

Ensaio de microtração: uma revisão crítica da literatura

Microtensile bond test: a literature overview

Maitê André Camargo*
Bruno Lopes da Silveira*
Carina Sinclér Delfino*
Wanessa Christine de Souza Zaroni*
Adriana Bona Matos**

Resumo

O teste de microtração é uma importante ferramenta para o estudo da resistência adesiva, introduzida por Sano *et al.*²⁴, em 1994. A nova proposta parecia solucionar as limitações dos ensaios tradicionais de cisalhamento e tração, tais como fraturas predominantemente coesivas nos substratos testados, além de permitir a localização das áreas de adesão e uma diminuição na dimensão dos espécimes. Entretanto, a confecção dos corpos-de-prova para execução do teste mostrou-se crítica, e suas particularidades se refletem nos resultados de resistência adesiva obtidos. Uma série de fatores devem ser considerados na análise dos resultados; o substrato envolvido, formato do corpo-de-prova, método de corte para sua obtenção, área de adesão e características das superfícies fraturadas são alguns dos itens que merecem ser analisados. Existe uma variedade de protocolos para execução do teste, o que dificulta a comparação entre os resultados obtidos. Cabe, portanto, realizar uma discussão crítica sobre os relatos encontrados na literatura.

Palavras-chave: Resistência à tração; Colagem dentária; Materiais dentários; Teste de materiais

Abstract

Microtensile test, first described by Sano et al.²⁴, in 1994, is an important tool for adhesion studies. This new method seemed to solve problems of traditional bonding tests -shear and tensile- which presented cohesive failures in tested substrates, besides allowing limitation of adhesion areas and decreasing of specimen dimensions. Nevertheless, specimen preparation protocols are very sensitive, and its particularities influence on bond strengths. Many factors must be considered when analyzing results, such as: substrate, specimen shape, method to obtain specimens, bonding area, characteristics of fractured surfaces. There are several protocols for the test, what impairs results comparison. In this context, it is pertinent to perform a critical approach of literature.

Key words: Tensile strength; Dental bonding; Dental materials; Materials testing

Introdução

Uma importante característica de um sistema adesivo, diretamente relacionada ao seu desempenho mecânico, é a resistência adesiva ao substrato dental. Os testes laboratoriais inicialmente preconizados para avaliar tal propriedade foram os testes de tração e de cisalhamento. A despeito de serem ensaios ainda bastante utilizados para o estudo da adesão, não se mostraram totalmente eficientes para testar materiais com alta resistência adesiva, além de apresentarem limitações da área a ser testada.

Desde o final da década de 80, já havia relatos de que o ensaio de tração possuía um potencial limitado para padronização e reprodução³⁰. Em virtude do aprimoramento dos materiais e técnicas de adesão, falhas coesivas tornaram-se freqüentes. Resistências adesivas altas, superiores a 25 MPa, acabavam por promover fraturas coesivas de substrato, deixando intacta a interface adesiva que se pretendia avaliar¹⁸.

O teste de microtração, proposto por Sano *et al.*²⁰ (1994) permitiu avaliar de forma mais pura a interface adesiva, na medida em que possibilitou uma diminuição significativa do número de falhas coesivas. Outra grande vantagem introduzida com esse teste foi a possibilidade de se estudar diferentes regiões de um mesmo dente; por exemplo, dentina normal e dentina afetada por cárie³¹. A obtenção de um grande número de corpos-de-prova a partir de um elemento dentário reduziu também o coeficiente de variação do método em relação aos testes de tração e cisalhamento³. Por fim, a dimensão reduzida dos espécimes facilitou a análise das fraturas em microscopia eletrônica de varredura ou transmissão²⁴.

Entretanto, os procedimentos de confecção dos corpos-de-prova para o teste são críticos e suas particularidades se refletem nos resultados de resistência adesiva obtidos. Uma série de fatores devem ser considerados na análise dos resultados; o substrato envolvido, formato do corpo-de-prova, método de corte para sua obten-

* Doutorandos do Programa de Pós-Graduação em Dentística da Faculdade de Odontologia da Universidade de São Paulo (FOUSP). E-mail: maiteandre@usp.

