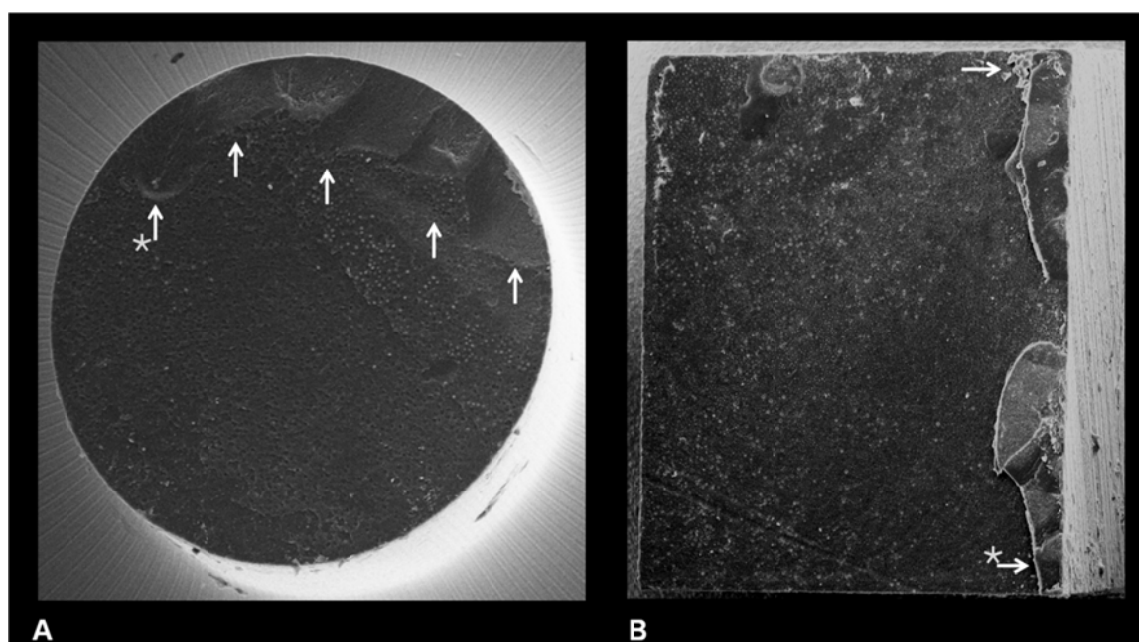


Figura 21. Imagens das superfícies fraturadas (Microscopia Eletrônica de Varredura - aumento padronizado em 85X): A- espécime de haltere com remanescentes de resina composta aderidos na periferia da região adesiva (setas brancas; *local de início da fratura); B- espécime de palito com remanescentes de resina composta aderidos nas bordas da região adesiva (setas brancas; *local de início da fratura)

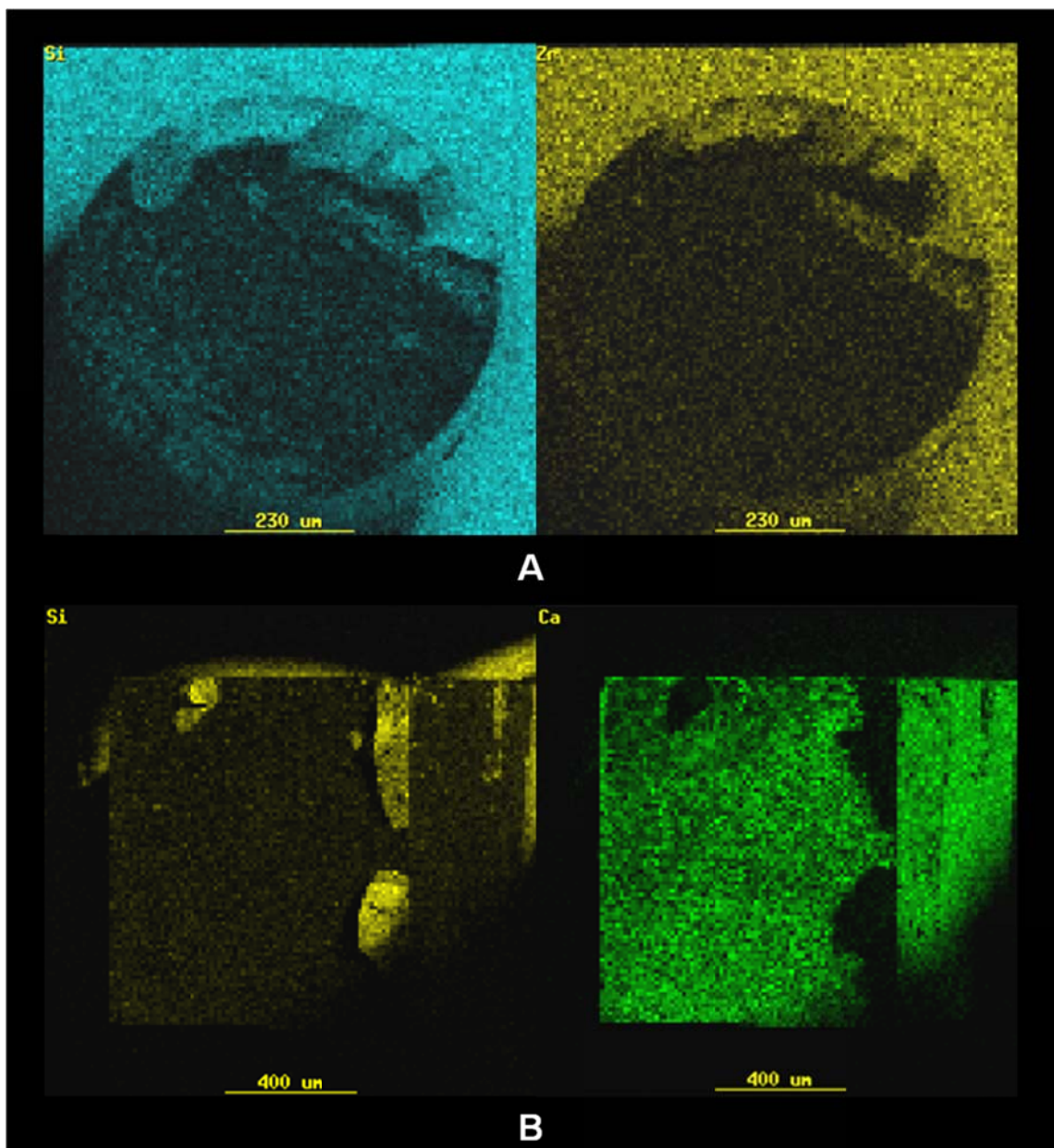


Figura 22. Composição elemental das superfícies fraturadas (Espectroscopia por dispersão de energia): A- traços mais claros de Sílica (Si) e Zircônia (Zr) da resina composta na periferia da região adesiva do espécime de haltere e na parte mais escura dentina; B- traços mais claros de Sílica (Si) da resina composta aderida nas bordas da região adesiva do espécime de palito e traços mais claros de Cálcio (Ca) demonstrando a dentina.

5.3. Distribuição de Tensões

No modelo do dispositivo de Dircks com o espécime de haltere observou-se distribuição mais uniforme de tensões no espécime quando comparado ao modelo do dispositivo de Geraldeli, com concentração de tensões nas abas de apreensão do espécime (Fig. 23A e 23B). Alguns pontos de concentração de tensões foram observados nas regiões onde ocorre o contato passivo entre o espécime e as abas do dispositivo de microtração, porém esta concentração de tensões dissipou-se pelas abas do dispositivo e pelas regiões sem torneamento do espécime (Fig. 23C e 24). Observou-se concentração de tensões na região posterior da camada adesiva, próximo à face interna do dispositivo de microtração e na periferia da mesma, com a região anterior apresentando menor concentração de tensões. Entretanto, a distribuição de tensões foi mais uniforme do que a observada na camada adesiva do espécime de palito. Na camada adesiva do espécime de haltere a concentração de tensões se iniciou na periferia, do mesmo lado da força aplicada, se espalhando para o centro da mesma (Fig. 26A).

O modelo do dispositivo de Geraldeli com o espécime de palito apresentou mínima concentração de tensões nas extremidades do espécime fixadas com o adesivo de cianoacrilato e no dispositivo metálico (Fig. 25A e 25B). O espécime de palito apresentou uma distribuição de tensões não-uniforme, com concentração maior de tensões na superfície posterior do espécime, que está mais próxima da canaleta do dispositivo de microtração. Esta concentração de tensões inicia-se no ângulo do espécime, do mesmo lado da força aplicada, e propaga-se para o centro do mesmo e conseqüentemente da camada adesiva (Fig. 25C). Foi observada maior concentração de tensão na região posterior e média da camada adesiva. A região anterior da camada adesiva apresentou menor concentração de tensões, provavelmente devida à distância do contato com o dispositivo de microtração, o que caracterizou um comportamento distinto na camada (Fig. 26B).

Os dois modelos ideais dos espécimes de haltere e palito, que foram simulados sem a influência do dispositivo de microtração, apresentaram grande uniformidade na distribuição de tensões em toda a extensão do corpo de prova e principalmente na camada adesiva (Fig. 27A e 27B). Apesar da homogeneidade na distribuição das tensões, o espécime de haltere apresentou pontos com leve concentração de tensões no final da região do colarinho e na periferia da camada adesiva. A influência dos dispositivos de microtração na distribuição de tensões dos espécimes tornou-se evidente com a análise desses modelos.

