

UNIVERSIDADE FEDERAL DE PELOTAS
Programa de Pós-Graduação em Odontologia
Área de Concentração em Dentística



Dissertação

**Efeito do condicionamento ácido adicional na
resistência de união e módulo de Weibull de
sistemas adesivos aplicados em dentina sadia e
afetada por cárie**

Cesar Henrique Zanchi

Pelotas, 2007

CESAR HENRIQUE ZANCHI

**EFEITO DO CONDICIONAMENTO ÁCIDO ADICIONAL NA RESISTÊNCIA DE
UNIÃO E MÓDULO DE WEIBULL DE SISTEMAS ADESIVOS APLICADOS EM
DENTINA SADIA E AFETADA POR CÁRIE**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Odontologia da Universidade Federal de Pelotas, como requisito parcial à obtenção do título de Mestre em Odontologia – Área de Concentração em Dentística

Orientadora: Profa. Dra. Márcia Bueno Pinto

Co-Orientadores: Prof. Dr. Luis Henrique Burnett Jr
Prof. Dr. Flávio Fernando Demarco

Pelotas, 2007

Z27e Zanchi, Cesar Henrique

Efeito do condicionamento ácido adicional na resistência de união e Módulo de Weibull de sistemas adesivos aplicados em dentina sadia e afetada por cárie / Cesar Henrique Zanchi ; orientador Márcia Bueno Pinto ; co-orientadores Flávio F. Demarco; Luis Henrique Burnett Junior. – Pelotas, 2007. – 72f. : tab.;fig.;graf. – Dissertação (Mestrado). Programa de Pós-Graduação em Dentística Restauradora. Departamento de Dentística. Universidade Federal de Pelotas. Pelotas, 2007.

1.Dentística. 2.Adesivo Dentário. 3.Cárie dentária. 4.Microtração. 5.Dentina. 6.Análise de Weibull. I.Pinto,Márcia Bueno II. Título.

Black
D2

Banca examinadora:

Professora Doutora Márcia Bueno Pinto

Professor Doutor Alcebíades Nunes Barbosa

Professor Doutor Evandro Piva

Dedicatória

Dedico este trabalho

Aos meus pais, **César** e **Ana**, que dedicaram, e ainda dedicam suas vidas à criação e formação dos filhos. De vocês sempre recebi todo o carinho e apoio que precisei, são pessoas fantásticas, amo vocês!

Às minhas irmãs **Paola** e **Bianca** pelo carinho e atenção que sempre tiveram comigo.

Agradecimentos

À minha orientadora professora Doutora Márcia Bueno por todo o tempo dedicado à orientação deste trabalho, pela confiança, amizade, carinho e atenção que sempre demonstrou durante estes dois anos de convivência. És uma ótima professora e excelente pessoa, a quem sou muito grato!

Ao meu co-orientador professor Doutor Flávio Fernando Demarco que sempre contribui de forma inestimável para o crescimento e aperfeiçoamento de todos os seus alunos. Um grande exemplo de professor, pesquisador e principalmente amigo, que mesmo à distância foi peça fundamental para a realização deste e de vários outros trabalhos.

Ao meu co-orientador professor Doutor Luis Henrique Burnett Junior pela dedicação e orientação na realização deste estudo. Um grande professor e pesquisador com quem trabalho desde a graduação e que está sempre disposto a realizações de novos projetos.

Ao acadêmico Otávio Dávila amigo de longa data e que desde o início tem trabalhado neste projeto com extrema dedicação e responsabilidade. Companheiro fiel de peregrinação aos postos de saúde para coleta de dentes, a tua companhia fez das horas de trabalho ótimos momentos de discussões. Tu és um grande amigo!

Ao amigo, colega, professor, mestre e companheiro de viola Sival Adalberto Rodrigues Junior, sem dúvida quem mais me ensinou durante os meus anos de UFPel. Amigo incondicional, profissional de extrema competência e seresteiro incorrigível, é parte fundamental da minha formação profissional e pessoal. Aprendi e aprendo muito contigo, muito obrigado por tudo!

Ao grande amigo e colega Rodrigo Varella de Carvalho pelo convite realizado há 4 anos, a partir do qual minha vida profissional mudou de rumo. Muito obrigado pela força e pela amizade. Sempre serei grato por tudo o que tu me ajudaste e ensinaste.

Ao amigo Dr. Fábio Garcia Lima pelo auxílio na parte estatística deste trabalho. Valeu pela força!

Ao coordenador do curso de pós-graduação professor Doutor Evandro Piva pela competência na condução do programa, pela atenção aos pós-graduandos e pela amizade.

Aos colegas Rafael Lund e Nihad Hassan pela longa amizade e ótima convivência. Foi muito bom ter vocês como colegas, são pessoas maravilhosas.

A Josiane Silva pela gentileza, dedicação, competência e principalmente pela paciência em nos atender. Tu és uma pessoa muito querida por todos!

Ao colega Fabrício Ogliari pelo auxílio na etapa laboratorial deste estudo (...e nas outras etapas também !!!!) e pela amizade. És um grande pesquisador.

Aos colegas de pós-graduação Josiane, Elaine, Elenara, Mabel, Adriana, Daniela, Paula, Renata, Antônio, Eduardo, Tiago, Luciano, Fábio Hermann, Giana, Francine, Sônia pela troca de conhecimento e experiências que tornaram a nossa convivência muito enriquecedora.

Aos amigos Marcos, Luiza, Gabriel, Marcus, Gregori, Zezinho, Jean (careca), Carol, Toninho, Beto, Daniel, Dino, Beta, Igor, Godoi e Filipe pelo privilégio de contar com a amizade de vocês.

Aos professores Dr. José Damé, Dra. Dione Torriani, Dr. Marcos Torriani pelo empenho e dedicação na formação dos alunos desta Escola, são exemplos a serem seguidos.

Aos alunos de Iniciação Científica Eliseu, Cari, Luciana e Sandrina pela dedicação e responsabilidade na execução dos trabalhos. São excelentes alunos com um futuro brilhante pela frente.

Ao colega de apartamento Daniel Ross que atura minha bagunça diária. Amigo recente, mas de enorme apreço. Baita abraço.

Por fim quero deixar um agradecimento muito especial à Tai que ao longo destes anos tem sido uma companheira maravilhosa. Tua compreensão, teu carinho e, principalmente, a tua delicadeza tornaram nossos dias muito mais alegres. Muito obrigado por me presentear diariamente com teu sorriso e tua alegria. A vida ao teu lado tem outro sabor, talvez por ser ...“parte de mim, assim como és parte das manhãs”... Te amo!

NOTAS PRELIMINARES

A presente Dissertação foi redigida segundo o Manual de Normas para Dissertações, Teses e Trabalhos Científicos da Universidade Federal de Pelotas de 2006, adotando o Nível de Descrição 4 – Estruturas em Artigos, que consta no Apêndice D do referido manual.

RESUMO

ZANCHI, Cesar Henrique. **Efeito do condicionamento ácido adicional na resistência de união e módulo de Weibull de sistemas adesivos aplicados em dentina sadia e afetada por cárie.** 2007. 72f. Dissertação (Mestrado) – Programa de Pós Graduação em Odontologia. Universidade Federal de Pelotas, Pelotas, RS, Brasil.