** Professora Associada do Departamento de Dentística da FOUSP.

ção, área de adesão e características das superfícies fraturadas são alguns dos itens que merecem ser analisados.

O objetivo do presente trabalho é, portanto, realizar uma revisão crítica da literatura referente ao teste de microtração, discutindo as variáveis envolvidas desde o processo de confecção dos corpos-de-prova até a análise microscópica dos tipos de fratura obtidas no ensaio.

Revisão da literatura

Em 1994, Sano *et al.*²⁴ introduziram o ensaio de microtração, que permitia testar interfaces adesivas utilizando-se espécimes de dimensões reduzidas. O método previa a execução de cortes perpendiculares entre si no dente preparado, para confecção de corpos-de-prova em formato de palitos, com secção transversal aproximada de 1 mm². Os palitos posicionados e fixados por meio de cola a um dispositivo específico eram tracionados em máquina de testes universal, a uma velocidade de 0,5 mm/min. Os valores de resistência adesiva eram calculados pela razão entre a carga necessária para ruptura do corpo-de-prova e a área de sua interface adesiva.

Tornou-se possível com esse teste mapear diferentes regiões de um mesmo dente, como diferentes profundidades ou tipo de mineralização do tecido –cariado ou sadio–, o que segundo alguns autores^{19,31} seria ideal para avaliar a resistência adesiva, já que as diferenças regionais em dentina são maiores que as variações dente-dente^{20,26}. Para o esmalte, Ikeda *et al.*¹³ (2002) relataram que mesmo em substrato hígido, a resistência adesiva é fortemente dependente da orientação dos prismas, resultando em valores inferiores quando a força é aplicada perpendicularmente ao longo eixo dos mesmos.

Neste contexto, com o intuito de promover uma avaliação mais criteriosa do fator estudado por cada experimento, passou-se também a selecionar os espécimes que seriam submetidos ao ensaio de microtração, baseando-se, principalmente, nos seguintes critérios:

- Integridade do espécime, a qual considera a presença de bolhas ou falhas no material restaurador¹⁷ ou ainda a ocorrência de espécimes que possuam áreas irregulares de substrato como, por exemplo, regiões compostas por dentina pertencente ao teto da câmara pulpar⁹.
- Interface adesiva perpendicular à força de tração, analisada visualmente ou através de microscopia de luz, nos casos de metodologias que simulem a confecção de preparos cavitários dentários e possuam interfaces adesivas irregulares¹⁷.
- Área do espécime, isto é, seleção dos palitos que se encontram dentro de um limite de área proposto, visando à padronização da área adesiva que se quer testar e manter o desvio-padrão o menor possível⁹.
- Delimitação da área a ser estudada, utilizada em estudos que visam analisar a resistência adesiva de regiões pré-determinadas como, por exemplo, regiões de

dentina afetada por cárie^{4,28}, seleção dos palitos centrais em metodologias que utilizam técnicas de preparo cavitário ou tratamento superficial com diferentes tecnologias, para que se tenha garantia que o fator a ser estudado realmente agiu sobre o espécime^{6,29}.

- Proporcionalidade de composição do espécime, ou seja, seleção dos palitos que possuam o comprimento de estrutura dentária proporcional ao comprimento de material restaurador⁹.
- Padronização do número de palitos de cada grupo, para que se tenha menor desvio-padrão na metodologia utilizada, ou ainda metodologias que realizam uma seleção aleatória dos palitos de cada grupo para que se consiga um determinado número de espécimes, baseados em estudos-piloto que consideram o poder estatístico do tamanho da amostra^{1,14}.

Ao longo dos anos, foram propostas alterações ao método inicialmente descrito, no que concerne ao tamanho e formato dos espécimes, método de corte para obtê-los e dados considerados para análise estatística.