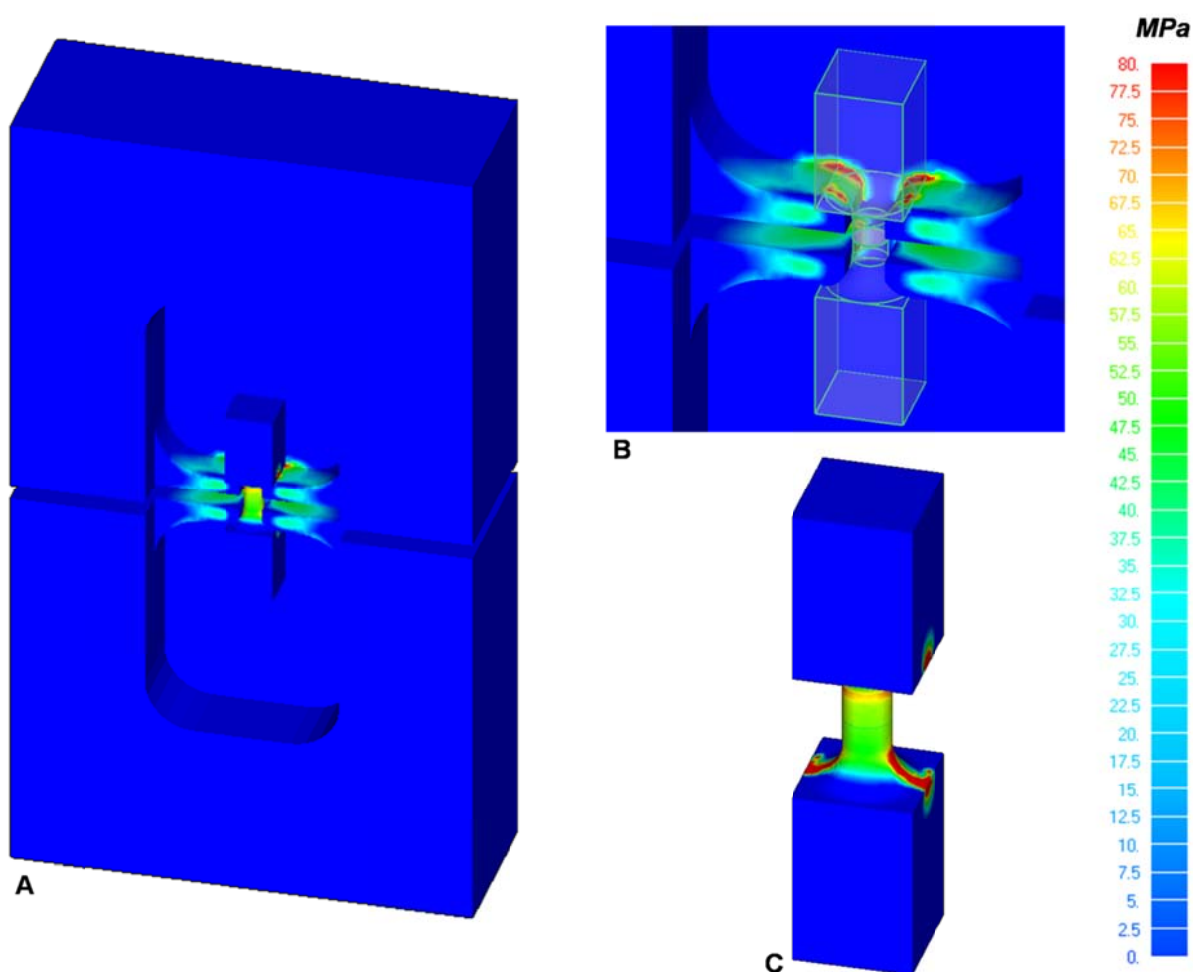


Figura 23. Distribuição de tensões pelo critério de von Mises no dispositivo de Dircks e no espécime de haltere com seção cilíndrica: A- dispositivo de Dircks completo, com espécime de haltere apreendido passivamente; B- detalhe do contato passivo do espécime com o dispositivo; C- Espécime de haltere.

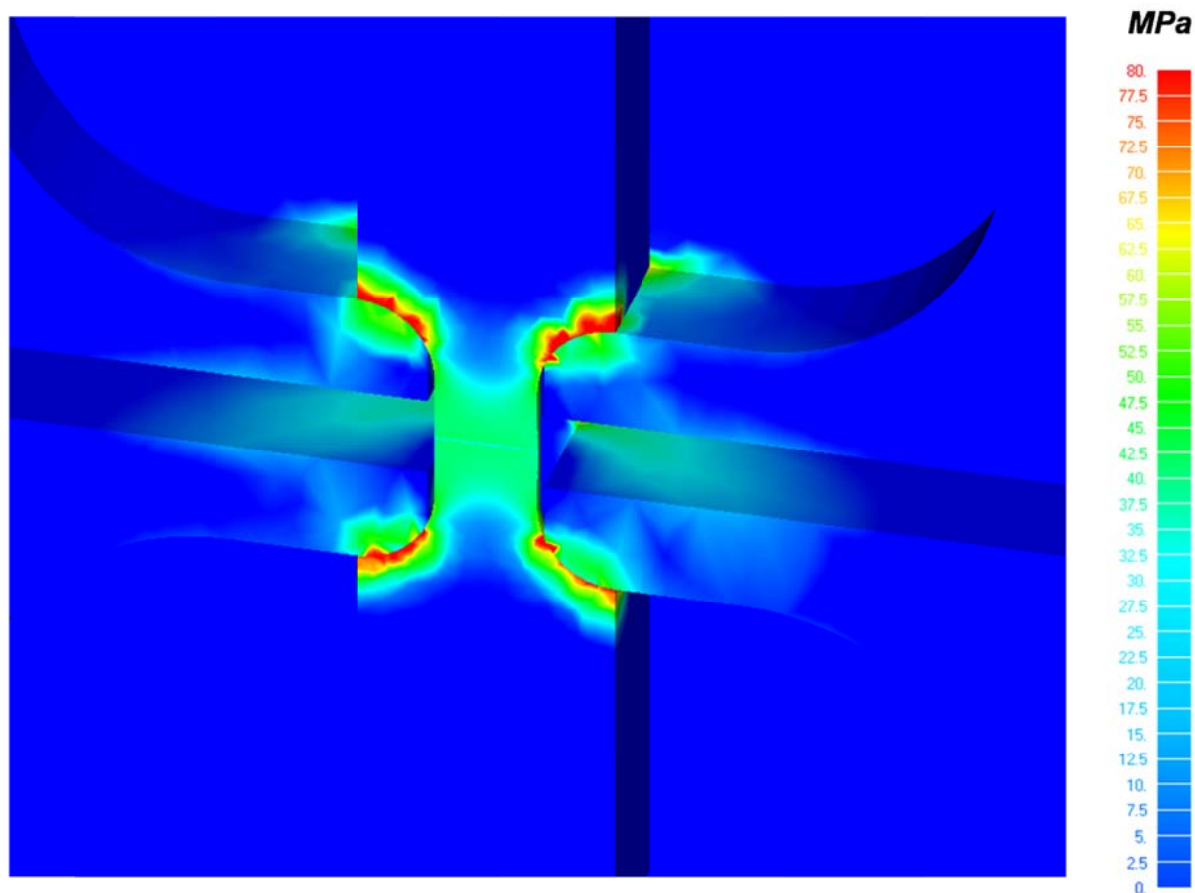


Figura 24. Distribuição de tensões pelo critério de von Mises no corte longitudinal do dispositivo de Dircks e do espécime de haltere demonstrando o contato entre as abas do dispositivo e os colarinhos superior e inferior do espécime.

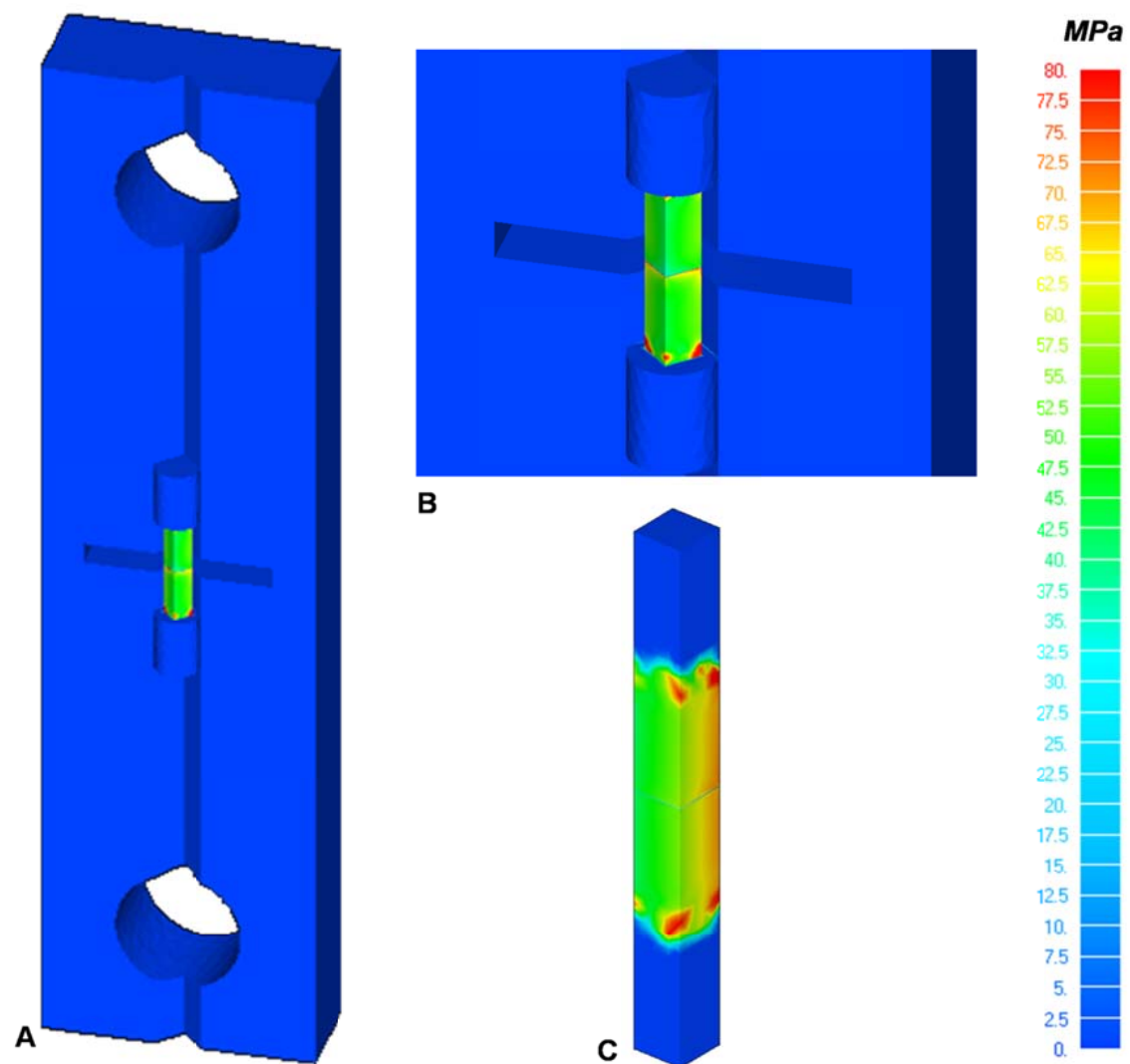


Figura 25. Distribuição de tensões pelo critério de von Mises no dispositivo de Geraldeli e no espécime de palito com seção retangular: A- dispositivo de Geraldeli completo, com espécime de palito fixado ativamente; B- detalhe do espécime fixado ativamente com cianoacrilato; C- Espécime de palito.

