

RESISTÊNCIA AO CISALHAMENTO DA INTERFACE
DE COLAGEM DE RESINAS ORTODÔNTICAS,
CONVENCIONAL E FLUORETADA, AO ESMALTE DENTAL,
EM FUNÇÃO DO TEMPO
DE CONDICIONAMENTO*

Evonete M. de Oliveira MARRA**

Elisa Maria A. GIRO***

Henner A. GOMIDE****

- RESUMO: Foi avaliado neste estudo a resistência ao cisalhamento e o tipo de fratura, de resinas ortodônticas convencional e fluoretada ao esmalte, em função do tempo de condicionamento. As resinas Concise e Phase II com flúor foram aplicadas diretamente sobre o esmalte condicionado com ácido fosfórico a 37%, por 15 ou 60 segundos. Os testes de resistência ao cisalhamento foram realizados após os corpos de prova terem sido submetidos a 3 condições diferentes: A – imersão por 24 horas em água destilada em estufa a 37°C; B – imersão por 30 dias em água destilada em estufa a 37°C e, C – imersão em água destilada por 24 horas e em estufa a 37°C, seguindo-se ciclagem térmica (300 ciclos com a temperatura variando de 10°C a 50°C). Observou-se que nem os tempos, nem as resinas usadas provocaram diferença estatística na resistência ao cisalhamento. Por outro lado, a condição de armazenagem por 30 dias determinou uma significativa diferença na resistência, em relação a 24 horas e 24 horas com ciclagem térmica. A análise dos tipos de fratura revelou que a condição de imersão por 24 horas produziu maior número de fraturas adesivas, enquanto as condições de 30 dias e 24 horas com ciclagem térmica provocaram maior número de fraturas de esmalte. As fraturas adesi-

* Resumo da Tese de Doutorado – Área de Odontopediatria – Faculdade de Odontologia – UNESP – 14801-903 – Araraquara – SP.

** Departamento de Odontologia Social e Preventiva – UFU – 38401-136 – Uberlândia – MG.

*** Departamento de Clínica Infantil – Faculdade de Odontologia – UNESP – 14801-903 – Araraquara – SP.

**** Departamento de Engenharia Mecânica – UFU – 38400-902 – Uberlândia – MG.

vas ocorreram em maior número para o tempo de condicionamento de 15 segundos, enquanto as de esmalte foram mais prevalentes para 60 segundos.

- PALAVRAS-CHAVE: Resistência ao cisalhamento; resinas compostas; ataque ácido dentário; esmalte dentário.

Introdução

A colagem direta de brackets, introduzida em 1965 por Newman,¹⁵ só foi possível graças ao trabalho pioneiro de Buonocore,⁸ que preconizou o condicionamento do esmalte com ácido fosfórico. Essa técnica atualmente é considerada um procedimento comum; no entanto, o tratamento ortodôntico ainda está sujeito a variáveis que influenciam os resultados da adesão, como o tipo e a concentração do ácido,³ o tempo de condicionamento,^{1, 2} o tipo de resina^{5, 11, 15} e as características dos bráquetes,⁶ além da influência da estrutura do esmalte.²⁴

Os melhores resultados da adesão da resina ao esmalte têm sido relatados para concentrações de ácido fosfórico entre 30% e 40%.¹⁹ O tempo de condicionamento do esmalte que tradicionalmente era de 60 segundos, mais recentemente, tem tido uma tendência a ser reduzido para 15 segundos.^{1, 2, 10, 22}

Visando reduzir a desmineralização que freqüentemente ocorre durante o tratamento ortodôntico, compostos de flúor têm sido adicionados às resinas adesivas;^{8, 9, 25} no entanto, poucos trabalhos avaliaram a influência do flúor no mecanismo de adesão.^{21, 22}

Diante do exposto, propõe-se, neste estudo, investigar a resistência ao cisalhamento da interface de colagem de resinas ortodônticas, convencional e fluoretada ao esmalte dental, de acordo com o tempo de condicionamento ácido, e determinar os tipos de fratura das respectivas colagens.

Material e método

Foram utilizados 120 pré-molares humanos, hígidos, extraídos por indicação ortodôntica, os quais foram lavados e armazenados em Formalina a 10% de onde foram removidos 24 horas antes do início do experimento e colocados em água destilada. Os dentes utilizados foram distribuídos em 4 grupos, com 30 dentes cada, de acordo com o tempo de condicionamento (15 ou 60 segundos) e com o material (Resina Phase II

– Reliance Orthodontic Products, Inc., lote 029197 ou Sistema de Fixação Ortodôntica Concise, 3M do Brasil, lote PUI).