O objetivo deste estudo foi avaliar o efeito do condicionamento adicional com ácido fosfórico à 35% na resistência de união e módulo de Weibull de dois sistemas adesivos aplicados em dentina sadia e afetada por cárie. Noventa molares humanos com lesão cariosa oclusal foram desgastados produzindo superfícies oclusais planas, com DAC circundada por DS, e divididos em seis grupos experimentais: SB-CT: Single Bond[®] aplicado conforme o fabricante; SB+15: Single Bond[®] com condicionamento ácido adicional de 15s; SB+30: Single Bond[®] com condicionamento ácido adicional 30s; CF-CT: Clearfil SE Bond[®] aplicado conforme o fabricante; CF+15: Clearfil SE Bond[®] com condicionamento ácido adicional de 15s; CF+30: Clearfil SE Bond[®] com condicionamento ácido adicional de 30s. Após, as coroas dos dentes foram restauradas em formato de bloco e, posteriormente (24h), seccionadas no sentido méso-distal originando 2-3 fatias em cada substrato. Após 24h as fatias foram recortadas em formato de ampulheta e submetidas ao ensaio de microtração (n=30). Os valores de resistência de união foram analisados com ANOVA (3-fatores), teste de Tukey (p<0,05) e análise de Weibull. Em geral, a resistência de união foi significativamente menor em dentina afetada por cárie que em dentina sadia para ambos os sistemas adesivos, exceto para SB+30. O condicionamento ácido adicional resultou no aumento da resistência de união em dentina afetada por cárie. Em dentina sadia o condicionamento ácido adicional aumentou a resistência de união para o sistema Clearfil SE Bond[®], mas reduziu para o sistema Single Bond[®]. O módulo de Weibull foi menor em dentina afetada por cárie para os dois sistemas adesivos. Em dentina sadia, Single Bond[®] apresentou menor módulo de Weibull que Clearfil SE Bond[®] e o condicionamento ácido adicional resultou na redução desse valor. Embora o condicionamento ácido adicional possa aumentar a resistência de união em dentina afetada por cárie, as médias foram menores que em dentina sadia, bem como o módulo de Weibull. O condicionamento ácido adicional

pode reduzir a resistência de união e o módulo de Weibull para Single Bond® em dentina sadia e, contrariamente, aumentar para o sistema Clearfil SE Bond®.

Palavras chave: adesivo dentinário; cárie dentária; microtração; dentina, análise de Weibull.

ABSTRACT

ZANCHI, Cesar Henrique. **Effect of additional acid etching on bond strength and Weibull modulus of adhesive systems applied on sound and affected dentin.** 2007. 72f. Dissertation (Master degree) – Pos Graduation Program in Dentistry, School of Dentistry, Federal University of Pelotas, Pelotas, RS, Brazil.

The aim of this study was to evaluate the effect of additional etching with phosphoric acid at 35% in the bond strength and Weibull modulus of two adhesive systems applied to sound and affected dentin. Ninety human molars with coronal carious lesion were sectioned to produce flat coronal superficies with effected dentin surrounded by sound dentin, and allocated in six experimental groups: SB-CT: Single Bond[®] applied to manufacture's instructions; SB+15: Single Bond[®] with additional etching for 15s; SB+30: Single Bond[®] with additional etching for 30s; CF-CT: Clearfil SE Bond[®] applied to manufacture's instructions; CF+15: Clearfil SE Bond[®] with additional etching for 15s; CF+30: Clearfil SE Bond[®] with additional etching for 30s. Afterwards, the crowns were built up with a composite resin and, after 24h, mesion-distal sectioned to produce 2 or 3 slices in each substratum. Thereafter (24h), the slices were trimmed in hourglass shape and submitted to micro-tensile test (n=30). The data were analyzed by three-way ANOVA, Tukey's test (p<0,05) and Weibull analysis. The bond strength to affected dentin was significantly lower than sound dentin for the adhesives systems employed, save SB+30. The additional etching increased the bond strength to affected dentin. To sound dentin, the additional etching increased the bond strength for Clearfil SE Bond[®], but decreased for Single Bond[®]. The Weibull modulus to affected dentin was lower for both adhesives systems. On sound dentin, Single Bond[®] showed lower Weibull modulus than Clearfil SE Bond[®] and the additional etching decrease this value. Although the additional etching may increase the bond strength to affected dentin, the means were lower than sound dentin, the same for Weibull modulus. The additional etching may reduce the bond strength and Weibull modulus for Single Bond[®] to sound dentin and, in opposite, increase for Clearfil SE Bond[®].

Keywords: dental adhesive; carious dentin, microtensile; dentin; Weibull analysis.

Lista de Figuras

Projeto de pesquisa

Figura 1	Preparo dos espécimes e execução do ensaio de microtração..	31
----------	---	----

Artigo

Figura 1	Procedimento restaurador, preparação dos espécimes e ensaio de resistência de união à microtração.....	50
Figura 2	Distribuição dos padrões de falha como observados em microscopia ótica (100-500X) em dentina sadia.....	54
Figura 3	Distribuição dos padrões de falha como observados em microscopia ótica (100-500X) em dentina afetada por cárie.....	55
Figura 4	Probabilidade cumulativa de falha das diferentes técnicas de condicionamento em dentina sadia.....	57
Figura 5	Probabilidade cumulativa de falha das diferentes técnicas de condicionamento em dentina afetada por cárie.....	57

Lista de Tabelas

Projeto de pesquisa

Tabela 1	Composição e método de aplicação dos materiais restauradores...	28
Tabela 2	Grupos experimentais – Técnicas de condicionamento.....	29

Artigo

Tabela 1	Descrição e método de aplicação dos materiais restauradores...	48
Tabela 2	Grupos experimentais – Técnicas de condicionamento.....	49
Tabela 3	Média de resistência de união à microtração (σ_U) em MPa (n=30), desvio padrão (DP) e número de falhas prematuras (f.p.).....	53
Tabela 4	Módulo de Weibull (m) e erro padrão (EP), intervalo de confiança de 95% para m, resistência característica (σ_0) e erro padrão (EP), intervalo de confiança de 95% para σ_0 , coeficiente de correlação (r), nível de probabilidade de falha de 5% ($\sigma_{0,05}$) em MPa e erro padrão (EP).....	56

Lista de abreviaturas e siglas

%	percentual
®	símbolo indicativo de marca registrada
µm	micrometro
µ	micron
σ	resistência máxima
σ ₀	resistência característica
σ _{0,05}	nível de probabilidade de falha de 5%
σU	resistência de união
Å	Angstrom
Bis-EMA	bisfenol A glicil dimetacrilato etoxilado
Bis-GMA	bisfenol A glicil dimetacrilato
°C	graus Celsius
Ca	cálcio
CAA	condicionamento ácido adicional
CF	Clearfil SE Bond
CT	controle
DAC	dentina afetada por cárie
DP	desvio padrão
DS	dentina sadia
EP	erro padrão
et al.	e outros
Fig.	figura
FO/UFPel	Faculdade de Odontologia da Universidade Federal de Pelotas
f.p.	falhas prematuras
g	grama
h	hora
Hema	hidróxietil metacrilato
IC	intervalo de confiança
<i>m</i>	Módulo de Weibull
mA	miliampere