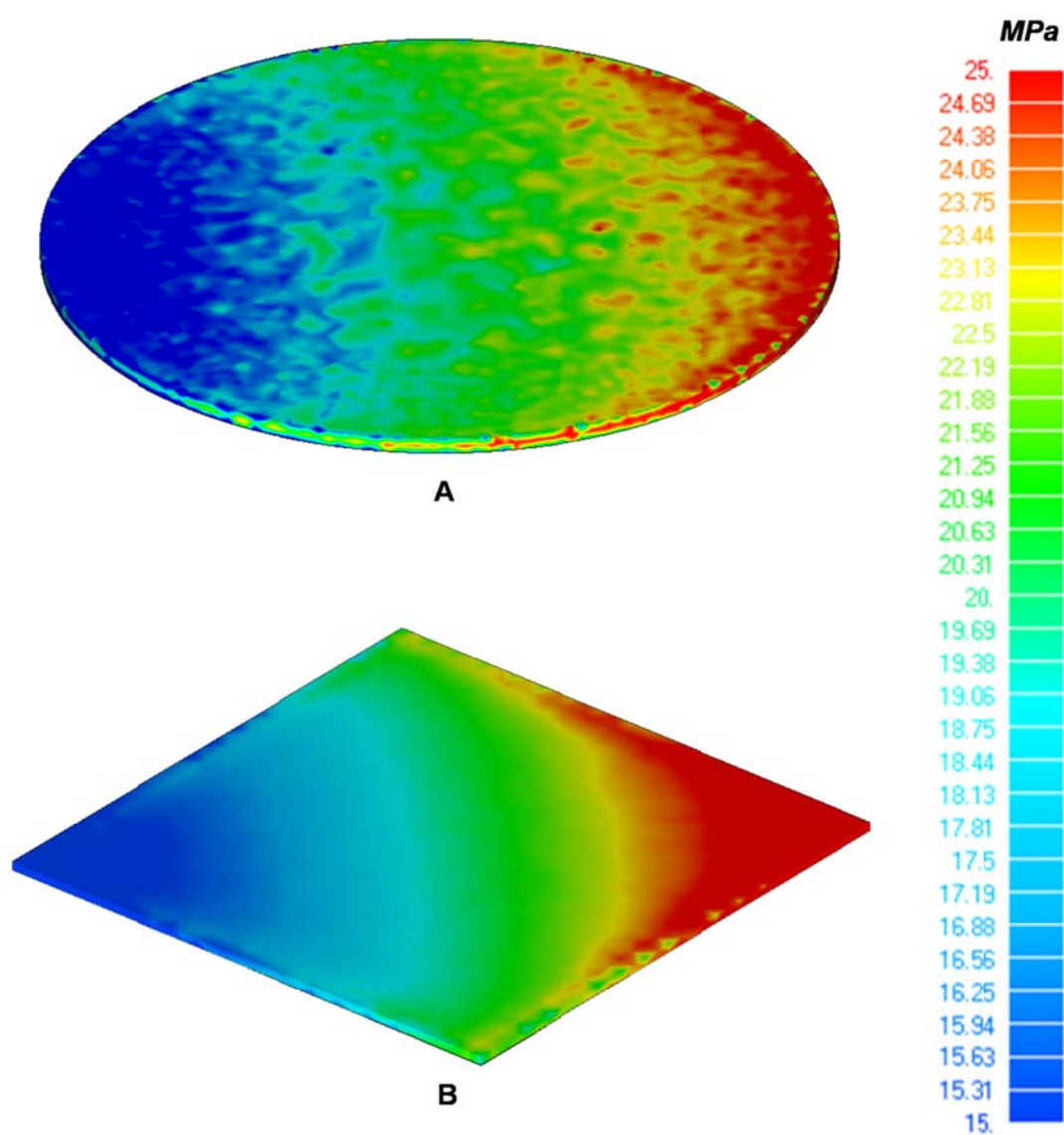


Figura 26. Distribuição de tensões nas camadas adesivas dos espécimes pelo critério de von Mises: A- espécime de haltere; B- espécime de palito.

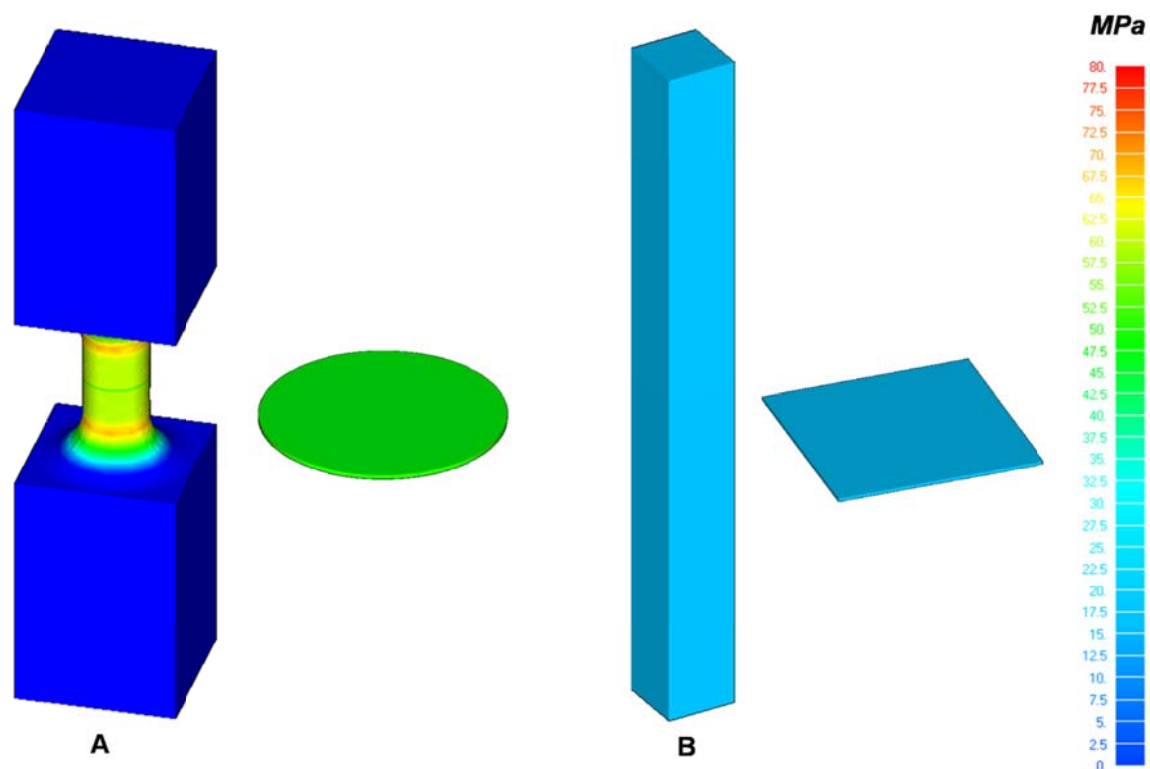


Figura 27. Distribuição de tensões pelo critério de von Mises nos espécimes de haltere (A) e de palito (B) simulados sem os dispositivos de microtração.

DISCUSSÃO

DISCUSSÃO

As hipóteses testadas no estudo foram parcialmente aceitas, pois observou-se influência dos parâmetros do teste de microtração nos resultados laboratoriais e nas simulações numéricas por elemento finitos realizadas.

As modificações induzidas por muitos autores na abordagem original do teste de microtração (Pashley et al., 1999), resultou em valores de resistência de união conflitantes para ensaios realizados com sistemas adesivos similares. Embora o espécime de ampolheta tenha sido o primeiro a ser introduzido (Sano et al., 1994b), alguns autores indicam o espécime de palito como o padrão para comparações entre diferentes estudos, devido à sua geometria menos variável quando comparado ao primeiro (Betamar et al., 2007b). Entretanto, a geometria do espécime não é único parâmetro que influencia a comparação entre os valores de resistência de união obtidos em diferentes estudos e a indicação de uma determinada geometria não deve ser feita baseada unicamente nesse tópico.

Apesar do espécime de ampolheta ser bem estabelecido, o processo manual de constrição realizado na região adesiva e a geometria retangular resultante na região da seção transversal atuam como fatores de concentração de tensões. Isto se deve a defeitos estruturais induzidos durante o processo de constrição e às arestas na região adesiva, que podem provocar falhas prematuras dos espécimes antes do teste ou mesmo com pequenas forças de tração (Betamar et al., 2007b; Betamar et al., 2007a; Ghassemieh, 2008). Os espécimes de palito têm boas indicações e grande aceitação, devido a sua fácil manipulação, não envolvendo realização de constrições na região adesiva e por gerar vários espécimes por dente (Shono et al., 1999). Porém, esta classe de espécimes possui concentradores de tensão naturais, os ângulos vivos em suas bordas. Além disso, ainda existe a possibilidade de indução de falhas durante o procedimento de corte dos palitos com o disco diamantado (Ferrari et al., 2002; Goracci et al., 2004; Sadek et al., 2006). Os espécimes de haltere são mais críticos de serem produzidos, pois exigem equipamentos especiais (Armstrong et al., 2003;

Sattabanasuk et al., 2007) e podem apresentar falha devido ao processo de torneamento. Entretanto, esta classe de espécimes apresenta melhor distribuição de tensões (Phrukkanon et al., 1998b; Ghassemieh, 2008; Neves et al., 2008; Soares et al., 2008c), principalmente por sua seção transversal ser cilíndrica, o que melhora a distribuição da força de tração aplicada pela camada adesiva, resultando em valores de resistência de união mais reais. Além disso, demonstrou-se que, se os espécimes de palito e de haltere estiverem livres de falhas grosseiras, espera-se que ambas as geometrias apresentem valores de resistência de união similares (Ghassemieh, 2008).

Como observado, espécimes com seção transversal cilíndrica promovem melhor distribuição de tensões ao longo da interface adesiva quando comparados a espécimes com seções transversais retangulares. Isto se deve a melhor distribuição das tensões na seção cilíndrica, que são distribuídas em torno da periferia da camada adesiva, enquanto nos espécimes de seção retangular as tensões tendem a se concentrar nas arestas (Phrukkanon et al., 1998b; Ghassemieh, 2008; Neves et al., 2008; Soares et al., 2008c). Esses achados foram confirmados pelos resultados da análise por elementos finitos deste estudo. Quando testados em seus respectivos dispositivos de microtração, os espécimes apresentaram concentração de tensões na superfície mais próxima do dispositivo aplicador de carga (região posterior dos espécimes), com maior concentração de tensões para o espécime de palito (Fig. 25C). Entretanto, o modelo ideal de palito utilizado como controle e testado sem o dispositivo de microtração não apresentou tais diferenças (Fig. 27B).

Além da heterogeneidade na geometria dos espécimes de microtração, o tipo de dispositivo utilizado para fixação e teste dos espécimes é outro fator que pode afetar diretamente os resultados das avaliações de resistência de união do método de microtração utilizado. Mesmo que os espécimes utilizados em um determinado estudo apresentem geometria uniforme, inclusive na região adesiva, a carga de tração pode não ser aplicada diretamente sobre as superfícies

superiores e inferiores como idealmente deveriam ser (El Zohairy et al., 2004), devido ao tipo de dispositivo de microtração utilizado. Espécimes de palito ou ampolheta, comumente são fixados ativamente em dispositivos com faces planas por meio de adesivos à base de cianoacrilato (Poitevin et al., 2007; Poitevin et al., 2008). Já os espécimes de haltere com seção transversal cilíndrica, normalmente são utilizados em dispositivos especiais de apreensão passiva (Phrukkanon et al., 1998a; Armstrong et al., 2003; Sattabanasuk et al., 2007). Entretanto, os resultados deste estudo não confirmaram efeito significativo do tipo de dispositivo de microtração nos valores de resistência de união, demonstrando não haver diferenças significantes entre os três grupos de dispositivos avaliados. Além disso, não foram observadas diferenças significantes nos valores de resistência de união entre os dispositivos quando o dente ou os espécimes foram aceitos como a unidade experimental. Isto provavelmente ocorreu devido à prevalência de falhas coesivas nos grupos testados com o dispositivo de Geraldini com ambas as colas (Tabela 6), o que pode ter sido responsável por valores relacionados com a resistência coesiva dos materiais dos espécimes e não com a resistência de união dos mesmos como ocorreu na maioria dos espécimes testados no dispositivo de Dircks.