A área de colagem foi padronizada, desenhando-se sobre a superfície vestibular do dente um quadrado, dentro do qual foram traçadas duas diagonais, que deram origem a um ponto central. Sobre o quadrado, foi adaptada uma fita adesiva com um orifício de 4 mm de diâmetro, de forma que o seu centro coincidissem com o ponto anteriormente delimitado, expondo apenas a área de colagem (Figura 1). Em seguida, foi fixada sobre essa área, com cera rosa aquecida, uma matriz de Teflon, de base côncava, de modo que a sua luz se ajustasse com a área exposta (Figura 2).

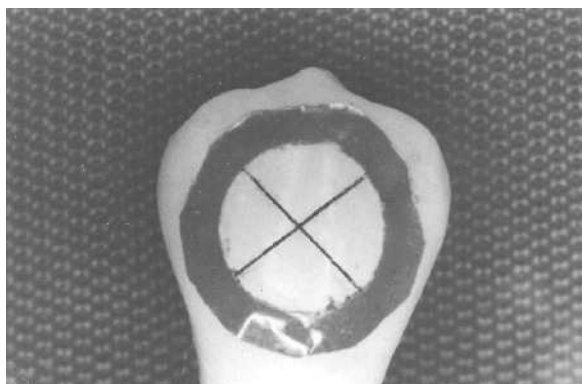


FIGURA 1 – Delimitação da área de colagem.

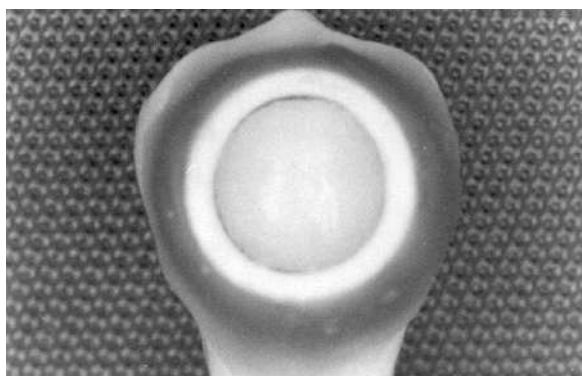


FIGURA 2 – Adaptação da matriz de Teflon.

Foi realizada profilaxia na área de colagem com pedra-pomes e água, por meio de fricção, com auxílio de um aplicador descartável. Sequencialmente, o ácido fosfórico a 37% (Scotchbond, 3M – lote DL) foi aplicado por 15 ou 60 segundos e a superfície lavada e seca por 15 segundos. Sobre a área condicionada foi depositada a mistura das resinas fluidas A e B e, em seguida, a matriz de Teflon foi preenchida totalmente, com a mistura das resinas pastas, utilizando-se palitos de madeira descartáveis (Kit Phase II). O material foi pressionado firmemente utilizando-se tiras de poliéster, para facilitar a liberação dos excessos.

O espécime permaneceu por 10 minutos em condições secas para permitir a polimerização da resina, quando então a matriz de Teflon foi cortada lateralmente com lâmina de bisturi e removida, restando apenas o cilindro de resina aderido ao dente.

O dente foi então posicionado em um molde de alumínio de forma que a interface de colagem ficasse perpendicular à sua borda superior e paralela à uma reta delimitada por um esquadro especial (Figura 3). Após o posicionamento, o molde foi preenchido com resina acrílica autopolimerizável (Policron – Dentril Com. e Ind. de Plásticos Ltda) até a altura do colo do dente. Os conjuntos assim formados foram imersos imediatamente em água fria para dissipar o calor da reação resultante da polimerização da resina acrílica e em seguida armazenados de acordo com as seguintes condições experimentais, antes de serem submetidos aos testes de cisalhamento:

- Condição A (10 dentes de cada grupo) – os corpos de prova foram preparados, armazenados em água destilada e em estufa a 37°C por 24 horas;
- Condição B (10 dentes de cada grupo) – após o preparo, os corpos de prova foram imersos em água destilada e mantidos em estufa a 37°C por 24 horas e sujeitos a 300 ciclos de alteração de temperatura²³ (10°C e 50°C), em um equipamento de termociclagem (Ética Equipamentos Científicos, S.A. São Paulo. Modelo – 521.4, nº 0924, série 95), com tempo de imersão de 15 segundos em cada banho;
- Condição C (10 dentes de cada grupo) – os corpos-de-prova foram armazenados em água destilada por 30 dias, em estufa a 37°C.