Chappell *et al.*⁵ (1997) e Schreiner *et al.*²⁵ (1998) confeccionaram espécimes em formato de ampulheta ao invés de palito. Cortes iniciais no dente a ser testado promoviam a obtenção de fatias, as quais eram então desgastadas na interface adesiva por meio de ponta diamantada esférica em alta rotação, de modo a se reduzir a área de união a ser testada. No entanto, uma maior incidência de fraturas prematuras, principalmente para materiais com resistência adesiva relativamente baixa, está sendo associada à metodologia de obtenção de espécimes em forma de ampulheta^{2,19,22}. Com relação à resistência adesiva, espécimes em forma de palito apresentam valores significativamente maiores que os obtidos em forma de ampulheta^{19,22}.

Considerava-se, inicialmente, que uma superfície plana era absolutamente necessária para a execução desse teste. Ramires-Romito²¹ (2005) inovaram sob esse aspecto, conduzindo um estudo em que não houve planificação prévia do substrato, buscando áreas o mais planas possíveis dentro de superfícies lisas dos dentes.

O método de corte para obtenção dos espécimes tradicionalmente utilizado é o disco diamantado usado em máquina específica. A vibração gerada por esse tipo de corte vem causando um número grande de falhas nos espécimes, especialmente em esmalte⁸. Dificulta, ainda, a obtenção de espécimes de tamanho regular. Por essa razão, Sadek *et al.*²³ (2005) testaram um novo método de corte para obtenção dos espécimes em forma de palito, por meio de um fio impregnado de diamante, encontrando um menor número de falhas e, conseqüentemente, resultados em esmalte superiores aos descritos para corpos-de-prova obtidos com disco diamantado.

Após ensaios mecânicos de resistência de união, as superfícies rompidas dos corpos-de-prova, armazenam informações a respeito do mecanismo de fratura. Sugere-se que estas superfícies sejam avaliadas quanto a topografia superficial para que informações adicionais complementem os achados do ensaio mecânico¹². Observa-se que é útil a classificação de falhas para observar se as mesmas aconteceram macroscopicamente.

mente na zona de união (interface adesiva) ou coesivamente no substrato ou no material restaurador aderido. Este tipo de análise é importante para verificar se o teste está sendo conduzido de forma adequada, induzindo tensões de modo a romper a interface de união e não o aderente ou o aderido, já que segundo Shono *et al.*²⁶ (1994) e Pashley *et al.*¹⁸ (1995), os ensaios de resistência adesiva devem induzir as tensões na interface de união de maneira uniforme para que a interface seja solicitada e não o substrato.

O método mais frequentemente utilizado para análise dos modos de falha é a análise qualitativa visual. Outro meio de analisar é a observação quantitativa¹⁰. A magnificação das imagens varia desde a observação a olho nu, passando pelo microscópio ótico até a microscopia eletrônica de varredura. A microscopia ótica é de simples utilização e os aumentos podem chegar a 1200 vezes, sendo que a amostra deve ter dimensões entre 0,1 e 20 mm. Uma das desvantagens do microscópio ótico é que ele não possibilita a análise de superfícies rugosas devido a sua baixa profundidade de foco. A microscopia eletrônica de varredura, por apresentar grande profundidade de foco, permite a análise de superfícies irregulares, como superfícies de fratura, com aumento variável de 20 até 100.000 vezes⁷. Comparado ao microscópio ótico, o microscópio eletrônico de varredura (MEV) possui maior resolução, profundidade de foco e facilidade na interpretação das imagens com diferentes aumentos.

Discussão e Conclusões

Com a melhora das técnicas de adesão e dos materiais restauradores, a resistência adesiva tornou-se alta o suficiente para promover falhas coesivas no substrato, deixando a interface resina-dentina intacta¹⁸. Isso não significa, entretanto, que a adesão material-substrato seja uniformemente mais alta que a resistência intrínseca do substrato, mas que a maneira como a adesão é testada não é uniforme, e sim concentrada numa região altamente localizada, promovendo a formação de uma rachadura no substrato que, então, falha¹⁹. Acredita-se que o teste de microtração promova uma força puramente de tração numa secção transversal muito pequena da interface adesiva, entre o substrato e o material restaurador¹⁹. Assim, a distribuição de tensão nessa interface é mais uniforme, diminuindo a variabilidade do ensaio, o que se apresentou como grande vantagem do método.