As diferentes abordagens no modo de fixação dos espécimes de microtração podem também exercer algum grau de influência nos valores de resistência de união e principalmente distribuição de tensões, como a que ocorre quando os espécimes são fixados ativamente ao dispositivo de microtração por uma ou mais faces (Soares et al., 2008c). Alguns autores demonstraram por meio de modelos de elementos finitos que a fixação dos espécimes com a cola à base de cianoacrilato em apenas três lados das extremidades resulta em uma distribuição de tensões não-uniforme na camada adesiva (Silva et al., 2006). Os resultados obtidos pelo método de elementos finitos nesse estudo confirmam este comportamento. Quando o espécime de palito foi fixado ao dispositivo de microtração com cianoacrilato em todas as faces de sua extremidade, distribuição

não-uniforme de tensões foi observada na região posterior do espécime. Associado a isto, verificou-se propagação distinta das tensões da borda para o centro da camada adesiva. Entretanto, este comportamento não é atribuído às propriedades elásticas do cianoacrilato exclusivamente, mas também ao posicionamento do espécime fora do longo-eixo da aplicação da força no dispositivo de microtração utilizado (Silva et al., 2006).

Em adição, os adesivos à base de cianoacrilato utilizados figuram como fator contribuinte nas discrepâncias dos valores de resistência de união, pois essas colas devem idealmente assegurar a fixação dos espécimes no dispositivo com resistência maior que a da camada adesiva da interface dente-material (Poitevin et al., 2007). Até em um mesmo laboratório, a cola utilizada para fixação dos espécimes deveria ser padronizada durante os ensaios de microtração, devido à heterogeneidade na velocidade de contração e polimerização apresentada por diferentes marcas comerciais de adesivos à base de cianoacrilato. Foi demonstrado que a reação de polimerização do cianoacrilato pode gerar tensões nos espécimes de microtração, antes mesmo do teste ser iniciado (Poitevin et al., 2007). Os resultados laboratoriais do presente estudo demonstraram um grande número de falhas envolvendo as colas utilizadas para fixação dos espécimes (Tabela 6, grupos GeS e GeZ), mesmo utilizando um dispositivo com canaleta auto-alinhante que requer menos cola e reduz a possibilidade de contaminação da região adesiva (Poitevin et al., 2007; Poitevin et al., 2008). Entretanto, observou-se diferença significativa nos valores de resistência de união de espécimes que foram re-colados, os quais apresentaram maior média de resistência de união que aqueles que não foram re-colados (43,67 contra 33,74 MPa). Além disso, foi observada diferença significativa no modo de falha do grupo GeZ na presença de cola de cianoacrilato contaminando a interface adesiva, com uma maior tendência a falhas interfaciais (tipo A), enquanto espécimes sem contaminação da interface adesiva apresentaram mais falhas coesivas em dentina e mistas (tipo B e D respectivamente). Esses problemas podem afetar os resultados de estudos de

pesquisadores que estejam desatentos a esses fatores. Desta forma, cuidado especial deve ser tomado para reduzir o impacto potencial dos adesivos à base de cianoacrilato na resistência de união dos espécimes de microtração, como a correta utilização do produto e evitar contaminação da região adesiva dos espécimes.

Esses inconvenientes não foram observados com o dispositivo auto-alinhante de apreensão passiva (Dircks). Como este dispositivo não envolve a utilização de colas para fixação dos espécimes, o teste se torna mais reproduzível, com menos variações entre operadores, devido à simples manipulação e posicionamento dos espécimes no dispositivo. Em adição, a canaleta auto-alinhante permite alinhamento eficiente do espécime e conseqüentemente aplicação mais efetiva da força de tração, com um menor risco de que forças de flexão atuem sobre a camada adesiva. Outras vantagens deste dispositivo são a ausência de pré-carregamento do espécime que pode ocorrer com o método de apreensão ativa. Ainda a ausência de desidratação do espécime, necessária quando se utiliza colas para fixação e a possibilidade de testar espécimes com espessura remanescente de dentina menor que 1 mm (Armstrong et al., 2010).

Como observado nos resultados, o modo de falha foi significativamente afetado pelo tipo de dispositivo de microtração empregado e os resultados indicaram que o dispositivo de Dircks (grupo Di) produziu mais falhas do tipo interfacial (tipo A – 62,5%) que os outros dois dispositivos avaliados (37,8% para o grupo GeS e 19,4% para o grupo GeZ), possivelmente devido ao melhor alinhamento e melhor distribuição de tensões que ocorre na camada adesiva do espécime. Além disso, observou-se que o dispositivo de Dircks produziu menos erros humanos durante a manipulação dos espécimes (2,38%) que os outros dois dispositivos juntos (19,05%).

Não obstante, como discutido previamente, os espécimes de haltere com seção cilíndrica testados no dispositivo de Dircks apresentam melhor distribuição

de tensões que os espécimes de ampulheta ou palito (Phrukkanon et al., 1998b; Ghassemieh, 2008; Neves et al., 2008; Soares et al., 2008c). Neves et al., demonstraram que como o final da constrição dos espécimes de haltere se localiza distante o bastante do meio do espécime, conseqüentemente a distribuição de tensões na região de interesse não é afetada, seguindo o princípio de St. Venant (Neves et al., 2008). Estes achados foram também confirmados pelos resultados do presente estudo. Embora as análises dos modelos dos dispositivos de Dircks e Geraldeli tenham apresentado concentração de tensões na região posterior dos espécimes próxima ao dispositivo, comparado a camada adesiva do espécime de palito testado no dispositivo de Geraldeli, o espécime de haltere apresentou claramente uma distribuição de tensões mais homogênea. As tensões se iniciam na periferia da camada adesiva cilíndrica (haltere) e são distribuídas ao longo de toda camada adesiva, diferentemente da camada retangular (palito), na qual as tensões se concentram no ângulo de uma das bordas e são posteriormente transmitidas à região central. Resultados similares foram observados por Phrukkanon e colaboradores (Phrukkanon et al., 1998b).

De acordo com os princípios fractográficos (Mecholsky, 1995a; Della Bona et al., 2003), os resultados obtidos nas análises por elementos finitos sugerem que a falha pode ocorrer da periferia da região adesiva para o centro da mesma no espécime de haltere e do ângulo das bordas para o centro nos espécimes de palito. Essa tendência foi confirmada pela análise por microscopia eletrônica de varredura dos espécimes fraturados, com a resina composta permanecendo aderida na região posterior próximo a periferia da região adesiva do espécime de haltere (Fig. 21A) e a dentina ou resina fraturando nas bordas do espécime de palito (Fig. 21B), de acordo com outros resultados já apresentados (Poitevin et al., 2008). O relacionamento entre as regiões de maior concentração de tensões observadas nas análises por elementos finitos e as regiões de falha dos espécimes foi confirmado pela análise por espectroscopia de dispersão de energia (EDS), que demonstrou remanescentes de resina composta aderidos às regiões

periféricas dos espécimes de haltere e nas bordas dos espécimes de palito (Fig. 22A e 22B). Desta forma, se os espécimes forem corretamente testados e estiverem livres de falhas, estas regiões provavelmente serão os pontos prioritários onde a iniciação da falha ocorrerá, endossando a afirmação que o modelo de falha é dependente do tipo de seção transversal do espécime (Phrukkanon et al., 1998b).

Com os melhores resultados observados para o dispositivo de Dircks, pode-se supor que este dispositivo elimine a maioria das variáveis do teste de microtração, como o modo de fixação do espécime, desalinhamento do espécime e mesmo variações na geometria do mesmo, pois este dispositivo é capaz de testar apenas espécimes de haltere com seção cilíndrica. Isto é parcialmente verdadeiro, pois como a não-uniformidade na distribuição das tensões em espécimes de microtração não pode ser completamente evitada (Neves et al., 2008), este dispositivo pelo menos minimiza esta situação, reduzindo as discrepâncias entre os resultados de resistência de união. Entretanto, a aplicação da força de tração pelas abas de fixação passivas na região do colarinho do espécime de haltere promove ligeira perturbação na homogeneidade da distribuição de tensões na região média da seção transversal e essas tensões não são totalmente dissipadas ao longo da seção, como idealiza o princípio de St. Venant (Fig. 24).

O carregamento ideal deveria ser aplicado diretamente nas superfícies das regiões superior e inferior dos espécimes, permitindo a ação de forças de tração pura na camada adesiva (El Zohairy et al., 2004), evitando assim perturbações significantes da distribuição de tensões próximo à região de interesse. Um novo dispositivo de microtração com design “top-bottom” que realiza apreensão passiva na região superior do espécime por meio de um mandril e ativa na região inferior do mesmo utilizando adesivo à base de cianoacrilato foi introduzido por Poitevin et al. (2007). Este novo modelo comparado aos dispositivos de microtração de apreensão ativa com superfície plana ou mesmo

aos que possuem canaleta auto-alinhante, produziu menores variações entre os resultados obtidos e mais falhas na interface adesiva (Poitevin et al., 2007; Poitevin et al., 2008). Isto pode ser atribuído ao alinhamento perpendicular do espécime e da interface adesiva com a força de tração imposta. Embora este dispositivo apresente boa proposição, o mesmo utiliza o método de apreensão ativa da porção inferior com adesivo à base de cianoacrilato, o que pode resultar em falhas de apreensão da amostra ou outros problemas inerentes a esse tipo de cola como anteriormente discutido. Dessa forma, um dispositivo que faça apreensão passiva dos espécimes sem a utilização de colas à base de cianoacrilato e que possa transferir a força de tração paralelamente às superfícies superior e inferior dos mesmos, ainda se faz necessário para melhoria do teste de microtração.

Este estudo apresenta algumas limitações intrínsecas, como a avaliação da resistência de união de um único sistema adesivo e utilização de geometrias específicas de espécimes para cada um dos dispositivos de microtração testados. A análise por elementos finitos linear e a utilização de critério qualitativo para avaliação da concentração das tensões (von Mises) também figuram como limitações. Além disso, as estruturas dos modelos foram consideradas isotrópicas e a adesão entre as partes geométricas foi aceita como sendo perfeita. A concentração de tensões provocada pela reação de polimerização do adesivo à base de cianoacrilato nos espécimes testados em dispositivos de apreensão ativa (Poitevin et al., 2007) não foi levada em consideração nas análises dos modelos de elementos finitos. Entretanto, os dados experimentais e a confirmação dos locais de iniciação das fraturas e do modo de falha estão em acordo com os resultados das análises numéricas. As análises tridimensionais por elementos finitos produziram um quadro realístico da influência dos parâmetros de teste na metodologia da microtração, fornecendo informações úteis sobre a distribuição de tensões nos dispositivos, espécimes e na interface adesiva dos mesmos (Silva et al., 2006).