Os espécimes foram submetidos à tensão de cisalhamento na direção oclusocervical, em máquina MTS (Material Test Sistem, modelo 810/250 Kilo Newtons), sendo a força aplicada paralela à interface de colagem, a uma velocidade de 0,5 mm por minuto. O corpo-de-prova foi colocado sobre a base da máquina de forma que a ponta ativa se posicio-

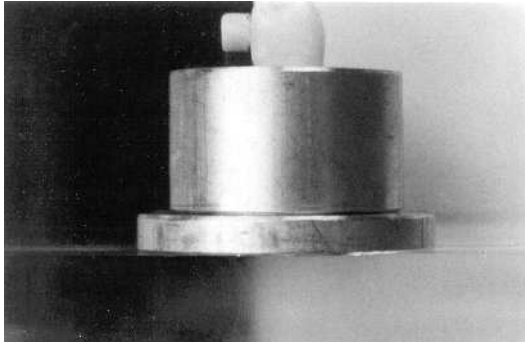


FIGURA 3 – Posicionamento da interface de colagem.

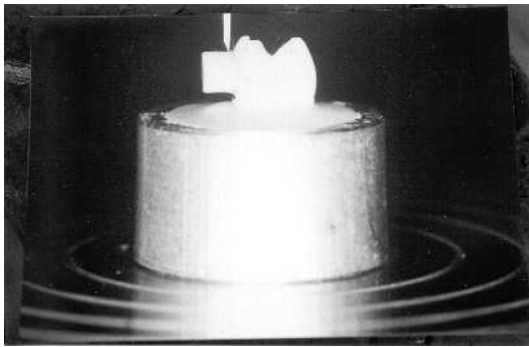


FIGURA 4 – Posicionamento do corpo de prova na máquina MTS.

nasce sobre a superfície superior do cilindro de resina, o mais próximo possível do dente, mas sem tocá-lo, como mostra a Figura 4.

Após a fratura, o cilindro de resina e o dente foram analisados em Estereomicroscópio (PZO – Labimex). Os tipos de fratura foram classificados, conforme sua ocorrência, em: adesiva na interface resina/esmalte (a); fratura de esmalte (e); adesiva na interface resina/esmalte associada à fratura coesiva na resina (a/cr) e, adesiva na interface resina/esmalte associada à fratura de esmalte (a/e).

Resultado

Na Tabela 1, encontram-se os dados referentes à resistência ao cisalhamento de resinas ao esmalte dental, segundo tempo de condicio-

namento e material, após imersão dos corpos de prova em água destilada a 37°C por 24 horas, 30 dias e 24 horas, seguida de ciclagem térmica, respectivamente.

Tabela 1 – Resistência ao cisalhamento (Kgf/cm²) da interface de colagem de resinas ortodônticas ao esmalte em razão do tempo de condicionamento, material e condição

Condição Material	24 horas				30 dias				24 horas com ciclagem térmica			
	Concise (15 s)	Concise (60 s)	Phase II (15 s)	Phase II (60 s)	Concise (15 s)	Concise (60 s)	Phase II (15 s)	Phase II (60 s)	Concise (15 s)	Concise (60 s)	Phase II (15 s)	Phase II (60 s)
	106,32	178,14	253,21	81,32	170,43	145,03	269,45	178,95	221,97	164,34	59,00*	159,64
	104,04	123,76	163,29	145,03	150,30	100,39	256,22	287,30	88,62	180,33	145,03	235,93
	183,42	166,94	213,85	211,17	228,62	267,42	208,33	237,39	144,22	198,43	151,36	166,94
	97,15	242,83	157,20	228,05	166,94	277,32	294,20	215,88	123,11	229,84	144,22	200,46
	181,80	182,36	271,88	240,23	164,34	194,94	129,44	257,27	180,58	147,87	194,54	208,51
	120,11	180,98	90,65	174,49	275,53	267,17	236,58	243,64	182,77	156,23	181,14	198,59
	122,95	167,35	181,96	165,97	228,46	140,16	225,62	190,72	114,02	206,30	168,56	219,13
	145,03	135,93	234,14	166,13	104,29	159,47	147,71	180,17	190,88	217,91	261,09	179,52
	271,23*	286,08	138,37	119,46	150,30	267,98	194,13	114,19	254,43	144,05	191,53	175,46

	140,	256,	72,	108,	260,	-	145,	263,	121,	167,	221,	-
	81	05	23	91	11		27	36	33	18	56	
	-	227,	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
		40										
X	148,	192,	189,	170,	182,	193,	217,	211,	166,	182,	166,	196,
	00	04	30	20	13	98	74	72	73	81	27	09
S	56,	52,	58,	51,	52,	68,	54,	51,	53,	31,	53,	26,
	18	68	74	34	20	59	15	84	69	65	99	05

* Dado excluído para aplicação do modelo estatístico

De acordo com a análise de variância apresentada na Tabela 2, verifica-se que a variável condição influenciou de forma significativa a resistência ao cisalhamento.