Existe uma relação inversa entre resistência e área de adesão. Ou seja, quanto menor a área de adesão, maiores os valores de resistência adesiva. Este fato pode ser explicado pela teoria de Griffith¹¹ (1921), que trata da distribuição de tensão nos sólidos. Segundo essa teoria, os defeitos internos dos espécimes são considerados propagadores de trincas. Espécimes menores, ao conter um menor número de defeitos, permitem uma distribuição mais homogênea das tensões, o que resulta em resistências maiores.

A diversidade de fatores envolvida na preparação e

seleção dos corpos-de-prova para o teste de microtração acaba gerando seqüências sobre os valores de resistência adesiva. A homogeneidade das áreas de adesão é um primeiro item de relevância. A literatura estabelece tamanhos e formatos variáveis para os corpos-de-prova a serem testados, mas há o consenso de que deva existir uma padronização para os espécimes de um mesmo estudo, com desvios pequenos⁹.

A interface adesiva deve ser perpendicular à força de tração, analisada visualmente ou através de microscopia de luz, nos casos de metodologias que simulem a confecção de preparos cavitários dentários e possuam interfaces adesivas irregulares¹⁷, ou ainda metodologias que preconizem a utilização de substratos intactos, não planejados previamente, como o estudo de Ramires-Romito²¹ (2005) em esmalte.

Uma interface adesiva perfeitamente quadrada ou retangular como a obtida nos espécimes em formato de palito, permitiria uma mensuração mais precisa em relação ao formato de ampulheta, cujo estrangulamento por vezes provoca um formato trapezoidal ou até mesmo sem definição de forma. Nesse caso, para uma precisão maior na mensuração da resistência adesiva seria necessário calcular a área da interface adesiva de cada espécime, aplicando uma fórmula geométrica mais apropriada para a secção transversal criada pelo estrangulamento²².

Com relação ao formato, os espécimes em ampulheta podem ter falhas prematuras na interface adesiva decorrentes do seu processo de confecção. A vibração da ponta diamantada em alta rotação associada à pressão realizada pelo operador é um importante fator de geração de tensões^{2,19,22}. Pelo exposto, parece lícito afirmar que os corpos-de-prova em formato de palito apresentam vantagens em relação aos que apresentam conformação de ampulheta.

Visto que o cálculo da resistência adesiva utiliza o valor da força de união, todos os elementos capazes de influenciar essa tensão de ruptura dos espécimes interferem direta ou indiretamente sobre os resultados do teste.

Uma questão importante a se considerar é o tipo de substrato utilizado no teste, bem como as variações encontradas em um mesmo substrato. Sabe-se, por exemplo, que os valores de resistência adesiva em dentina normal são maiores do que aqueles encontrados em dentina esclerótica ou afetada por cárie, fato salientado por diversos relatos da literatura^{15-16,19-20,26,31}.

Algumas pesquisas mostraram resultados de resistência adesiva inferiores em esmalte em relação à dentina²², o que se opõe aos resultados obtidos por outros testes de adesão e contraria a evidência experimental de que o esmalte seria um substrato mais favorável à adesão. Analisando os espécimes em microscopia eletrônica de varredura previamente ao teste, alguns autores observaram um maior número de falhas nos corpos-de-prova confeccionados em esmalte, o que explicaria os resultados inferiores nesse substrato⁸. As falhas, como trincas e lascas, foram atribuídas à própria friabilidade do esmalte, mais passível de sofrer danos durante o

corte para obtenção dos espécimes. Outro possível fator a explicar resultados pobres em esmalte intacto seria a presença da camada aprismática, proporcionando uma adesão deficiente.

Outra controvérsia existente na literatura diz respeito ao que se considera como unidade experimental no teste de microtração. Quando da introdução do método, considerava-se o corpo-de-prova como unidade experimental, com a vantagem de que poucos dentes forneceriam uma grande amostra. Dessa maneira, incorria-se numa falha estatística, pois os dados eram tratados de forma independente quando na verdade não o eram. Os corpos-de-prova provenientes de um mesmo dente haviam recebido o mesmo tratamento. Com o passar dos anos, essa prática foi sendo abandonada pelos estudiosos, que passaram a considerar o dente como unidade experimental²⁷. Uma média calculada com os espécimes testados para cada dente é que seria levada em consideração para efeito de análise estatística.