Um consenso ainda não existe entre a comunidade científica sobre qual a conduta apropriada e a melhor forma de utilização do teste de microtração. Além disso, as tentativas de padronização desta metodologia têm se mostrado complexas (Armstrong et al., 2010). Dessa forma, a escolha dos parâmetros que envolvem os ensaios mecânicos empregados no teste de microtração deve ser baseada prioritariamente em achados científicos e no bom conhecimento da metodologia, buscando eliminar variáveis do teste que possam influenciar os resultados entre espécimes de um mesmo estudo. Necessita-se também, o entendimento de que a resistência de união está diretamente relacionada com a distribuição local de tensões no espécime que ocorre durante o teste e principalmente, o quanto os resultados obtidos se relacionam com a performance clínica do material avaliado. Até que a relação entre os resultados dos testes de resistência de união e a performance clínica seja completamente estabelecida, ações concretas devem ser tomadas em busca de uma melhor padronização da metodologia da microtração como, por exemplo, adoção de terminologias universalmente aceitas, padronização no manuseio e fabricação dos espécimes, além da padronização da configuração mecânica na execução do testes. Testes de união, independentemente do tipo, continuam sendo ferramentas úteis na verificação de novas abordagens propostas em novos sistemas adesivos e na investigação de variáveis experimentais (Armstrong et al., 2010).

CONCLUSÕES

CONCLUSÕES

Dentro das limitações deste estudo *in vitro*, as seguintes conclusões foram obtidas:

1. Não se observou efeito significativo do tipo de dispositivo de microtração nos valores de resistência de união independentemente se o dente ou o espécime foi definido como a unidade experimental em estudo;
2. Espécimes re-colados com o adesivo à base de cianoacrilato apresentaram diferença significativa na resistência de união, com maiores valores comparados aos que não foram re-colados;
3. O modo de falha dos espécimes foi influenciado significativamente pelo tipo de dispositivo de microtração, com o dispositivo passivo de Dircks produzindo mais falhas do tipo interfacial que o dispositivo ativo de Geraldeli utilizado com ambos os tipos de adesivos à base de cianoacrilato;
4. A contaminação da interface adesiva dos espécimes com o adesivo à base de cianoacrilato Zapit gerou mais falhas interfaciais que os espécimes que não tiveram sua interface adesiva contaminada;
5. Encontrou-se associação significativa entre o tipo de dispositivo de microtração e o erro humano na manipulação dos espécimes, com o dispositivo de Dircks mostrando menor propensão ao erro que os outros dois dispositivos combinados (Geraldeli com SuperGlue ou Geraldeli com Zapit);
6. O dispositivo de Dircks propiciou distribuição de tensões mais uniforme na camada adesiva do espécime com forma de haltere, comparado à camada adesiva do espécime com forma de palito montado no dispositivo de Geraldeli;
7. Foi observada clara influência dos dispositivos de microtração na distribuição de tensões dos espécimes, com os modelos de espécimes

testados sem os dispositivos apresentando maior uniformidade na distribuição de tensões;

8. As regiões de maior concentração de tensões verificadas na camada adesiva foram confirmadas pelas análises por MEV e EDS, com remanescentes de dentina/resina permanecendo aderidos na periferia da camada adesiva cilíndrica (haltere) e nas bordas da camada adesiva retangular (palito);
9. Um dispositivo de microtração que realize apreensão passiva dos espécimes e possa transferir a força de tração paralelamente às superfícies superiores e inferiores dos mesmos ainda se faz necessário.

REFERÊNCIAS

REFERÊNCIAS

1. Armstrong S, Geraldeli S, Maia R, Raposo LH, Soares CJ, Yamagawa J. Adhesion to tooth structure: A critical review of "micro" bond strength test methods. **Dent Mater.** 2010;26(2):e50-e62.
2. Armstrong SR, Boyer DB, Keller JC. Microtensile bond strength testing and failure analysis of two dentin adhesives. **Dent Mater.** 1998;14(1):44-50.
3. Armstrong SR, Jessop JL, Vargas MA, Zou Y, Qian F, Campbell JA, et al. Effects of exogenous collagenase and cholesterol esterase on the durability of the resin-dentin bond. **J Adhes Dent.** 2006;8(3):151-60.
4. Armstrong SR, Keller JC, Boyer DB. The influence of water storage and C-factor on the dentin-resin composite microtensile bond strength and debond pathway utilizing a filled and unfilled adhesive resin. **Dent Mater.** 2001;17(3):268-76.
5. Armstrong SR, Vargas MA, Fang Q, Laffoon JE. Microtensile bond strength of a total-etch 3-step, total-etch 2-step, self-etch 2-step, and a self-etch 1-step dentin bonding system through 15-month water storage. **J Adhes Dent.** 2003;5(1):47-56.
6. Betamar N, Cardew G, Van Noort R. The effect of variations in hourglass specimen design on microtensile bond strength to dentin. **J Adhes Dent.** 2007a;9(5):427-36.
7. Betamar N, Cardew G, Van Noort R. Influence of specimen designs on the microtensile bond strength to dentin. **J Adhes Dent.** 2007b;9(2):159-68.
8. Brackett MG, Tay FR, Brackett WW, Dib A, Dipp FA, Mai S, et al. In vivo chlorhexidine stabilization of hybrid layers of an acetone-based dentin adhesive. **Oper Dent.** 2009;34(4):379-83.
9. Castro CG, Santos Filho PC, Mota AS, Campos RE, Soares CJ. Effect of a bonding resin layer associated with a self-etching adhesive system on the bond strength of indirect restorations. **J Appl Oral Sci.** 2007;15(2):94-8.
10. Cekic-Nagas I, Ergun G, Nagas E, Tezvergil A, Vallittu PK, Lassila LV. Comparison between regional micropush-out and microtensile bond strength of resin composite to dentin. **Acta Odontol Scand.** 2008;66(2):73-81.

11. Chung CW, Yiu CK, King NM, Hiraishi N, Tay FR. Effect of saliva contamination on bond strength of resin luting cements to dentin. **J Dent.** 2009;37(12):923-31.
12. Chung SM, Yap AU, Koh WK, Tsai KT, Lim CT. Measurement of Poisson's ratio of dental composite restorative materials. **Biomaterials.** 2004;25(13):2455-60.
13. Coelho PG, Calamia C, Harsono M, Thompson VP, Silva NR. Laboratory and FEA evaluation of dentin-to-composite bonding as a function adhesive layer thickness. **Dent Mater.** 2008;24(10):1297-303.
14. D'Arcangelo C, Vanini L, Prosperi GD, Di Bussolo G, De Angelis F, D'Amario M, et al. The influence of adhesive thickness on the microtensile bond strength of three adhesive systems. **J Adhes Dent.** 2009;11(2):109-15.
15. Della Bona A, Anusavice KJ, Mecholsky JJ, Jr. Failure analysis of resin composite bonded to ceramic. **Dent Mater.** 2003;19(8):693-9.
16. Della Bona A, van Noort R. Shear vs. tensile bond strength of resin composite bonded to ceramic. **J Dent Res.** 1995;74(9):1591-6.
17. Eckert GJ, Platt JA. A statistical evaluation of microtensile bond strength methodology for dental adhesives. **Dent Mater.** 2007;23(3):385-91.
18. El Zohairy AA, de Gee AJ, de Jager N, van Ruijven LJ, Feilzer AJ. The influence of specimen attachment and dimension on microtensile strength. **J Dent Res.** 2004;83(5):420-4.
19. Ferrari M, Goracci C, Sadek F, Eduardo P, Cardoso C. Microtensile bond strength tests: scanning electron microscopy evaluation of sample integrity before testing. **Eur J Oral Sci.** 2002;110(5):385-91.
20. Ghassemieh E. Evaluation of sources of uncertainties in microtensile bond strength of dental adhesive system for different specimen geometries. **Dent Mater.** 2008;24(4):536-47.
21. Giachetti L, Bambi C, Nieri M, Scaminaci Russo D. Double microtensile bond strength test: an alternative methodology for sample preparation. **Eur J Oral Sci.** 2009;117(2):204-7.

22. Giannini M, Soares CJ, de Carvalho RM. Ultimate tensile strength of tooth structures. **Dent Mater.** 2004;20(4):322-9.
23. Goracci C, Sadek FT, Monticelli F, Cardoso PE, Ferrari M. Influence of substrate, shape, and thickness on microtensile specimens' structural integrity and their measured bond strengths. **Dent Mater.** 2004;20(7):643-54.
24. Guzman-Ruiz S, Armstrong SR, Cobb DS, Vargas MA. Association between microtensile bond strength and leakage in the indirect resin composite/dentin adhesively bonded joint. **J Dent.** 2001;29(2):145-53.
25. Hashimoto M, Ohno H, Endo K, Kaga M, Sano H, Oguchi H. The effect of hybrid layer thickness on bond strength: demineralized dentin zone of the hybrid layer. **Dent Mater.** 2000;16(6):406-11.
26. Hiraishi N, Yiu CK, King NM, Tay FR. Effect of 2% chlorhexidine on dentin microtensile bond strengths and nanoleakage of luting cements. **J Dent.** 2009;37(6):440-8.
27. Jones CT, Chan DC, Pashley D, de Goes MF, Nelson SK. Microtensile bond strength testing and failure analysis of hybrid and flowable composites. **J Adhes Dent.** 2006;8(1):13-20.
28. Klein-Junior CA, Zander-Grande C, Amaral R, Stanislawczuk R, Garcia EJ, Baumhardt-Neto R, et al. Evaporating solvents with a warm air-stream: effects on adhesive layer properties and resin-dentin bond strengths. **J Dent.** 2008;36(8):618-25.
29. Loguercio AD, Uceda-Gomez N, Carrilho MR, Reis A. Influence of specimen size and regional variation on long-term resin-dentin bond strength. **Dent Mater.** 2005;21(3):224-31.
30. McKenzie I, Jones R, Marshall IH, Galea S. Optical fibre sensor for health monitoring of bonded repair systems. **Comp Struct.** 2000;50(4):405-16.
31. Mecholsky JJ, Jr. Fractography: determining the sites of fracture initiation. **Dent Mater.** 1995a;11(2):113-6.
32. Mecholsky JJ, Jr. Fracture mechanics principles. **Dent Mater.** 1995b;11(2):111-2.