Tabela 2 – Análise de Variância

Fonte de variação	Soma dos quadrados	G.L.	Média	Fo	P
Tempo	7186.878	1	7186.878	2.822	.0959
Material	5714.139	1	5714.139	2.244	.1371
Condição	8564.516	2	14282.258	5.608	.0049*
INTERAÇÃO					
Tempo/Material	6839.9709	1	6839.9709	2.686	.1042
Tempo/Condição	1181.8764	2	590.9382	.232	.7933
Material/Condição	836.0719	2	418.0359	.164	.8488
Tempo/Material/ Condição	7379.1683	2	3689.5842	1.449	.2395
Resíduo	267390.1683	105	2546.5728		
Varição total	323499.32	116			

* Variável significativa

A Tabela 3 mostra que a condição de imersão por 30 dias determinou um incremento significativo na resistência ao cisalhamento, quando comparado com a condição de armazenamento por 24 horas e 24 horas associado a a ciclagem térmica.

Tabela 3 – Análise de variação múltipla da resistência ao cisalhamento, de acordo com a variável condição. (Teste LSD – Intervalo de confiança – 95%)

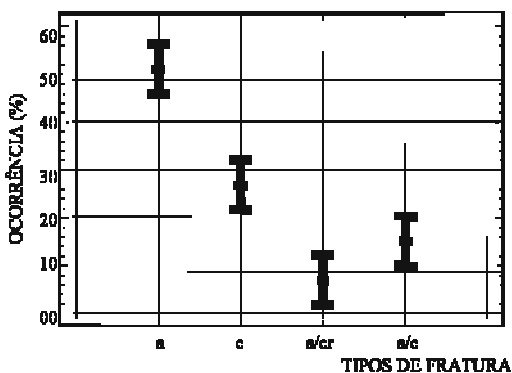


GRÁFICO 1 – Ocorrência de fraturas de acordo com o tipo.

Nível	Tamanho da amostra	Média	Grupos homogêneos
24 h	40	167.63120	X

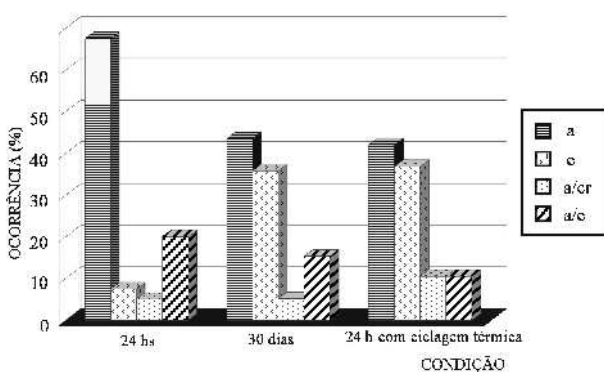


GRÁFICO 2 – Ocorrência de fraturas segundo a interação entre tipo de fratura e condição de teste.

24 h/Ciclagem térmica	38	180.39386	X
30 dias	39	205.15572	X

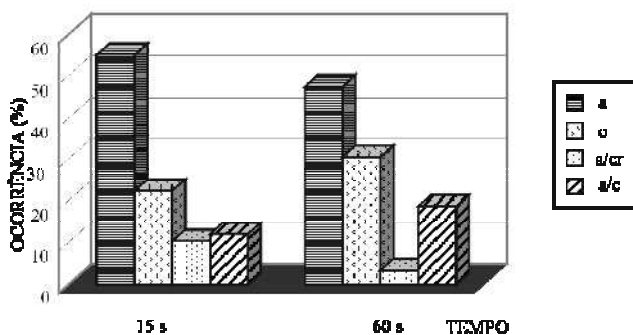


GRÁFICO 3 – Ocorrência de fraturas segundo tempo de condicionamento.