A maneira de se calcular essa média também é alvo de confronto de opiniões, especialmente com referência aos corpos-de-prova perdidos, que não chegaram a ser testados. Alguns autores os incluem para efeito de cálculo, atribuindo-lhes valor zero ou um valor mínimo variável, em torno de 4 a 5 MPa¹⁹. Um alto número de cor-

pos-de-prova perdidos sugere uma fragilidade da interface de união, e acredita-se que os mesmos devam ser incluídos no cálculo, juntamente com os espécimes que sofreram fraturas coesivas, adesivas e mistas. Dessa forma têm-se a visão real de tudo o que ocorreu com os corpos-de-prova provenientes daquele elemento dentário.

As superfícies fraturadas no ensaio mecânico contêm informações importantes a respeito do comportamento do ensaio, porém a visualização de detalhes como a presença de tags de resina removidos de dentro dos túbulos dentinários só é possível de ser visualizada em MEV em maiores magnitudes. Assim, há certo risco em classificar o modo de falha visualmente ou com microscópios convencionais, pois pequenos aumentos parecem ser insuficientes para identificar as estruturas presentes na interface analisada, podendo levar a equívocos nas interpretações.

É fato que permanece ainda hoje a necessidade de se padronizar os protocolos para o ensaio de microtração, a fim de permitir uma comparação de dados efetiva entre os estudos e uma discussão mais abrangente e realista. Não é possível comparar resultados numéricos de resistência adesiva, quando metodologias diferentes são empregadas.

Referências

1. Aboushelib MN, Jager N, Kleverlaan CJ, Feilzer AJ. Microtensile bond strength of different components of core veneered all-ceramic restorations. *Dent Mater.* 2005;21:984-91.
2. Bouillaguet S, Gysi P, Wataha JC, Ciucchi B, Cattani M, Godin C, *et al.* Bond strength of composite to dentin using conventional, one-step, and self-etching adhesive systems. *J Dent.* 2001; 29(1):55-61.
3. Cardoso PEC, Braga RR, Carrilho MRO. Evaluation of micro-tensile, shear and tensile tests determining the bond strength of three adhesive systems. *Dent Mater.* 1998;14(6):394-8.
4. Cehreli ZC, Yazici AR, Akca T, Özgünaltay G. A morphological and micro-tensile bond strength evaluation of a single-bottle adhesive to caries-affected human dentine after four different caries removal techniques. *J Dent.* 2003;31(6):429-35.
5. Chappell R, Schreiner R, Glaros A, Eick J. Pilot study to determine sample size for micro-tensile testing. [abstract 193]. *J Dent Res.* 1997;76:38.
6. Delfino, CS; Influência da variação da energia do laser Er:YAG na resistência adesiva de um sistema adesivo convencional simplificado e um self-etching ao esmalte e análise morfológica da interface adesiva. Estudo *in vitro* [dissertação de mestrado]. Ribeirão Preto: Faculdade de Odontologia de Ribeirão Preto, Universidade de São Paulo; 2005.
7. Elias CN, Lopes HP. Ensaio mecânicos. *In: Estrela C. Metodologia científica.* São Paulo: Artes Médicas; 2001.
8. Ferrari M, Goracci C, Sadek F, Cardoso PEC. Microtensile bond strength tests: scanning electron microscopy evaluation of sample integrity before testing. *Eur J Oral Sci.* 2002; 110(5):385-91.
9. Frankenberger R, Lopes M, Perdigão J, Ambrose WW, Rosa BT. The use of flowable composites as filled adhesives. *Dent Mater.* 2002; 18(3):227-38.
10. Garcia FCP, D'Alpino PHP, Terada RSS, Carvalho RM. Testes mecânicos para avaliação laboratorial da união resina/dentina. *Rev Fac Odontol Bauru.* 2002; 10(3):118-27.