MDP	10-metacrilóidecil fosfato dehidrogenado
MEV	microscopia eletrônica de varredura
Mg	magnésio
min	minuto
ml	mililitros
mm	milímetro
mm ²	milímetro quadrado
mm/min	milímetro por minuto
MPa	mega Pascal
m Torr	mili Torr
mW/cm ²	miliwatts por centímetro quadrado
n	número de espécimes
N	Newton
P	fósforo
P_f	probabilidade de falha
pH	potencial de hidrogênio iônico
r	coeficiente de correlação
s	segundo
SB	Single Bond
SEI	imagem com elétron secundário
TEGDMA	trietileno glicil dimetacrilato
UDMA	uretano dimetacrilato
Vs	versus
X	vezes
ANOVA	análise de variância

Sumário

Resumo.....	10
Abstract.....	12
Lista de figuras.....	13
Lista de Tabelas.....	14
Lista de abreviaturas e siglas.....	15
1 Projeto de pesquisa.....	18
1.1 Introdução.....	18
1.2 Objetivos.....	25
1.3 Hipóteses.....	26
1.4 Materiais e métodos.....	27
1.4.1 Preparação dos dentes.....	27
1.4.2 Procedimento restaurador.....	27
1.4.3 Preparação dos espécimes e teste de resistência de união.....	29
1.4.4 Análise do modo de fratura na zona de união.....	31
1.4.5 Avaliação da nanodureza dentinária.....	32
1.4.6 Avaliação da micromorfologia da interface de união em mev (microscopia eletrônica de varredura).....	33
1.4.7 Distribuição elementar da superfície dentinária após diferentes técnicas de condicionamento.....	33
1.4.8 Tratamento estatístico.....	34
1.5 Referências.....	35
1.6 Cronograma.....	42
2 Artigo.....	43

1 PROJETO DE PESQUISA

1.1 INTRODUÇÃO

Dentro da filosofia de odontologia minimamente invasiva, os adesivos dentinários proporcionaram alterações drásticas dos conceitos tradicionais de preparo cavitário, possibilitando maior preservação da estrutura dental sadia e reforço à estrutura dental remanescente (PETERS et al., 2001).

Para o tratamento restaurador de lesões cariosas em dentina, esta abordagem preconiza a remoção completa da dentina infectada irreversivelmente desnaturada, preservando a dentina contaminada subjacente passível de remineralização (FUSAYAMA, 1979). Entretanto, estudos clínicos têm demonstrado a possibilidade de aplicação dos sistemas restauradores adesivos, mesmo quando o substrato infectado é mantido no interior da cavidade (RIBEIRO et al., 1999; MERTZ-FAIRHURST et al., 1998), impedindo a progressão da lesão.

O mecanismo de união dos sistemas adesivos aos tecidos dentais duros, esmalte e dentina, consiste basicamente na substituição de uma camada mineral superficial por monômeros resinosos, que, após sua polimerização *in situ*, permanecem retidos através de união micro-mecânica. Este processo é comumente conhecido como “hibridização” ou formação de “camada híbrida” (NAKABAYASHI et al., 1982), uma vez que esta interface de união é composta pelo tecido dental desmineralizado e pelo adesivo resinoso.

Atualmente os sistemas adesivos podem ser reunidos em dois grandes grupos. Sistemas adesivos convencionais ou *etch-and-rinse* e sistemas adesivos autocondicionantes ou *self-etch* (DE MUNCK et al., 2005). Sistemas adesivos convencionais incluem o condicionamento da superfície dentária com um ácido,

geralmente ácido fosfórico gel em concentrações de 30 a 40%, e posterior lavagem com água como um passo separado. Este procedimento remove a camada superficial de lama dentinária, *smear layer*, e transforma a superfície lisa e suave do esmalte numa superfície acentuadamente irregular repleta de microporos (BARKMEIER et al., 1985). Em dentina, além da remoção da lama dentinária, o condicionamento ácido desmineraliza a dentina intertubular e peritubular, expondo uma densa rede de fibrilas de colágeno entremeadas aos microporos (SWIFT et al., 1995; VAN MEERBEEK et al., 1992). Após o condicionamento superficial, segue-se a aplicação de um *primer* e posterior cobertura com um adesivo resinoso, caracterizando um procedimento de três passos. Este sistema também pode ser encontrado em formato simplificado, no qual os componentes do *primer* hidrofílico foram misturados aos monômeros resinosos hidrofóbicos do adesivo, resultando em uma única etapa de aplicação (VAN MEERBEEK et al., 2003).

Em esmalte, devido a sua composição essencialmente mineral, a técnica adesiva é relativamente simples e eficaz, com comprovada longevidade clínica (DE MUNK et al., 2003; VAN DIJKEN, 2000; VAN MEERBEK et al., 1998). No entanto, em dentina, a técnica adesiva se torna mais complexa e sensível devido, principalmente, a composição deste substrato. Enquanto o esmalte é composto basicamente por hidróxiapatita, a dentina apresenta uma rede de túbulos dentinários, contendo extensões celulares dos odontoblastos, grande volume de água e matéria orgânica, principalmente o colágeno tipo I (MARSHALL et al., 1997; EICK et al., 1991). Para otimizar a efetividade de união dos sistemas adesivos convencionais em dentina, foi proposta a utilização da “técnica úmida”, a qual requer a manutenção de uma certa quantidade de água na superfície dentinária, previamente a aplicação do agente adesivo (KANCA, 1992). A finalidade da água

neste momento é manter os espaços interfibrilares em uma condição de expansão, impedindo o colapso das fibras de colágeno e, conseqüentemente, favorecer a infiltração da resina adesiva (CARVALHO et al., 1996). Entretanto, cavidades complexas, freqüentemente, apresentam diferentes graus de umidade, que vão desde locais com excessiva quantidade de água a regiões relativamente desidratadas em um mesmo dente, o que torna a técnica adesiva muito sensível (MIYAZAKI et al., 2000; TAY et al., 1996).

Os sistemas autocondicionantes surgiram com o objetivo de propiciar uma técnica operatória menos sensível e reduzir o tempo clínico de aplicação. Diferem dos sistemas convencionais porque não requerem o condicionamento prévio com ácido fosfórico para produzir porosidades no substrato, podendo ser encontrados na versão que compreende dois passos de aplicação ou em formato simplificado de passo único (DE MUNCK et al., 2005). Nos sistemas de dois passos, um *primer* contendo monômeros ácidos remove ou modifica a *smear layer*, desmineraliza parcialmente a superfície dentinária e, simultaneamente, se infiltra nas porosidades criadas. Após, é aplicada uma camada de adesivo resinoso que irá propiciar a adesão ao compósito restaurador (PASHLEY et al., 1997). Nos sistemas de passo único, de introdução recente, uma única solução contendo os monômeros ácidos, solventes, diluentes e água é aplicada diretamente sobre o substrato dental não condicionado e desempenha a função de desmineralização, infiltração e posterior ligação com o material restaurador (TAY et al., 2001).