Contraste	Diferença +/- Limite	
24 h – 30 dias	-37.5245	22.5620*
24 h – 24 h/ Ciclagem	-12.7627	22.7156

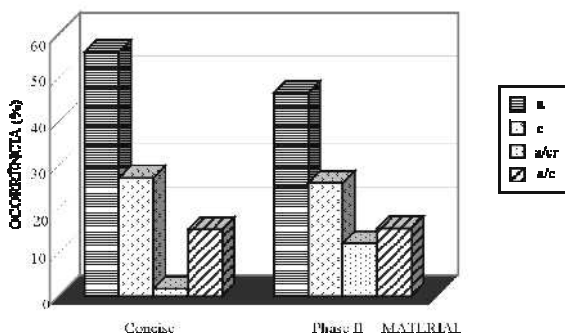


GRÁFICO 4 – Ocorrência de fratura segundo tipo de fratura e material.

30 dias – 24 h/ Ciclagem	24.7619	22.8406*
--------------------------	---------	----------

* Denota uma diferença estatisticamente significativa

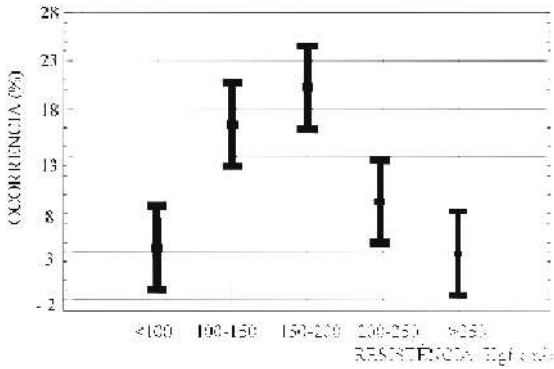


GRÁFICO 5 – Ocorrência de fraturas adesivas segundo resistência ao cisalhamento.

A análise dos resultados dos tipos de fraturas ocorridas, quando aplicada a tensão cisalhante sobre os corpos de prova, está apresentada nos Gráficos 1 a 6.

O Gráfico 1 mostra maior porcentagem média de fraturas adesivas

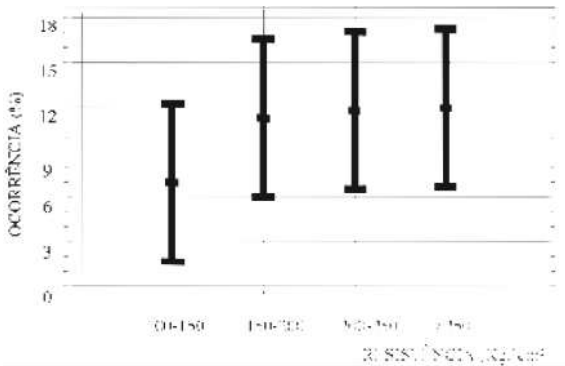


GRÁFICO 6 – Ocorrência (%) de fratura de esmalte segundo resistência ao cisalhamento.

(51,3%), seguido em ordem decrescente pelas fraturas de esmalte (26,5%), adesiva/de esmalte (15,4%), e adesiva/coesiva na resina (6,8%).

No Gráfico 2, observa-se que na condição de 24 horas as fraturas adesivas foram as mais frequentes (67,5%), enquanto as fraturas de esmalte representaram apenas 7,5%. Para as condições de 30 dias e

24 h/ciclagem térmica, as fraturas adesivas tiveram ocorrência em torno de 43%, enquanto as fraturas de esmalte representaram cerca de 36%.

Houve uma tendência em ocorrer maior número de fraturas adesivas quando o tempo de condicionamento foi de 15 segundos, enquanto as fraturas de esmalte aumentaram para o tempo de 60 segundos (Gráfico 3).

No Gráfico 4, nota-se maior porcentagem de fraturas adesivas para a resina Concise, enquanto as fraturas adesiva/coesiva em resina foram mais freqüentes para a resina Phase II. Com relação às fraturas de esmalte, ambas as resinas se comportaram de forma semelhante.

Observa-se, no Gráfico 5, uma tendência em ocorrer maior número de fraturas adesivas (a) na faixa de valores de resistência ao cisalhamento de 100-150 e 150-200 Kgf/cm².

No Gráfico 6, observa-se que, embora não haja diferença significativa na porcentagem de fraturas de esmalte, nas faixas de valores de resistência ao cisalhamento acima de 150 Kgf/cm², houve uma tendência destas acontecerem em maior número.