33. Meira JB, Souza RM, Driemeier L, Ballester RY. Stress concentration in microtensile tests using uniform material. **J Adhes Dent.** 2004;6(4):267-73.
34. Misra A, Spencer P, Marangos O, Wang Y, Katz JL. Micromechanical analysis of dentin/adhesive interface by the finite element method. **J Biomed Mater Res B Appl Biomater.** 2004;70(1):56-65.
35. Nakabayashi N, Watanabe A, Arao T. A tensile test to facilitate identification of defects in dentine bonded specimens. **J Dent.** 1998;26(4):379-85.
36. Neves AA, Coutinho E, Cardoso MV, Jaecques S, Lambrechts P, Sloten JV, et al. Influence of notch geometry and interface on stress concentration and distribution in micro-tensile bond strength specimens. **J Dent.** 2008;36(10):808-15.
37. Neves AA, Coutinho E, Poitevin A, Van der Sloten J, Van Meerbeek B, Van Oosterwyck H. Influence of joint component mechanical properties and adhesive layer thickness on stress distribution in micro-tensile bond strength specimens. **Dent Mater.** 2009;25(1):4-12.
38. Pashley DH, Carvalho RM, Sano H, Nakajima M, Yoshiyama M, Shono Y, et al. The microtensile bond test: a review. **J Adhes Dent.** 1999;1(4):299-309.
39. Pashley DH, Sano H, Ciucchi B, Yoshiyama M, Carvalho RM. Adhesion testing of dentin bonding agents: a review. **Dent Mater.** 1995;11(2):117-25.
40. Perdigão J, Geraldeli S, Carmo AR, Dutra HR. In vivo influence of residual moisture on microtensile bond strengths of one-bottle adhesives. **J Esthet Restor Dent.** 2002;14(1):31-8.
41. Perinka L, Sano H, Hosoda H. Dentin thickness, hardness, and Ca-concentration vs bond strength of dentin adhesives. **Dent Mater.** 1992;8(4):229-33.
42. Phrukkanon S, Burrow MF, Tyas MJ. Effect of cross-sectional surface area on bond strengths between resin and dentin. **Dent Mater.** 1998a;14(2):120-8.
43. Phrukkanon S, Burrow MF, Tyas MJ. The influence of cross-sectional shape and surface area on the microtensile bond test. **Dent Mater.** 1998b;14(3):212-21.
44. Poitevin A, De Munck J, Van Landuyt K, Coutinho E, Peumans M, Lambrechts P, et al. Critical analysis of the influence of different parameters on the microtensile bond strength of adhesives to dentin. **J Adhes Dent.** 2008;10(1):7-16.

45. Poitevin A, De Munck J, Van Landuyt K, Coutinho E, Peumans M, Lambrechts P, et al. Influence of three specimen fixation modes on the micro-tensile bond strength of adhesives to dentin. **Dent Mater J.** 2007;26(5):694-9.
46. Pongprueksa P, Kuphasuk W, Senawongse P. The elastic moduli across various types of resin/dentin interfaces. **Dent Mater.** 2008;24(8):1102-6.
47. Prati C, Pashley DH. Dentin wetness, permeability and thickness and bond strength of adhesive systems. **Am J Dent.** 1992;5(1):33-8.
48. Reis A, de Oliveira Bauer JR, Loguercio AD. Influence of crosshead speed on resin-dentin microtensile bond strength. **J Adhes Dent.** 2004a;6(4):275-8.
49. Reis A, Rocha de Oliveira Carrilho M, Schroeder M, Tancredo LL, Loguercio AD. The influence of storage time and cutting speed on microtensile bond strength. **J Adhes Dent.** 2004b;6(1):7-11.
50. Sabbagh J, Vreven J, Leloup G. Dynamic and static moduli of elasticity of resin-based materials. **Dent Mater.** 2002;18(1):64-71.
51. Sadek FT, Monticelli F, Muench A, Ferrari M, Cardoso PE. A novel method to obtain microtensile specimens minimizing cut flaws. **J Biomed Mater Res B Appl Biomater.** 2006;78(1):7-14.
52. Sano H, Ciucchi B, Matthews WG, Pashley DH. Tensile properties of mineralized and demineralized human and bovine dentin. **J Dent Res.** 1994a;73(6):1205-11.
53. Sano H, Shono T, Sonoda H, Takatsu T, Ciucchi B, Carvalho R, et al. Relationship between surface area for adhesion and tensile bond strength--evaluation of a micro-tensile bond test. **Dent Mater.** 1994b;10(4):236-40.
54. Santana FR, Pereira JC, Pereira CA, Fernandes Neto AJ, Soares CJ. Influence of method and period of storage on the microtensile bond strength of indirect composite resin restorations to dentine. **Braz Oral Res.** 2008;22(4):352-7.
55. Sattabanasuk V, Vachiramon V, Qian F, Armstrong SR. Resin-dentin bond strength as related to different surface preparation methods. **J Dent.** 2007;35(6):467-75.

56. Shono Y, Ogawa T, Terashita M, Carvalho RM, Pashley EL, Pashley DH. Regional measurement of resin-dentin bonding as an array. **J Dent Res.** 1999;78(2):699-705.
57. Silva NR, Calamia CS, Harsono M, Carvalho RM, Pegoraro LF, Fernandes CA, et al. Bond angle effects on microtensile bonds: laboratory and FEA comparison. **Dent Mater.** 2006;22(4):314-24.
58. Soares CJ, Castro CG, Neiva NA, Soares PV, Santos-Filho PC, Naves LZ, et al. Effect of gamma irradiation on ultimate tensile strength of enamel and dentin. **J Dent Res.** 2010;89(2):159-64.
59. Soares CJ, Castro CG, Santos Filho PC, da Mota AS. Effect of previous treatments on bond strength of two self-etching adhesive systems to dental substrate. **J Adhes Dent.** 2007a;9(3):291-6.
60. Soares CJ, Pereira CA, Pereira JC, Santana FR, do Prado CJ. Effect of chlorhexidine application on microtensile bond strength to dentin. **Oper Dent.** 2008a;33(2):183-8.
61. Soares CJ, Santana FR, Castro CG, Santos-Filho PC, Soares PV, Qian F, et al. Finite element analysis and bond strength of a glass post to intraradicular dentin: comparison between microtensile and push-out tests. **Dent Mater.** 2008b;24(10):1405-11.
62. Soares CJ, Santana FR, Silva NR, Pereira JC, Pereira CA. Influence of the endodontic treatment on mechanical properties of root dentin. **J Endod.** 2007b;33(5):603-6.
63. Soares CJ, Soares PV, Santos-Filho PC, Armstrong SR. Microtensile specimen attachment and shape--finite element analysis. **J Dent Res.** 2008c;87(1):89-93.
64. Soares PV, Santos-Filho PC, Gomide HA, Araujo CA, Martins LR, Soares CJ. Influence of restorative technique on the biomechanical behavior of endodontically treated maxillary premolars. Part II: strain measurement and stress distribution. **J Prosthet Dent.** 2008d;99(2):114-22.
65. Sudsangiam S, van Noort R. Do dentin bond strength tests serve a useful purpose? **J Adhes Dent.** 1999;1(1):57-67.

66. Tao L, Pashley DH. The relationship between dentin bond strengths and dentin permeability. **Dent Mater.** 1989;5(2):133-9.
67. Valandro LF, Ozcan M, Amaral R, Passos SP, Bottino MA. Does the bonded cross-sectional surface area affect the microtensile bond strength of resin cement to glass-ceramic? **Minerva Stomatol.** 2008;57(10):497-504.
68. Van Noort R, Cardew GE, Howard IC, Noroozi S. The effect of local interfacial geometry on the measurement of the tensile bond strength to dentin. **J Dent Res.** 1991;70(5):889-93.
69. Van Noort R, Noroozi S, Howard IC, Cardew G. A critique of bond strength measurements. **J Dent.** 1989;17(2):61-7.
70. Volinsky AA, Nelson JC, Gerberich WW. Macroscopic modeling of fine line adhesion test. **Mater Res Soc Proc.** 1999;563(Symposium M: Materials Reliability in Microelectronics IX):
71. Yoshiyama M, Sano H, Ebisu S, Tagami J, Ciucchi B, Carvalho RM, et al. Regional strengths of bonding agents to cervical sclerotic root dentin. **J Dent Res.** 1996;75(6):1404-13.
72. Zheng L, Pereira PN, Nakajima M, Sano H, Tagami J. Relationship between adhesive thickness and microtensile bond strength. **Oper Dent.** 2001;26(1):97-104.
73. Zhou J, Tan J, Chen L, Li D, Tan Y. The incorporation of chlorhexidine in a two-step self-etching adhesive preserves dentin bond in vitro. **J Dent.** 2009;37(10):807-12.

ANEXOS

ANEXO 1



Universidade Federal de Uberlândia
Pró-Reitoria de Pesquisa e Pós-Graduação
COMITÊ DE ÉTICA EM PESQUISA - CEP

Avenida João Naves de Ávila, nº. 2160 - Bloco J - Campus Santa Mônica - Uberlândia-MG –
CEP 38400-089 - FONE/FAX (34) 3239-4531/4173; e-mail: cep@propp.ufu.br;
www.comissoes.propp.ufu.br

ANÁLISE FINAL Nº. 676/08 DO COMITÊ DE ÉTICA EM PESQUISA PARA O PROTOCOLO REGISTRO CEP/UFU 366/08

Projeto Pesquisa: Avaliação sistemática do ensaio de microtração: Método experimental, extensometria e elementos finitos.

Pesquisador Responsável: Carlos José Soares

De acordo com as atribuições definidas na Resolução CNS 196/96, o CEP manifesta-se pela aprovação do projeto de pesquisa proposto.

O protocolo não apresenta problemas de ética nas condutas de pesquisa com seres humanos, nos limites da redação e da metodologia apresentadas.

O CEP/UFU lembra que:

- a- segundo a Resolução 196/96, o pesquisador deverá arquivar por 5 anos o relatório da pesquisa e os Termos de Consentimento Livre e Esclarecido, assinados pelo sujeito de pesquisa.
- b- poderá, por escolha aleatória, visitar o pesquisador para conferência do relatório e documentação pertinente ao projeto.
- c- a aprovação do protocolo de pesquisa pelo CEP/UFU dá-se em decorrência do atendimento a Resolução 196/96/CNS, não implicando na qualidade científica do mesmo.

Data para entrega do relatório final: Fevereiro de 2010.

SITUAÇÃO: PROTOCOLO DE PESQUISA APROVADO.

OBS: O CEP/UFU LEMBRA QUE QUALQUER MUDANÇA NO PROTOCOLO DEVE SER INFORMADA IMEDIATAMENTE AO CEP PARA FINS DE ANÁLISE E APROVAÇÃO DA MESMA.

Uberlândia, 28 de novembro de 2008.

Profa. Dra. Sandra Terezinha de Farias Furtado
Coordenadora do CEP/UFU

Orientações ao pesquisador

- O sujeito da pesquisa tem a liberdade de recusar-se a participar ou de retirar seu consentimento em qualquer fase da pesquisa, sem penalização alguma e sem prejuízo ao seu cuidado (Res. CNS 196/96 - Item IV.1.f) e deve receber uma cópia do Termo de Consentimento Livre e Esclarecido, na íntegra, por ele assinado (Item IV.2.d).
- O pesquisador deve desenvolver a pesquisa conforme delineada no protocolo aprovado e descontinuar o estudo somente após análise das razões da descontinuidade pelo CEP que o aprovou (Res. CNS Item III.3.z), aguardando seu parecer, exceto quando perceber risco ou dano não previsto ao sujeito participante ou quando constatar a superioridade de regime oferecido a um dos grupos da pesquisa (Item V.3) que requeiram ação imediata.
- O CEP deve ser informado de todos os efeitos adversos ou fatos relevantes que alterem o curso normal do estudo (Res. CNS Item V.4). É papel de o pesquisador assegurar medidas imediatas adequadas frente a evento adverso grave ocorrido (mesmo que tenha sido em outro centro) e enviar notificação ao CEP e à Agência Nacional de Vigilância Sanitária – ANVISA – junto com seu posicionamento.
- Eventuais modificações ou emendas ao protocolo devem ser apresentadas ao CEP de forma clara e sucinta, identificando a parte do protocolo a ser modificada e suas justificativas. Em caso de projetos do Grupo I ou II apresentados anteriormente à ANVISA, o pesquisador ou patrocinador deve enviá-las também à mesma, junto com o parecer aprobatório do CEP, para serem juntadas ao protocolo inicial (Res.251/97, item III.2.e). O prazo para entrega de relatório é de 120 dias após o término da execução prevista no cronograma do projeto, conforme norma da Res. 196/96 CNS.