Atualmente, vários estudos *in vitro* têm contribuído para o desenvolvimento de mecanismos mais eficientes de união à dentina sadia. Alguns trabalhos têm analisado as características intrínsecas da dentina, como o efeito da profundidade (TOLEDANO et al., 2003; GIANNINI et al., 2001; YOSHIYAMA et al., 1995) e da

permeabilidade (LI et al., 2000; PEREIRA et al., 2001), objetivando a otimização das propriedades químicas e mecânicas das interfaces de união. Outros trabalhos têm comparado o efeito, comportamento e propriedades de diferentes sistemas adesivos disponíveis comercialmente (REIS et al., 2004; HASHIMOTO et al., 2004; TAY et al., 2003). Entretanto, na prática clínica não é incomum nos depararmos com uma dentina cujos aspectos de normalidade se perderam como substrato para adesão. Situações diversas levam à transformações no substrato dentinário, podendo a dentina ser encontrada esclerosada, afetada por cárie e infectada.

Lesões cariosas em dentina, em geral, requerem intervenção cirúrgico-restauradora. Diante da filosofia restauradora conservativa, o preparo cavitário da lesão cariosa deve envolver somente a camada superficial de dentina infectada, na qual a rede de fibras colágenas está parcialmente degradada, amolecida, sem capacidade de remineralização e densamente colonizada por microorganismos. Já a camada subjacente de dentina afetada por cárie apresenta-se parcialmente desmineralizada, relativamente livre de bactérias e passível de remineralização, devendo ser preservada durante o procedimento cirúrgico (FUSAYAMA, 1979).

Devido aos sucessivos ciclos de desmineralização e remineralização, depósitos minerais são formados no interior dos túbulos dentinários da dentina afetada por cárie, causando sua obliteração parcial ou total. Estudos têm demonstrado que estes depósitos são ácido-resistentes e, em geral, compostos por cristais de *whitlockite* (DACULSI et al., 1987; OGAWA et al., 1983), que funcionariam como mecanismo de defesa do tecido pulpar, atuando como uma barreira à penetração de ácidos, bactérias e seus subprodutos (MARSHALL et al., 2001). Estes depósitos, geralmente, não são removidos com o condicionamento ácido convencional ou com *primers* autocondicionantes, o que reduz a formação dos *tags*

resinosos, podendo comprometer a resistência de união ao material restaurador (NAKAJIMA et al., 2005; ARRAIS et al., 2004; YAZICI et al., 2004; YOSHIYAMA et al., 2002, 2000).

Vários estudos têm demonstrado que alterações morfológicas na dentina afetada por cárie reduzem os valores de resistência de união, tanto para sistemas adesivos convencionais (ARRAIS et al., 2004; YOSHIYAMA et al., 2002, 2000) quanto para sistemas autocondicionantes (NAKAJIMA et al., 2005; ARRAIS et al., 2004; YAZICI et al., 2004; YOSHIYAMA et al., 2003, 2002, 2000). Em decorrência do maior grau de porosidade e reduzido conteúdo mineral intertubular, avaliações por microscopia eletrônica de varredura (MEV) demonstraram a formação de camada híbrida mais espessa (YOSHIYAMA et al., 2003, 2002, 2000), sugerindo uma fácil penetração e dissolução deste substrato pelo agente condicionante (YOSHIYAMA et al., 2002). Entretanto, a infiltração do adesivo no interior dos túbulos dentinários é impedida pela presença dos depósitos minerais, formando *tags* resinosos demasiadamente curtos e irregulares. YOSHIYAMA et al (2000) demonstraram também, que uma camada híbrida espessa em dentina afetada por cárie é mais suscetível à degradação por alterações ácido-base. Além disso, o baixo módulo de elasticidade (MARSHALL et al., 2001) e a menor resistência coesiva (NISHITANI et al., 2005) deste substrato também contribuem para a redução da resistência de união.

ARRAIS et al (2004), avaliaram o efeito do condicionamento ácido adicional em um sistema convencional (Single Bond[®] – 3M/ESPE), bem como em um sistema autocondicionante (Clerafil SE Bond[®] – Kuraray) sobre a dentina afetada por cárie, na tentativa de remover os depósitos minerais do interior dos túbulos dentinários. Neste estudo o tempo de condicionamento prévio a aplicação do sistema Single

Bond® foi aumentado de 15 pra 45s. Para o sistema Clearfil SE Bond®, antes da aplicação do *primer*, a dentina foi condicionada com ácido fosfórico gel por 15 s. Os resultados demonstraram aumento significativo da resistência de união à dentina afetada por cárie para ambos os sistemas. Em microscopia eletrônica de varredura, o condicionamento adicional não foi capaz de remover os depósitos minerais de todos os túbulos dentinários, porém parte dos cristais encontravam-se dissolvidos e vários túbulos abertos, possibilitando maior formação de *tags* resinosos. Já, YAZICI et al (2004) não obtiveram aumento significativo da resistência de união com condicionamento prévio (15s) a aplicação do sistema adesivo Clearfil SE Bond® em dentina afetada por cárie, o que em dentina sadia, causou redução da resistência de união.

Atualmente, existem somente dois estudos avaliando o efeito do condicionamento ácido adicional em dentina afetada por cárie, e seus resultados são antagônicos. Além disso, esta técnica pode conduzir a uma desmineralização dentinária muito profunda, a qual não poderá ser totalmente infiltrada pelo sistema adesivo (PAUL et al., 1999). Estudos têm indicado que a presença de fibras colágenas desnudas, subjacentes à camada híbrida, são mais propensas à degradação, podendo comprometer a longevidade da adesão (HASHIMOTO et al., 2000; KATO et al., 1998). Além disso, o efeito do condicionamento adicional pode ser potencializado em dentina afetada por cárie, pois a superfície intertubular já se apresenta parcialmente desmineralizada. Diante disso, há a necessidade de realização de novos estudos avaliando o efeito do condicionamento ácido adicional como alternativa para potencializar o mecanismo de união à dentina afetada por cárie.

1.2 OBJETIVOS

O presente estudo tem por objetivos:

1. Avaliar o efeito do condicionamento ácido adicional na resistência de união à dentina sadia e afetada por cárie, inicialmente (24h) e após 6 meses de armazenagem utilizando um sistema adesivo convencional e um sistema autocondicionante;
2. Avaliar o efeito do condicionamento ácido adicional na micromorfologia da interface de união em dentina sadia e afetada por cárie utilizando um sistema adesivo convencional e um sistema autocondicionante;
3. Avaliar a alteração do conteúdo mineral da dentina sadia e afetada por cárie após o sobre-condicionamento ácido através de EDS (*Electron Dispersive Spectroscopy* – Espectroscopia dispersiva de elétrons).
4. Avaliar a nanodureza da dentina sadia e afetada por cárie.

1.3 HIPÓTESES

1) O condicionamento ácido adicional promoverá aumento da resistência de união inicial e após armazenagem, em dentina afetada por cárie, para ambos os sistemas adesivos. Em dentina sadia haverá redução da resistência de união tanto inicial como após armazenagem para os diferentes sistemas adesivos empregados.

2) A dentina afetada por cárie apresentará menor densidade de cálcio, fósforo e magnésio comparada com a dentina normal. O condicionamento ácido adicional reduzirá a concentração destes minerais, tanto em dentina sadia quanto em afetada por cárie.