Discussão

Pela análise de variância (Tabela 2) observa-se que a variável tempo de condicionamento não afetou de forma significativa os resultados da resistência ao cisalhamento, o que corrobora os resultados encontrados por outros autores.^{1, 2, 11, 17, 24} Observa-se ainda que os materiais utilizados, resina Concise e Phase II, apresentaram resistência ao cisalhamento não diferentes estatisticamente. Esse resultado é extremamente satisfatório, já que a última é fluoretada e, considerando-se as pesquisas *in vitro*²⁶ e *in vivo*^{9, 10, 22} sobre o benefício da liberação de flúor oriundo de materiais adesivos ortodônticos, a sua utilização clínica deve ser encorajada. Sinha et al.,²¹ ao compararem resinas fluoretadas e convencionais, também obtiveram valores de força de união similares para ambos os materiais. Clinicamente, as resinas fluoretadas têm apresentado, também, um comportamento favorável, quando comparadas com as convencionais, até por longo período de tempo.²²

Observa-se, na Tabela 3, que a resistência ao cisalhamento se elevou significativamente quando o tempo de imersão em água destilada a 37°C aumentou de 24 horas para 30 dias. Isso deve ter ocorrido, provavelmente, em razão do aumento da polimerização de ambas as resinas com o decorrer do tempo. Resultados semelhantes foram relatados por

Khowassah et al.,¹³ que também encontraram um aumento da resistência das resinas compostas com aumento do tempo de armazenagem.

Tem sido relatado que a exposição à umidade leva à desintegração de componentes dos adesivos, influenciando a força de união.¹⁴ Ao contrário dos resultados observados por Bishara et al.,⁵ não detectaram-se, nesta pesquisa, evidências de que a condição de umidade e ciclagem térmica tenham exercido efeito negativo sobre a resistência ao cisalhamento.

Constatou-se na análise dos dados um desvio-padrão um pouco elevado, na maioria dos grupos para as três condições de testes. Todavia, isso é perfeitamente aceitável em ensaios como este,¹² em que a superfície dental representa a variável mais difícil de ser controlada, dada a sua natureza complexa, com diferenças macro e micro estruturais de um dente para o outro e dentro da mesma superfície.²⁵

As combinações entre tempo e material aqui estudadas resultaram em valores de resistência suficientes para suportar as tensões produzidas pela movimentação ortodôntica e pela mastigação. Segundo Reynolds,¹⁶ o sucesso clínico pode ser obtido com um adesivo que resulte em força de união *in vitro* de 60 a 80 Kgf/cm².

A análise dos tipos de fratura revelou uma alta ocorrência de fraturas de esmalte para valores de resistência acima de 150 Kgf/cm², a maioria maior que 200 Kgf/cm², logo, valores muito superiores àqueles necessários para uma adequada retenção¹⁶ (Gráfico 6). Bowen & Rodriguez⁶ relataram que a resistência à tensão do esmalte é da ordem de 1.500 psi (105 Kgf/cm²). Por outro lado, as falhas adesivas, distribuídas de acordo com o intervalo de resistência ao cisalhamento, ocorreram com maior frequência na faixa de valores entre 150-200 Kgf/cm².

Verificou-se um comportamento diferente em relação ao tipo de fraturas adesivas e de esmalte entre as condições de testes de 24 horas, 30 dias e 24 horas com ciclagem térmica. Na condição de 24 horas, houve uma maior ocorrência de fraturas adesivas – 67,5% (Gráfico 2), enquanto nas outras duas condições houve um aumento de fraturas de esmalte.

Observou-se, também, uma maior ocorrência de fraturas adesivas para o tempo de condicionamento de 15 segundos, enquanto as fraturas de esmalte foram mais prevalentes para 60 segundos (Gráfico 3). Esses resultados apresentam correspondência com as tendências dos valores de resistência solicitados para os dois tempos. Wang & Lu²⁴ constataram fraturas de esmalte quando o ácido fosfórico a 37% foi utilizado por tempo acima de 30 segundos; por isso, indicam 15 segundos como o tempo clínico ideal. Alta incidência de fraturas de esmalte com o tempo de 60 segundos foi detectada por Sheen et al.,¹⁸ sem que tal fato estivesse

relacionado ao aumento da resistência da colagem. Esse tipo de fratura pode ocorrer em razão do enfraquecimento dos prismas, decorrente da utilização de tempo prolongado, como 60 segundos, para preparo do esmalte.⁷

A resina Phase II, neste trabalho, apesar de mostrar uma tendência para maior valor de resistência ao cisalhamento, apresentou um comportamento semelhante à Concise em relação às fraturas de esmalte.