ANEXO 2 – Análises Estatísticas

Apêndice 1

Table 1A --- Frequency Distribution At Tooth Level

Tooth	Frequency	Percent	Cumulative Frequency	Cumulative Percent
1	3	4.76	3	4.76
2	3	4.76	6	9.52
3	3	4.76	9	14.29
4	3	4.76	12	19.05
5	3	4.76	15	23.81
6	3	4.76	18	28.57
7	3	4.76	21	33.33
8	3	4.76	24	38.10
9	3	4.76	27	42.86
10	3	4.76	30	47.62
11	3	4.76	33	52.38
12	3	4.76	36	57.14
13	3	4.76	39	61.90
14	3	4.76	42	66.67
15	3	4.76	45	71.43
17	3	4.76	48	76.19
18	3	4.76	51	80.95
19	3	4.76	54	85.71
20	3	4.76	57	90.48
21	3	4.76	60	95.24
22	3	4.76	63	100.00

Gripping	Frequency	Percent	Cumulative Frequency	Cumulative Percent
1	21	33.33	21	33.33
2	21	33.33	42	66.67
3	21	33.33	63	100.00

Data_Type	Frequency	Percent	Cumulative Frequency	Cumulative Percent
1	52	82.54	52	82.54
3	11	17.46	63	100.00

Fracture_Mode	Frequency	Percent	Cumulative Frequency	Cumulative Percent
1	21	33.33	21	33.33
2	4	6.35	25	39.68
3	11	17.46	36	57.14
4	4	6.35	40	63.49
5	3	4.76	43	68.25
6	5	7.94	48	76.19
7	4	6.35	52	82.54
9	11	17.46	63	100.00

Glue	Frequency	Percent	Cumulative Frequency	Cumulative Percent
2	41	100.00	41	100.00

Frequency Missing = 22

Reglued_	Frequency	Percent	Cumulative Frequency	Cumulative Percent
1	9	21.43	9	21.43
2	33	78.57	42	100.00

Frequency Missing = 21

Error	Frequency	Percent	Cumulative Frequency	Cumulative Percent
1	10	15.87	10	15.87
2	53	84.13	63	100.00

Table 1B ---Mean Bond Strengths by Gripping Device

Analysis Variable: Tooth_Stress

Gripping=1					
N	Mean	Std Dev	Minimum	Maximum	Median
21	38.51	13.40	14.15	61.22	39.78

Gripping=2					
N	Mean	Std Dev	Minimum	Maximum	Median
21	36.00	11.87	14.09	65.98	37.05

Gripping=3					
N	Mean	Std Dev	Minimum	Maximum	Median
21	35.73	11.29	15.19	62.24	33.62

Table 1C---Mean Bond Strengths by Data Type

Analysis Variable: Tooth_Stress

Data_Type=1					
N	Mean	Std Dev	Minimum	Maximum	Median
52	38.27	11.89	14.15	65.98	38.68

Data_Type=3					
N	Mean	Std Dev	Minimum	Maximum	Median
11	29.53	10.73	14.09	49.10	31.85

Table 1D---Mean Bond Strengths by Fracture Mode

Analysis Variable: Tooth_Stress

----- Fracture_Mode=1 -----					
N	Mean	Std Dev	Minimum	Maximum	Median
21	37.49	14.28	14.15	65.98	37.19
----- Fracture_Mode=2 -----					
N	Mean	Std Dev	Minimum	Maximum	Median
4	47.90	8.75	39.78	57.56	47.13
----- Fracture_Mode=3 -----					
N	Mean	Std Dev	Minimum	Maximum	Median
11	38.78	11.20	24.00	62.24	36.53
----- Fracture_Mode=4 -----					
N	Mean	Std Dev	Minimum	Maximum	Median
4	40.83	5.28	34.79	46.95	40.79
----- Fracture_Mode=5 -----					
N	Mean	Std Dev	Minimum	Maximum	Median
3	34.68	8.33	29.58	44.29	30.18
----- Fracture_Mode=6 -----					
N	Mean	Std Dev	Minimum	Maximum	Median
5	31.97	10.25	22.05	44.49	29.37
----- Fracture_Mode=7 -----					
N	Mean	Std Dev	Minimum	Maximum	Median
4	39.39	10.80	27.18	48.88	40.74
----- Fracture_Mode=9 -----					
N	Mean	Std Dev	Minimum	Maximum	Median
11	29.53	10.73	14.09	49.10	31.85

Table 1E---Mean Bond Strengths by Human Error

Analysis Variable: Tooth_Stress

Error=1					
N	Mean	Std Dev	Minimum	Maximum	Median
10	29.30	11.28	14.09	49.10	30.24

Error=2					
N	Mean	Std Dev	Minimum	Maximum	Median
53	38.15	11.81	14.15	65.98	38.59

Table 1F---Mean Bond Strengths by Glue on Interface

Analysis Variable: Tooth_Stress

Glue=na					
N	Mean	Std Dev	Minimum	Maximum	Median
22	38.54	13.07	14.15	61.22	39.41

Glue=2					
N	Mean	Std Dev	Minimum	Maximum	Median
41	35.79	11.57	14.09	65.98	36.05

Apêndice 2

Table 2A --- Frequency Distribution By Specimen Level

Tooth	Frequency	Percent	Cumulative Frequency	Cumulative Percent
1	6	4.76	6	4.76
2	6	4.76	12	9.52
3	6	4.76	18	14.29
4	6	4.76	24	19.05
5	6	4.76	30	23.81
6	6	4.76	36	28.57
7	6	4.76	42	33.33
8	6	4.76	48	38.10
9	6	4.76	54	42.86
10	6	4.76	60	47.62
11	6	4.76	66	52.38
12	6	4.76	72	57.14
13	6	4.76	78	61.90
14	6	4.76	84	66.67
15	6	4.76	90	71.43
17	6	4.76	96	76.19
18	6	4.76	102	80.95
19	6	4.76	108	85.71
20	6	4.76	114	90.48
21	6	4.76	120	95.24
22	6	4.76	126	100.00

Gripping	Frequency	Percent	Cumulative Frequency	Cumulative Percent
1	42	33.33	42	33.33
2	42	33.33	84	66.67
3	42	33.33	126	100.00

Data_Type	Frequency	Percent	Cumulative Frequency	Cumulative Percent
1	107	84.92	107	84.92
3	19	15.08	126	100.00

The FREQ Procedure

Fracture_Mode	Frequency	Percent	Cumulative Frequency	Cumulative Percent
1	46	36.51	46	36.51
2	10	7.94	56	44.44
3	21	16.67	77	61.11
4	6	4.76	83	65.87
5	9	7.14	92	73.02
6	12	9.52	104	82.54
7	9	7.14	113	89.68
9	13	10.32	126	100.00

Glue	Frequency	Percent	Cumulative Frequency	Cumulative Percent
1	6	7.23	6	7.23
2	77	92.77	83	100.00

Frequency Missing = 43

Reglued_	Frequency	Percent	Cumulative Frequency	Cumulative Percent
1	21	25.00	21	25.00
2	63	75.00	84	100.00

Frequency Missing = 42

Error	Frequency	Percent	Cumulative Frequency	Cumulative Percent
1	17	13.49	17	13.49
2	109	86.51	126	100.00

Table 2B ---Mean Bond Strengths by Gripping Device

Analysis Variable: Stress

Gripping=1					
N	Mean	Std Dev	Minimum	Maximum	Median
40	39.23	14.63	11.14	67.83	39.60

Gripping=2					
N	Mean	Std Dev	Minimum	Maximum	Median
34	36.82	13.58	14.09	65.98	37.11

Gripping=3					
N	Mean	Std Dev	Minimum	Maximum	Median
33	35.69	13.59	8.53	63.70	33.10

Table 2C--- Mean Bond Strengths by Data Type

Analysis Variable: Stress

Data_Type=1					
N	Mean	Std Dev	Minimum	Maximum	Median
107	37.37	13.94	8.53	67.83	37.48

Data_Type=3					
N	Mean	Std Dev	Minimum	Maximum	Median
0	.	.	.	.	.

Table 2D--- Mean Bond Strengths by Fracture Mode

Analysis Variable: Stress

----- Fracture_Mode=1 -----					
N	Mean	Std Dev	Minimum	Maximum	Median
42	38.46	15.21	11.14	67.83	38.22
----- Fracture_Mode=2 -----					
N	Mean	Std Dev	Minimum	Maximum	Median
10	43.82	13.16	17.88	64.03	43.33
----- Fracture_Mode=3 -----					
N	Mean	Std Dev	Minimum	Maximum	Median
21	36.35	12.98	15.19	61.32	36.05
----- Fracture_Mode=4 -----					
N	Mean	Std Dev	Minimum	Maximum	Median
5	37.74	7.45	30.29	49.10	36.08
----- Fracture_Mode=5 -----					
N	Mean	Std Dev	Minimum	Maximum	Median
9	31.29	18.59	8.53	57.89	32.23
----- Fracture_Mode=6 -----					
N	Mean	Std Dev	Minimum	Maximum	Median
11	32.20	8.16	22.05	46.89	32.51
----- Fracture_Mode=7 -----					
N	Mean	Std Dev	Minimum	Maximum	Median
9	39.70	13.00	21.26	57.58	40.96
----- Fracture_Mode=9 -----					
N	Mean	Std Dev	Minimum	Maximum	Median
0	.	.	.	.	.

Table 2E--- Mean Bond Strengths by Human Error

Analysis Variable: Stress

Error=1					
N	Mean	Std Dev	Minimum	Maximum	Median
0	.	.	.	.	.

Error=2					
N	Mean	Std Dev	Minimum	Maximum	Median
107	37.37	13.94	8.53	67.83	37.48

Table 2F--- Mean Bond Strengths by Glue on Interface

Analysis Variable: Stress

Glue=na					
N	Mean	Std Dev	Minimum	Maximum	Median
41	39.18	14.45	11.14	67.83	39.06

Glue=2					
N	Mean	Std Dev	Minimum	Maximum	Median
41	35.79	11.57	14.09	65.98	36.05

Glue=1					
N	Mean	Std Dev	Minimum	Maximum	Median
0	.	.	.	.	.