3) A nanodureza da dentina afetada por cárie será menor que a da dentina sadia.

1.4 MATERIAIS E MÉTODOS

1.4.1 Preparação dos dentes

Sessenta e oito molares humanos recentemente extraídos, serão obtidos através do banco de dentes da Faculdade de Odontologia FO/UFPel após consentimento do comitê de bioética desta instituição. Estes dentes deverão conter uma lesão cáriosa oclusal estendida até a metade da dentina coronal. Para desinfecção, serão armazenados em solução salina com timol a 4° C por 7 dias. Após, as superfícies oclusais de sessenta dentes serão seccionadas perpendicularmente ao seu longo eixo, com disco diamantado sob refrigeração abundante, para exposição de uma superfície dentinária plana, onde a lesão cáriosa se encontre circundada por dentina sadia (Fig. 1-A). O tecido infectado e amolecido será escavado com curetas manuais e a dentina contaminada será identificada utilizando critérios combinados de exame visual e dureza. Esta superfície será polida com lixa de granulação 600 por 60 s sob água corrente, formando uma espessura de lama dentinária padronizada. Ao redor da dentina afetada por cárie permanecerá quantidade suficiente de dentina sadia para ser utilizada como controle. Este procedimento elimina a possibilidade de inclusão de um novo fator de variação (ex: dentina superficial vs. profunda) durante a avaliação da resistência adesiva entre o substrato sadio e cariado contaminado (NAKAJIMA et al., 1995).

1.4.2 Procedimento restaurador

A composição e método de aplicação dos materiais restauradores estão descritos na tabela 1.

Tabela 1. Composição e método de aplicação dos materiais restauradores.

Material	Composição	Procedimento*	Lote	Fabricante
Clearfil SE Bond	SE-Primer: água, etanol, MDP, HEMA, dimetacrilato hidrófilo, canforoquinona, N,N-dietanol <i>p</i> -toluidina (pH = 2). SE-Bond: MDP, Bis-GMA, HEMA, dimetacrilato hidrófobo, canforoquinona, N,N-dietanol <i>p</i> -toluidina, sílica coloidal silanizada.	a; b (20 s); c; d (20 s)	G1238	Kuraray, Osaka, Japan
Single Bond	Condicionador: ácido fosfórico a 35% (pH = 0.02) Adesivo: água, etanol, Bis-GMA, HEMA, UDMA, Bisfenol A glicerolato, copolímero ácido polialcenóico, dimetacrilato, canforoquinona.	e (15 s); f; a; c (2 camadas); g; d	IFT	3M ESPE, St Paul, MN, USA
Z-250	TEGDMA, UDMA, Bis-EMA, partículas de carga de Zircônia e Sílica (0.19 à 3.3 μ), 60% de carga inorgânica em volume, canforoquinona	d (20 s)	4AU	3M ESPE, St Paul, MN, USA

* Procedimento de acordo com as instruções do fabricante: (a) secagem suave com ar; (b) aplicação do primer; (c) aplicação do adesivo; (d) fotoativação; (e) condicionamento ácido; (f) lavagem; (g) secagem com papel absorvente.

Os sessenta dentes preparados serão distribuídos de forma randomizada em quatro grupos experimentais (n=15) conforme a técnica de condicionamento dentinário (Tabela 2). Cada sistema adesivo será aplicado com auxílio de um *microbrush* em toda a superfície dentinária, incluindo a porção central de dentina afetada por cárie e a porção periférica de dentina sadia (Fig. 1-B).

Tabela 2. Grupos experimentais – Técnicas de condicionamento dentinário.

Grupos	Sistema Adesivo	Condicionamento Dentinário
G1 - Controle	Single Bond	Conforme instruções do fabricante
G2	Single Bond	Aumento do tempo de condicionamento com ácido fosfórico a 35% para 30 s.
G3 - Controle	Clearfil SE Bond	Conforme instruções do fabricante
G4	Clearfil SE Bond	Condicionamento adicional com ácido fosfórico a 35% por 15 s antes da aplicação do primer.

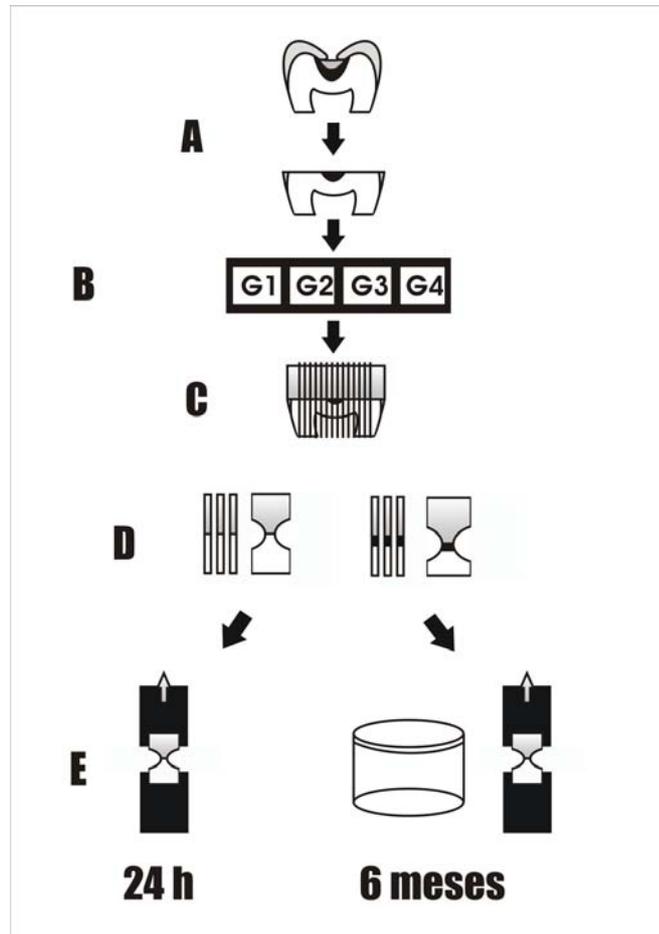
A aplicação dos sistemas adesivos para os grupos controle (G1 e G3) será realizada seguindo as instruções do fabricante. Nos grupos experimentais (G2 e G4) os passos de condicionamento seguirão os modelos experimentais descritos na Tabela 2, mantendo os demais passos conforme recomendação do fabricante. Após aplicação do sistema adesivo, cada dente será restaurado com o compósito em incrementos de até 2 mm de espessura. Cada incremento será fotoativado por 20 s, até uma altura final de 5 mm \pm 1 mm. Será utilizado um aparelho fotoativador XL 3000[®] (3M/ESPE) com densidade de potência de 500 mW/cm², constantemente aferido com auxílio de um radiômetro Model 100[®] (Demetron Research Corp. – Danbury CT, USA - Lote: 118568). Finalizados os procedimentos restauradores, os dentes serão mantidos em água destilada a 37° C por 24 horas.