11. Griffith AA. The phenomenon of rupture and flow in solids. *Royal Soc London Philos-Trans.* 1921; 221:163-98.
12. Hashimoto M, Ohno H, Kaga M, Sano H, Endo K, Oguchi H. Fractured surface characterization: wet versus dry bonding. *Dent Mater.* 2002;18(2):95-102.
13. Ikeda T, Uno S, Tanaka T, Kawakami S, Komatsu H, Sano H. Relation of enamel prism orientation to microtensile bond strength. *Am J Dent.* 2002; 15(2):109-13.
14. Jacques P, Hebling J. Effect of dentin conditioners on the microtensile bond strength of a conventional and a self-etching primer adhesive system. *Dent Mater.* 2005; 21(2):103-9.
15. Kwong SM, Cheung LHK, Itthagarun RJ, Smales FR, Tay FR, Pashley DH. Micro-tensile bond strengths to sclerotic dentin using a self-etching and a total-etching technique. *Dent Mater.* 2002; 18(5):359-69.
16. Lopes GC, Vieira LCC, Monteiro Jr S, Caldeira de Andrada M, Baratieri CM. Dentin bonding: effect of degree of mineralization and acid etching time. *Oper Dent.* 2003;28(4): 429-39.
17. Mello FAS. Análise de resistência adesiva de um adesivo autocondicionante no esmalte em cavidades preparadas com laser de Er:YAG e Er, Cr:YSGG [tese de doutorado]. São Paulo: Faculdade de Odontologia da Universidade de São Paulo; 2003.
18. 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.
19. 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.
20. Phrukkanon S, Burrow MF, Tyas MJ. The effect of dentin location and tubule orientation on the bond strength between resin and dentin. *J Dent.* 1999; 27:265-74.
21. Ramires-Romito, ACD. Resistência de união, ao ensaio de microtração, de selante e sistemas adesivos aplicados em superfícies oclusais de molares decíduos. [tese de doutorado]. São Paulo: Faculdade de Odontologia de São Paulo; 2005.
22. Sadek FT, Goracci C, Monticelli F, Ferrari M, Cardoso PEC. Influência da geometria dos espécimes em dentina e esmalte no teste de microtração: análise da resistência de união e microscopia eletrônica de varredura. *JBD.* 2004;3(9):81-93.
23. Sadek FT, Monticelli F, Muench A, Ferrari M, Cardoso PEC. Novo método para obtenção de espécimes para microtração. Painel apresentado na XIII Reunião de Pesquisa FOU SP, 2005.
24. Sano H, Shono T, Sonoda H, Takatsu T, Ciucchi B, Carvalho R, *et al.* Relationship between surface area for adhesion and tensile bond strength – evaluation of a micro-tensile bond test. *Dent Mater.* 1994;10(4):236-40.
25. Schreiner RF, Chappell RP, Glaros AG, Eick JD. Microtensile testing of dentin adhesives. *Dent Mater.* 1998;14(3):194-201.
26. Shono Y, Ogawa T, Terashita M, Carvalho RM, Pashley EL, Pashley DH. Regional measurements of resin-dentin bonding as an array. *J Dent Res.* 1999; 78(2):699-705.
27. Silva AR. Espectro de umidade da superfície dentinária para três sistemas adesivos com diferentes solventes [tese de doutorado]. São Paulo: Faculdade de Odontologia da Universidade de São Paulo; 2002.
28. Sonoda H, Banerjee A, Sherriff M, Tagami J, Watson TF. An *in vitro* investigation of microtensile bond strengths of two adhesives to caries-affected dentine. *J Dent.* 2005;33(4):335-42.
29. Souza-Zaroni WC. Avaliação *in vitro* da microtração de um sistema adesivo self-etching ao esmalte e à dentina e análise morfológica da interface. Influência do preparo com jato de óxido de alumínio realizado com diferentes pontas aplicadoras [dissertação de mestrado]. Ribeirão Preto: Faculdade de Odontologia de Ribeirão Preto, Universidade de São Paulo; 2005.

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

31. Yoshiyama M, Sano H, Ebisu S, Ciucchi B, Carvalho RM, Johnson MH, *et al.* Pashley DH. Regional strengths of bonding agents to cervical sclerotic root dentin. *J Dent Res.* 1996;75(6):1404-13.

Recebido em 04/4/2006

Aceito em 12/6/2006