Glue=2					
N	Mean	Std Dev	Minimum	Maximum	Median
66	36.25	13.60	8.53	65.98	35.58

Apêndice 3

Table 3---Weibull Parameters by the Gripping Devices

Gripping Device	N	Median (stderr) (MPa)	95 % Confidence Interval	Scale (stderr)	95 % Confidence Interval	Shape (stderr)	95 % Confidence Interval	5% chance of Failure (stderr)	95 % Confidence Interval	95% chance of Failure (MPa) (stderr)	95 % Confidence Interval
Dircks	40	39.60 (2.41)	34.49-43.97	44.00 (2.44)	39.47-49.05	3.00 (0.38)	2.35-3.84	16.36 (2.47)	12.17-22.00	63.40 (3.80)	56.38-71.30
Ger/Loc	34	37.11 (2.45)	32.08-41.72	41.31 (2.48)	36.72-46.47	3.02 (0.40)	2.32-3.92	15.43 (2.49)	11.25-21.17	59.43 (3.80)	52.43-67.37
Ger/Zap	33	33.10 (2.50)	30.71-40.54	40.05 (2.54)	35.36-45.36	2.89 (0.39)	2.22-3.77	14.33 (2.44)	10.27-20.00	58.54 (3.97)	51.26-66.87

Apêndice 4

Table 4--Results of Assessment of An Association between Gripping Device and Fracture Mode

The FREQ Procedure

Fracture_Mode	Frequency	Percent	Cumulative Frequency	Cumulative Percent
1	46	36.51	46	36.51
2	10	7.94	56	44.44
3	21	16.67	77	61.11
4	6	4.76	83	65.87
5	9	7.14	92	73.02
6	12	9.52	104	82.54
7	9	7.14	113	89.68
9	13	10.32	126	100.00

fracture_ moden	Frequency	Percent	Cumulative Frequency	Cumulative Percent
A	46	40.71	46	40.71
B	31	27.43	77	68.14
C	15	13.27	92	81.42
D	21	18.58	113	100.00

Frequency Missing = 13

The FREQ Procedure

Table of Gripping by fracture_moden

Gripping		fracture_moden				
Frequency	Percent					
Row Pct						
Col Pct	A	B	C	D	Total	
1	25	11	0	4	40	
	22.12	9.73	0.00	3.54	35.40	
	62.50	27.50	0.00	10.00		
	54.35	35.48	0.00	19.05		
2	14	11	7	5	37	
	12.39	9.73	6.19	4.42	32.74	
	37.84	29.73	18.92	13.51		
	30.43	35.48	46.67	23.81		
3	7	9	8	12	36	
	6.19	7.96	7.08	10.62	31.86	
	19.44	25.00	22.22	33.33		
	15.22	29.03	53.33	57.14		
Total	46	31	15	21	113	
	40.71	27.43	13.27	18.58	100.00	

Frequency Missing = 13

Statistics for Table of Gripping by fracture_moden

Statistic	DF	Value	Prob
Chi-Square	6	23.5697	0.0006
Likelihood Ratio Chi-Square	6	28.2782	<.0001
Mantel-Haenszel Chi-Square	1	18.4323	<.0001
Phi Coefficient		0.4567	
Contingency Coefficient		0.4154	
Cramer's V		0.3229	

The FREQ Procedure

Statistics for Table of Gripping by fracture_moden

Mantel-Haenszel Chi-Square Test

```
-----
Chi-Square          18.4323
DF                  1
Asymptotic Pr > ChiSq    <.0001
```

Monte Carlo Estimate for the Exact Test

```
Pr >= ChiSq          0.0000
99% Lower Conf Limit  0.0000
99% Upper Conf Limit  4.604E-04
```

```
Number of Samples      10000
Initial Seed           53738000
```

Effective Sample Size = 113
Frequency Missing = 13

WARNING: 10% of the data are missing.

Summary Statistics for Gripping by fracture_moden

Cochran-Mantel-Haenszel Statistics (Based on Table Scores)

Statistic	Alternative Hypothesis	DF	Value	Prob
1	Nonzero Correlation	1	18.4323	<.0001
2	Row Mean Scores Differ	2	18.4880	<.0001
3	General Association	6	23.3611	0.0007

Effective Sample Size = 113
Frequency Missing = 13

WARNING: 10% of the data are missing.

Fracture modes were collapsed to four categories:

A=1

B=2+3

C=4+5

D=6+7+8

9=excluded

Apêndice 5

Table 5--Results of Assessment of an Association between Gripping Devices and Human Errors

The FREQ Procedure				
Gripping	Frequency	Percent	Cumulative Frequency	Cumulative Percent
1	42	33.33	42	33.33
2	42	33.33	84	66.67
3	42	33.33	126	100.00

grippingn	Frequency	Percent	Cumulative Frequency	Cumulative Percent
A	42	33.33	42	33.33
B	84	66.67	126	100.00

Error	Frequency	Percent	Cumulative Frequency	Cumulative Percent
1	17	13.49	17	13.49
2	109	86.51	126	100.00

The FREQ Procedure

Table of grippign by Error

grippign		Error	
Frequency			
Percent			
Row Pct			
Col Pct	1	2	Total
A	1	41	42
	0.79	32.54	33.33
	2.38	97.62	
	5.88	37.61	
B	16	68	84
	12.70	53.97	66.67
	19.05	80.95	
	94.12	62.39	
Total	17	109	126
	13.49	86.51	100.00

Statistics for Table of grippign by Error

Statistic	DF	Value	Prob
Chi-Square	1	6.6638	0.0098
Likelihood Ratio Chi-Square	1	8.4473	0.0037
Continuity Adj. Chi-Square	1	5.3123	0.0212
Mantel-Haenszel Chi-Square	1	6.6109	0.0101
Phi Coefficient		-0.2300	
Contingency Coefficient		0.2241	
Cramer's V		-0.2300	

Fisher's Exact Test

Cell (1,1) Frequency (F)	1
Left-sided Pr <= F	0.0064
Right-sided Pr >= F	0.9994
Table Probability (P)	0.0058
Two-sided Pr <= P	0.0110

Sample Size = 126

Gripping Devices collapsed into 2 types:

A=1 (Dircks)

B=2+3 (Ger/Loc+Ger/Zap)

Apêndice 6

Table 6--Results of Assessment of An Association between Glue on Interface and Fracture Mode

A. Combined Two Gripping Devices

The FREQ Procedure

Table of Glue_on_Interface by fracture_moden

Glue on interface		fracture_moden				
Frequency	Percent					
Row Pct	Col Pct	A	B	C	D	Total
1	4	0	1	1		6
	5.56	0.00	1.39	1.39		8.33
	66.67	0.00	16.67	16.67		
	19.05	0.00	6.67	5.88		
2	17	19	14	16		66
	23.61	26.39	19.44	22.22		91.67
	25.76	28.79	21.21	24.24		
	80.95	100.00	93.33	94.12		
Total	21	19	15	17		72
	29.17	26.39	20.83	23.61		100.00

Frequency Missing = 12

Statistics for Table of Glue by fracture_moden

Statistic	DF	Value	Prob
Chi-Square	3	5.0714	0.1666
Likelihood Ratio Chi-Square	3	5.8997	0.1166
Mantel-Haenszel Chi-Square	1	1.5405	0.2145
Phi Coefficient		0.2654	
Contingency Coefficient		0.2565	
Cramer's V		0.2654	

WARNING: 50% of the cells have expected counts less than 5. Chi-Square may not be a valid test.

Fisher's Exact Test

Table Probability (P) 0.0098
Pr <= P 0.1803

Effective Sample Size = 72
Frequency Missing = 12

WARNING: 14% of the data are missing.

The FREQ Procedure

Summary Statistics for Glue_on_Interface by fracture_moden

Cochran-Mantel-Haenszel Statistics (Based on Table Scores)

Statistic	Alternative Hypothesis	DF	Value	Prob
1	Nonzero Correlation	1	1.5405	0.2145
2	Row Mean Scores Differ	1	1.5405	0.2145
3	General Association	3	5.0009	0.1717

Effective Sample Size = 72

Frequency Missing = 12

WARNING: 14% of the data are missing.

B. For Gripping Device #2

Table of Glue_on_Interface by fracture_moden

Glue on Interface		fracture_moden			
Frequency					
Percent					
Row Pct					
Col Pct	A	B	C	D	Total
1	2	0	0	1	3
	5.56	0.00	0.00	2.78	8.33
	66.67	0.00	0.00	33.33	
	14.29	0.00	0.00	20.00	
2	12	10	7	4	33
	33.33	27.78	19.44	11.11	91.67
	36.36	30.30	21.21	12.12	
	85.71	100.00	100.00	80.00	
Total	14	10	7	5	36
	38.89	27.78	19.44	13.89	100.00

Frequency Missing = 6

Statistics for Table of Glue by fracture_moden

Statistic	DF	Value	Prob
Chi-Square	3	3.0857	0.3786
Likelihood Ratio Chi-Square	3	4.1649	0.2442
Mantel-Haenszel Chi-Square	1	0.0195	0.8889
Phi Coefficient		0.2928	
Contingency Coefficient		0.2810	
Cramer's V		0.2928	

WARNING: 63% of the cells have expected counts less than 5. Chi-Square may not be a valid test.

Fisher's Exact Test

Table Probability (P)	0.0637
Pr <= P	0.3912

Effective Sample Size = 36

Frequency Missing = 6

WARNING: 14% of the data are missing.

The FREQ Procedure

Summary Statistics for Glue_on_Interface by fracture_moden

Cochran-Mantel-Haenszel Statistics (Based on Table Scores)

Statistic	Alternative Hypothesis	DF	Value	Prob
1	Nonzero Correlation	1	0.0195	0.8889
2	Row Mean Scores Differ	1	0.0195	0.8889
3	General Association	3	3.0000	0.3916

Effective Sample Size = 36

Frequency Missing = 6

WARNING: 14% of the data are missing.

C. For Gripping Device #3

The FREQ Procedure

Table of Glue_on_Interface by fracture_moden

Glue on Interface		fracture_moden				
Frequency	Percent					
Row Pct	Col Pct	A	B	C	D	Total
1	2	0	1	0		3
	5.56	0.00	2.78	0.00		8.33
	66.67	0.00	33.33	0.00		
	28.57	0.00	12.50	0.00		
2	5	9	7	12		33
	13.89	25.00	19.44	33.33		91.67
	15.15	27.27	21.21	36.36		
	71.43	100.00	87.50	100.00		
Total	7	9	8	12		36
	19.44	25.00	22.22	33.33		100.00

Frequency Missing = 6

Statistics for Table of Glue by fracture_moden

Statistic	DF	Value	Prob
Chi-Square	3	5.8442	0.1194
Likelihood Ratio Chi-Square	3	6.2481	0.1001
Mantel-Haenszel Chi-Square	1	2.6512	0.1035
Phi Coefficient		0.4029	
Contingency Coefficient		0.3737	
Cramer's V		0.4029	

WARNING: 50% of the cells have expected counts less than 5. Chi-Square may not be a valid test.

Fisher's Exact Test

Table Probability (P)	0.0235
Pr <= P	0.0480

Effective Sample Size = 36

Frequency Missing = 6

WARNING: 14% of the data are missing.

The FREQ Procedure

Summary Statistics for Glue_on_Interface by fracture_moden

Cochran-Mantel-Haenszel Statistics (Based on Table Scores)

Statistic	Alternative Hypothesis	DF	Value	Prob
1	Nonzero Correlation	1	2.6512	0.1035
2	Row Mean Scores Differ	1	2.6512	0.1035
3	General Association	3	5.6818	0.1282

Effective Sample Size = 36

Frequency Missing = 6

WARNING: 14% of the data are missing.

Fracture modes were collapsed to four categories:

A=1

B=2+3

C=4+5

D=6+7+8

9=excluded