1.4.3 Preparação dos espécimes e teste de resistência de união

Os dentes restaurados serão seccionados perpendicularmente à interface de união em cortadeira com disco diamantado (ISOMET 1000[®], Buheler) para produzir fatias de 0.7 mm de espessura (Fig. 1-C). Cada fatia será cuidadosamente examinada em microscópio ótico (40X) e separada conforme o tipo de substrato

dentário presente na interface de união: dentina sadia ou afetada por cárie. Duas ou três fatias serão obtidas por substrato e posteriormente recortadas na região de interface de união, com uma ponta diamantada cilíndrica, em formato de ampulheta com área de secção transversal de até 1 mm^2 (Fig. 1-D). Os espécimes originários de cada dente serão divididos aleatoriamente para avaliação inicial (24 h) ou após seis meses de estocagem em água destilada contendo 0.4% azida sódica a 37°C (Fig. 1-E). Cada espécime será fixado em uma matriz metálica pra microtração com adesivo a base de cianoacrilato (Super Bonder Gel, Loctite) e sujeitos ao teste em uma máquina de ensaio mecânico (EMIC[®] DL 500), com velocidade de 0,5 mm/min e célula de carga de 500N, até sua fratura. A resistência de união será expressa em MPa após mensuração da área de secção transversal no local da fratura com paquímetro digital (Digimatic Caliper[®] – Mitutoyo - #: BD077206) para o cálculo da resistência de união, que é a razão entre a força requerida para fraturar os espécimes (N) e a área da interface de união (mm^2).

Figura 1- Preparação dos espécimes e execução do ensaio de microtração.



1.4.4 Análise do modo de fratura na zona de união

As superfícies das fraturas de todos os espécimes serão examinadas em microscópio óptico com aumento de 40X e alguns espécimes representativos serão selecionados para avaliação em microscopia eletrônica de varredura. Para a análise em MEV os espécimes serão cobertos com uma camada de ouro-paládio por 3 min (Hummer Sputter Coater[®] – 21020, Technics Inc., Alexandria, VA, EUA), com uma corrente de 10mA e vácuo de 30mTorr. O padrão de fratura será classificado em:

- A) Fratura adesiva = na interface de união
- B) Fratura coesiva em dentina = em dentina
- C) Fratura coesiva no compósito ou adesivo = em compósito ou adesivo

D) Fratura mista = Parcialmente coesiva (em dentina, compósito e/ou adesivo) e adesiva

1.4.5 Avaliação da nanodureza dentinária

Após avaliação do modo de fratura, todos os espécimes serão submetidos à avaliação da nanodureza dentinária para confirmação do tipo de substrato dentinário utilizado. Cada espécime será fixado em uma moldeira com godiva de impressão (DFL - #: 4071-3, RJ, Brasil) para permanecer estabilizado perpendicularmente ao mecanismo de nanoendentação. As superfícies dos espécimes serão polidas individualmente com lixas abrasivas em seqüência decrescente de granulação: 800, 1000, 1200 e 1500, sob água corrente. Após, serão novamente polidas com pastas diamantadas na seqüência de granulação: 6, 3, 1 e 0,25 μm (3M/ESPE). Para remoção de debris e aparas os espécimes serão limpos em um ultra-som Quantrex 140 (L & R Manufacturing) com água destilada por 30 segundos. Os espécimes serão submetidos ao teste de nanoendentação utilizando um nanoindentador ENT-1100 (Elionix). Serão realizadas 5 endentações à 100 μm da zona de união e perpendicular a esta, separadas a uma distância de 5 μm com aplicação de carga constante de 100 mgf. A magnitude das endentações será analisada em microscopia eletrônica de varredura seguindo o protocolo descrito no item 1.4.4. Será realizada a média de nanodureza em cada espécime e posteriormente agrupados em:

A) Média de nanodureza em dentina sadia

B) Média de nanodureza em dentina afetada por cárie

1.4.6 Avaliação da micromorfologia da interface de união em mev (microscopia eletrônica de varredura)

Algumas fatias que não foram selecionadas para o teste de microtração serão coletadas em cada grupo para avaliação da micromorfologia da interface de união.

Os espécimes serão, então, desidratados em concentrações crescentes de etanol (50, 60, 70, 80 e 90%) por 2h cada e, por fim, em etanol a 100% por 24h. A secagem dos espécimes será realizada em dessecador contendo sílica gel por 48h. Suas superfícies serão revestidas com uma camada de, aproximadamente, 250Å de carbono através de um sistema de evaporação a vácuo (Ion Equipment Co., Santa Clara, CA, EUA) e analisadas com um microscópio eletrônico de varredura (JSM 6400[®], Jeol Ltd., Tóquio, Japão) usando o modo de imagem com elétron secundário (SEI).

1.4.7 Distribuição elementar da superfície dentinária após diferentes técnicas de condicionamento

Oito molares com cárie oclusal serão preparados conforme o item 1.4.1. Após serão seccionados no centro da lesão cariosa, no sentido mesio distal, originando 16 metades que serão distribuídas aleatoriamente entre os quatro grupos experimentais (Tabela 2). Para os grupos 3 e 4 após a aplicação do primer autocondicionante os espécimes serão lavados com etanol por 30 s e desidratados em solução de etanol e água (70, 80, 90 e 100 Vol.% de etanol). As superfícies serão cobertas por uma camada fina de pó de carbono e analisadas para os elementos Ca, P, Mg utilizando sonda de microanálise de elétrons do tipo EDS (*Electron Dispersive Spectroscopy* – Espectroscopia dispersiva de elétrons) acoplado a um microscópio eletrônico de

varredura (JSM 6400[®], Jeol Ltd., Tóquio, Japão). Será avaliado o efeito da técnica de condicionamento superficial na dentina peritubular e intertubular.

1.4.8 Tratamento estatístico

Para a realização da análise estatística, será utilizado o programa estatístico SigmaStat 3.01. Os valores obtidos serão analisados através do método MANOVA quatro fatores e teste complementar de Tukey.

1.5 REFERÊNCIAS

ARRAIS CA, GIANNINI M, NAKAJIMA M, TAGAMI J. Effects of additional and extended acid etching on bonding to caries-affected dentine. **Eur J Oral Sci.** 2004 Oct; 112(5): p.458-464.

BARKMEIER WW, GWINNETT AJ, SHAFFER SE. Effects of enamel etching time on bond strength and morphology. **J Clin Orthod.** 1985 Jan;19(1):p.36-38.

CARVALHO RM, YOSHIYAMA M, PASHLEY EL, PASHLEY DH. In vitro study on the dimensional changes of human dentine after demineralization. **Arch Oral Biol.** 1996 Apr;41(4):p.369-377.

DACULSI G, LEGEROS RZ, JEAN A, KEREBEL B. Possible physico-chemical processes in human dentin caries. **J Dent Res.** 1987 Aug;66(8):p.1356-1359.

DE MUNCK J, VAN LANDUYT K, PEUMANS M, POITEVIN A, LAMBRECHTS P, BRAEM M, VAN MEERBEEK B. A critical review of the durability of adhesion to tooth tissue: methods and results. **J Dent Res.** 2005 Feb;84(2):p.118-132. Review.