Diante da constatação de que as combinações bracket/resina apresentam força de união acima das necessidades clínicas,²⁰ torna-se prudente reduzir a adesão na interface resina/esmalte, para reduzir os danos aos tecidos e facilitar a remoção de resíduos e o polimento após o tratamento. Isso pode ser feito diminuindo-se o tempo de aplicação do ácido,^{7, 17} a concentração ou utilizando-se ácidos mais fracos.^{4, 17}

Os procedimentos de condicionamento do esmalte são considerados mais importantes para a adesão do que a própria resina.³ Os insucessos que ocorrem durante o tratamento se devem mais a problemas de técnica, do que propriamente à qualidade dos adesivos.²⁷

Sugere-se que futuros estudos devam ser realizados, utilizando-se outros ácidos ou outros tempos de condicionamento, com a finalidade de se obter adequada adesão, sem causar prejuízo ao esmalte.

Conclusão

Com base na metodologia empregada e nos resultados obtidos, concluiu-se que:

- nem os materiais, nem os tempos de condicionamento apresentaram efeito significativo sobre a resistência ao cisalhamento;
- as condições de testes provocaram uma diferença estatisticamente significativa na resistência ao cisalhamento, tendo 30 dias produzido maiores valores que 24 horas e 24 horas mais ciclagem térmica, enquanto as duas últimas não apresentaram diferença estatística entre si;
- as fraturas do tipo adesiva na interface resina/esmalte foram as mais frequentes, seguidas em ordem decrescente pelas fraturas de esmalte, fraturas adesivas associadas a fraturas de esmalte e fratura adesiva/coesiva em resina;
- as fraturas do tipo adesiva na interface resina/esmalte ocorreram com maior frequência para a condição de 24 horas de imersão, para o tempo de 15 segundos e para a resina Concise, enquanto as fraturas de esmalte foram mais frequentes para o tempo de 60 segundos e para a condição de imersão por 30 dias, em água destilada e em estufa a 37°C.

MARRA, E. M. de O. GIRO, E. M. A., GOMIDE, H. A. Shear strength of the bonding interface of orthodontic resins, conventional and with fluoride, to dental enamel as a function of conditioning time. *Rev. Odontol. UNESP (São Paulo)*, v.28, n.2, p.369-383, 1999.

- **ABSTRACT:** The purpose of this study is to evaluate shear strength of the bonding interface of orthodontic resins, both conventional and with fluoride, to dental enamel as a function of conditioning time. The resins used, Concise and Phase II with fluoride, were directly applied to the enamel conditioned with 37% phosphoric acid, for 15 or 60 seconds. Shear strength tests were carried out after samples had been submitted to three different conditions: A – immersion for 24 hours in distilled water in an oven at 37°C; B – immersion for 30 days in distilled water in an oven at 37°C and, C – immersion in distilled water in an oven at 37°C followed by thermal cycling (300 cycles with temperatures ranging from 10°C to 50°C). It was observed that neither the time nor the resins used caused statistical difference to shear strength. On the other hand, the 30-day condition determined a significant difference in shear strength when compared to that of 24 hours and thermal cycling. Analysis of fracture sites has revealed that the 24-hour condition caused a greater number of adhesive fractures whereas that of 30 days caused a greater number of enamel fractures. Adhesive fractures occurred in a greater number at 15 seconds whereas enamel ones were more prevalent at 60 seconds.
- **KEYWORDS:** Shear strength; composite resins; acid etching dental; dental enamel.

Referências bibliográficas

- 1 BARKMEIER, W. W., GWINNETT, A. J., SHAFFER, S. E. Effects of enamel etching time on bond strength and morphology. *J. Clin. Orthod.*, v.19, p.36-8, 1985.
- 2 BARKMEIER, W. W., SHAFFER, S. E., GWINNETT, A. J. Effects of 15 vs 60 second enamel acid conditioning on adhesion and morphology. *Oper. Dent.*, v.11, p.111-6, 1986.
- 3 BEECH, D. R. Adhesion in the oral environment: biophysical and biochemical considerations. *Int. Dent. J.*, v.28, p.338-47, 1978.
- 4 BHAD, A. W., HAZAREY, P. V. Scanning electron microscopy study and shear bond strength measurement with 5% and 37% phosphoric acid. *Am. J. Orthod. Dentofacial Orthop.*, v.108, p.410-4, 1995.