DE MUNCK J, VAN MEERBEEK B, YOSHIDA Y, INOUE S, VARGAS M, SUZUKI K, LAMBRECHTS P, VANHERLE G. Four-year water degradation of total-etch adhesives bonded to dentin. **J Dent Res.** 2003 Feb;82(2):p.136-140

EICK JD, COBB CM, CHAPPELL RP, SPENCER P, ROBINSON SJ. The dentinal surface: its influence on dentinal adhesion. Part I. **Quintessence Int.** 1991 Dec;22(12):p.967-977.

FUSAYAMA T. Two layers of carious dentin; diagnosis and treatment. **Oper Dent.** 1979 Spring;4(2):p.63-70.

GIANNINI M, CARVALHO RM, MARTINS LR, DIAS CT, PASHLEY DH. The influence of tubule density and area of solid dentin on bond strength of two adhesive systems to dentin. **J Adhes Dent.** 2001 Winter;3(4):p.315-324.

HASHIMOTO M, DE MUNCK J, ITO S, SANO H, KAGA M, OGUCHI H, VAN MEERBEEK B, PASHLEY DH. In vitro effect of nanoleakage expression on resin-dentin bond strengths analyzed by microtensile bond test, SEM/EDX and TEM. **Biomaterials.** 2004 Nov;25(25):p.5565-5574.

HASHIMOTO M, OHNO H, KAGA M, ENDO K, SANO H, OGUCHI H. In vivo degradation of resin-dentin bonds in humans over 1 to 3 years. **J Dent Res.** 2000 Jun;79(6):p.1385-1391.

KANCA J 3RD. Improving bond strength through acid etching of dentin and bonding to wet dentin surfaces. **J Am Dent Assoc.** 1992 Sep;123(9):p.35-43.

KATO G, NAKABAYASHI N. The durability of adhesion to phosphoric acid etched, wet dentin substrates. **Dent Mater.** 1998 Sep;14(5):p.347-352.

LI H, BURROW MF, TYAS MJ. Nanoleakage of cervical restorations of four dentin bonding systems. **J Adhes Dent.** 2000 Spring;2(1):p.57-65.

MARSHALL GW JR, CHANG YJ, GANSKY SA, MARSHALL SJ. Demineralization of caries-affected transparent dentin by citric acid: an atomic force microscopy study. **Dent Mater.** 2001 Jan;17(1):p.45-52.

MARSHALL GW JR, MARSHALL SJ, KINNEY JH, BALOOCH M. The dentin substrate: structure and properties related to bonding. **J Dent.** 1997 Nov;25(6):p.441-458. Review.

MERTZ-FAIRHURST EJ, CURTIS JW JR, ERGLE JW, RUEGGEBERG FA, ADAIR SM. Ultraconservative and cariostatic sealed restorations: results at year 10. **J Am Dent Assoc.** 1998 Jan;129(1):p.55-66.

MIYAZAKI M, ONOSE H, MOORE BK. Effect of operator variability on dentin bond strength of two-step bonding systems. **Am J Dent.** 2000 Apr;13(2):p.101-104.

NAKABAYASHI N, KOJIMA K, MASUHARA E. The promotion of adhesion by the infiltration of monomers into tooth substrates. **J Biomed Mater Res.** 1982 May;16(3):p.265-273.

NAKAJIMA M, KITASAKO Y, OKUDA M, FOXTON RM, TAGAMI J. Elemental distributions and microtensile bond strength of the adhesive interface to normal and

caries-affected dentin. **J Biomed Mater Res B Appl Biomater.** 2005 Feb 15;72(2):p.268-275.

NISHITANI Y, YOSHIYAMA M, TAY FR, WADGAONKAR B, WALLER J, AGEE K, PASHLEY DH. Tensile strength of mineralized/demineralized human normal and carious dentin. **J Dent Res.** 2005 Nov;84(11):p.1075-1078.

OGAWA K, YAMASHITA Y, ICHIJO T, FUSAYAMA T. The ultrastructure and hardness of the transparent layer of human carious dentin. **J Dent Res.** 1983 Jan;62(1):p.7-10.

PASHLEY DH, CARVALHO RM. Dentine permeability and dentine adhesion. **J Dent.** 1997 Sep;25(5):p.355-372.

PAUL SJ, WELTER DA, GHAZI M, PASHLEY D. Nanoleakage at the dentin adhesive interface vs microtensile bond strength. **Oper Dent.** 1999 May-Jun;24(3):p.181-188.

PEREIRA PN, OKUDA M, NAKAJIMA M, SANO H, TAGAMI J, PASHLEY DH. Relationship between bond strengths and nanoleakage: evaluation of a new assessment method. **Am J Dent.** 2001 Apr;14(2):p.100-104.

PETERS MC, MCLEAN ME. Minimally invasive operative care. I. Minimal intervention and concepts for minimally invasive cavity preparations. **J Adhes Dent.** 2001 Spring;3(1):p.7-16. Review.

REIS A, LOGUERCIO AD, CARVALHO RM, GRANDE RH. Durability of resin dentin interfaces: effects of surface moisture and adhesive solvent component. **Dent Mater.** 2004 Sep;20(7):p.669-676.

RIBEIRO CC, BARATIERI LN, PERDIGAO J, BARATIERI NM, RITTER AV. A clinical, radiographic, and scanning electron microscopic evaluation of adhesive restorations on carious dentin in primary teeth. **Quintessence Int.** 1999 Sep;30(9):p.591-599.

SWIFT EJ JR, PERDIGAO J, HEYMANN HO. Bonding to enamel and dentin: a brief history and state of the art, 1995. **Quintessence Int.** 1995 Feb;26(2):p.95-110. Review.

TAY FR, GWINNETT AJ, WEI SH. The overwet phenomenon: a transmission electron microscopic study of surface moisture in the acid-conditioned, resin-dentin interface. **Am J Dent.** 1996 Aug;9(4):p.161-166.

TAY FR, PASHLEY DH. Aggressiveness of contemporary self-etching systems. I: Depth of penetration beyond dentin smear layers. **Dent Mater.** 2001 Jul;17(4):p.296-308.

TAY FR, PASHLEY DH. Water treeing--a potential mechanism for degradation of dentin adhesives. **Am J Dent.** 2003 Feb;16(1):p.6-12.

TOLEDANO M, OSORIO R, CEBALLOS L, FUENTES MV, FERNANDES CA, TAY FR, CARVALHO RM. Microtensile bond strength of several adhesive systems to different dentin depths. **Am J Dent.** 2003 Oct;16(5):p.292-298.

VAN DIJKEN JW. Clinical evaluation of three adhesive systems in class V non-carious lesions. **Dent Mater.** 2000 Jul;16(4):p.285-291.

VAN MEERBEEK B, DE MUNCK J, YOSHIDA Y, INOUE S, VARGAS M, VIJAY P, VAN LANDUYT K, LAMBRECHTS P, VANHERLE G. Buonocore memorial lecture. Adhesion to enamel and dentin: current status and future challenges. **Oper Dent.** 2003 May-Jun;28(3):p.215-235.

VAN MEERBEEK B, PERDIGAO J, LAMBRECHTS P, VANHERLE G. The clinical performance of adhesives. **J Dent.** 1998 Jan;26(1):p.1-20. Review.