- 5 BISHARA, S. E., KHOWASSAH, M. A., OESTERLE, L. J. Effect of umidity and temperature changes on orthodontic direct-bonding adhesive systems. *J. Dent. Res.*, v.54, p.751-8, 1975.
- 6 BOWEN, R. L., RODRIGUEZ, M. S. Tensile strength and modulus of elasticity of tooth structure and several restorative materials. *J. Am. Dent. Assoc.*, v.64, p.378-87, 1962.
- 7 BRITTON, J. C. et al. Shear bond strength of ceramic orthodontic brackets to enamel. *Am. J. Orthod. Dentofacial Orthop.* v.98, p.348-53, 1990.
- 8 BUONOCORE, M. G. A simple method of increasing the adhesion of acrylic filling materials to enamel surfaces. *J. Dent. Res.*, v.34, p.849-53, 1955.
- 9 BÜYÜKYILMAZ, T., OGAARD, B. Caries-preventive effects of a fluoride-releasing materials. *Adv. Dent. Res.*, v.9, p.377-83, 1995.
- 10 DUBROC JR., G. C., MAYO, J. A., RANKINE, A. N. Reduction of caries and of demineralization around orthodontic brackets: effect of a fluoride-releasing resin in the rat model. *Am. J. Orthod. Dentofacial Orthop.*, v.106, p.583-7, 1994.
- 11 GILPATRICK, R. O., ROSS, J. A., SIMONSEN, R. J. Resin-to-enamel bond strengths with various etching times. *Quintessence Int.*, v.22, p.47-9, 1991.
- 12 JASSEM, H. A., RETIEF, D. H., JAMISON, H. C. Tensile and shear strengths of bonded and rebonded orthodontic attachments. *Am. J. Orthod.*, v.79, p.661-8, 1981.
- 13 KHOWASSAH, M. A. et al. Effect of temperature and humidity on the adhesive strength of orthodontic direct bonding materials. *J. Dent. Res.*, v.54, p.146-51, 1975.
- 14 MENG, C. L. et al. Orthodontic resin under water immersion. *Angle Orthod.*, v.65, p.209-14, 1995.
- 15 NEWMAN, G. V. Epoxy adhesives for orthodontic attachments: progress report. *Am. J. Orthod.*, v.51, p.901-12, 1965.
- 16 REYNOLDS, I. R. A review of direct orthodontic bonding. *Br. J. Orthod.*, v.2, p.171-8, 1975.
- 17 SADOWSKY, P. L. et al. Effects of etchant concentration and duration on the retention of orthodontic brackets: an in vivo study. *Am. J. Orthod. Dentofacial Orthop.*, v.98, p.417-21, 1990.
- 18 SHEEN, D. H., WANG, T. H., TARNG, T. H. Bond strength of younger and older permanent teeth with various etching times. *Angle Orthod.*, v.63, p.225-30, 1993.
- 19 SILVERSTONE, L. M. et al. Variation in the pattern of acid etching of human dental enamel examined by scanning electron microscopy. *Caries Res.*, v.9, p.373-7, 1975.

- 20 SINHA, P. K. et al. Bond strengths and remnant adhesive resin on debonding for orthodontic bonding techniques. *Am. J. Orthod. Dentofacial Orthop.*, v.108, p.302-7, 1995.
- 21 _____. In vitro evaluation of matrix-bound fluoride-releasing orthodontic bonding adhesives. *Am. J. Orthod. Dentofacial Orthop.*, v.111, p.276-82, 1997.
- 22 SONIS, A. L., SNELL, W. An evaluation of a fluoride-releasing, visible light-activated bonding system for orthodontic bracket placement. *Am. J. Orthod. Dentofacial Orthop.*, v.95, p.306-11, 1989.
- 23 TRIOLO JR. et al. Effects of etching time on enamel bond strengths. *Am. J. Dent.*, v.6, n.6, 1993.
- 24 WANG, W. N., LU, T. C. Bond strength with various etching times on young permanent teeth. *Am. J. Orthod. Dentofacial Orthop.*, v.100, p.72-9, 1991.
- 25 WEATHERELL, J. A., ROBINSON, C., HALLSWORTH, A. S. Variations in the chemical composition of human enamel. *J. Dent. Res.*, v.53, p.180-92, 1974.
- 26 WILTSHIRE, W. A., RENSBURG, S. D. J. van. Fluoride release from four visible light-cured orthodontic adhesive resins. *Am. J. Orthod. Dentofacial Orthop.*, v.108, p.278-83, 1995.
- 27 ZACHRISSON, B. U. A pos-treatment evaluation of direct bonding in orthodontics. *Am. J. Orthod.*, v.71, p.173-89, 1977.