VAN MEERBEEK B, INOKOSHI S, BRAEM M, LAMBRECHTS P, VANHERLE G. Morphological aspects of the resin-dentin interdiffusion zone with different dentin adhesive systems. **J Dent Res.** 1992 Aug;71(8):p.1530-1540.

YAZICI AR, OZGUNALTAY G, DAYANGAC B. The effect of different types of flowable restorative resins on microleakage of Class V cavities. **Oper Dent.** 2004 Nov-Dec;28(6):p.773-778.

YOSHIYAMA M, TAY FR, TORII Y, NISHITANI Y, DOI J, ITOU K, CIUCCHI B, PASHLEY DH. Resin adhesion to carious dentin. **Am J Dent.** 2003 Feb;16(1):p.47-52.

YOSHIYAMA M, TAY FR, DOI J, NISHITANI Y, YAMADA T, ITOU K, CARVALHO RM, NAKAJIMA M, PASHLEY DH. Bonding of self-etch and total-etch adhesives to carious dentin. **J Dent Res.** 2002 Aug;81(8):p.556-560.

YOSHIYAMA M, URAYAMA A, KIMOCHI T, MATSUO T, PASHLEY DH. Comparison of conventional vs self-etching adhesive bonds to caries-affected dentin. **Oper Dent.** 2000 May-Jun;25(3):p.163-169.

YOSHIYAMA M, CARVALHO R, SANO H, HORNER J, BREWER PD, PASHLEY DH. Interfacial morphology and strength of bonds made to superficial versus deep dentin. **Am J Dent.** 1995 Dec;8(6):p.297-302.

ARTIGO

Título: Efeito do condicionamento ácido adicional na resistência de união e módulo de Weibull de sistemas adesivos aplicados em dentina sadia e afetada por cárie.

English title: Effect of additional acid etching on bond strength and Weibull modulus of adhesive systems applied on sound and affected dentin.

Cesar Henrique Zanchi^{a§}, Otávio Dávila^a, Sinval Adalberto Rodrigues Junior^a, Luis Henrique Burnett Junior^b, Flávio Fernando Demarco^a, Márcia Bueno Pinto^a.

^a **Centro de Desenvolvimento e Controle de Biomateriais (CDC-Bio), Faculdade de Odontologia, Universidade Federal de Pelotas, RS, Brasil**

^b **Faculdade de Odontologia, Departamento de dentística restauradora, Pontífice Universidade Católica do Rio Grande do Sul, RS, Brasil**

[§] **Autor para correspondência: CDC-Bio, Faculdade de Odontologia, Universidade Federal de Pelotas. Rua Gonçalves Chaves, 457, Pelotas, RS, Brasil. CEP: 96015-560. Tel/Fax: +55-53-3222-6690.**

E-mail: chzanchi@gmail.com (Cesar Henrique Zanchi)

*** Artigo formatado segundo normas do periódico Journal Adhesive Dentistry.**

Resumo

Objetivo: O objetivo deste estudo foi avaliar o efeito do condicionamento adicional com ácido fosfórico à 35% (CAA) na resistência de união (σ_U) e módulo de Weibull (m) de sistemas adesivos aplicados em dentina sadia (DS) e afetada por cárie (DAC).

Materiais e Métodos: Noventa molares humanos com lesão cariosa oclusal foram seccionados produzindo superfícies oclusais planas, com DAC circundada por DS, e divididos em seis grupos experimentais: SB-CT: Single Bond[®] (SB) aplicado conforme o fabricante; SB+15: SB com CAA (+15s); SB+30: SB + CAA (+30s); CF-CT: Clearfil SE Bond[®] (CF) aplicado conforme o fabricante; CF+15: CF + CAA (+15s); CF+30: CF + CAA (+30s). Após, os dentes foram restaurados e seccionados originando 2-3 fatias em cada substrato posteriormente (24h) submetidas ao ensaio de microtração (n=30). Os valores de σ_U foram analisados com ANOVA (3-fatores), teste de Tukey (p<0,05) e análise de regressão de Weibull.

Resultados: A σ_U foi significativamente menor em DAC que em DS para ambos os sistemas adesivos. O CAA resultou no aumento da σ_U em DAC. Em DS o CAA aumentou a σ_U para o sistema CF, mas reduziu para o sistema SB. O m foi menor em DAC para os dois sistemas adesivos. Em DS, SB apresentou menor m que CF e o CAA resultou na redução desse valor.

Conclusão: Embora o CAA possa aumentar a σ_U em DAC, as médias foram menores que em DS, bem como o m . O CAA pode reduzir a σ_U e o m para SB em DS.

Palavras chave: adesivo dentinário; cárie dentária; microtração; dentina, análise de Weibull.

Introdução

Atualmente, vários estudos *in vitro* têm contribuído para o desenvolvimento de mecanismos mais eficientes de união dos sistemas adesivos à dentina sadia (1-4). Entretanto, na prática clínica não é incomum nos depararmos com uma dentina cujos aspectos de normalidade se perderam como substrato para adesão. Situações diversas podem levar à alterações histológicas, podendo a dentina ser encontrada esclerosada, infectada ou afetada por cárie. Lesões cariosas em dentina, em geral, requerem intervenção cirúrgico-restauradora, devendo o preparo cavitário envolver somente a camada superficial de dentina infectada, amolecida, parcialmente degradada, e sem capacidade de remineralização, mantendo a camada subjacente de dentina afetada por cárie, passível de remineralização (5).

Estudos têm demonstrado que alterações morfológicas na dentina afetada por cárie (DAC) são responsáveis pela redução dos valores de resistência de união, tanto para sistemas adesivos convencionais (6-8), quanto para autocondicionantes (6-10). A dentina afetada por cárie apresenta maior porosidade devido ao reduzido conteúdo mineral intertubular (9), o que resulta na redução de suas propriedades mecânicas (11, 12). Além disso, depósitos minerais são formados no interior dos túbulos dentinários, causando sua obliteração parcial ou total. Estes depósitos, ácido-resistentes (13, 14), são resultados do mecanismo de defesa do tecido pulpar e, geralmente, não são removidos com o condicionamento ácido convencional ou com *primers* autocondicionantes, reduzindo a formação dos *tags* resinosos (6, 7, 9, 10).

Mesmo que, para sistemas convencionais aplicados em dentina, o tempo de condicionamento ácido recomendado seja de 15s, alguns estudos têm demonstrado que o prolongamento do condicionamento pode elevar os valores de resistência de

união em substratos patologicamente alterados, como em dentina esclerosada (15) ou afetada por cárie (6). Arrais et al. (2004) demonstraram também, que o condicionamento adicional com ácido fosfórico prévio à aplicação de um sistema autocondicionante pode aumentar a resistência de união na DAC, apesar de Yazici et al. (2004) não terem observado aumento significativo.

Embora ensaios de resistência de união apresentem alta variabilidade de dados (16), decorrente da inter-relação dos materiais resinosos de natureza friável com a dentina superficialmente desmineralizada, poucos estudos tem avaliado a confiabilidade estrutural desta interface de união (1, 16). A análise de Weibull têm sido utilizada para avaliar o efeito de falhas intrínsecas nas propriedades mecânicas de alguns materiais como cerâmicas (17) e adesivos resinosos (1, 16), ou ainda para interfaces de união (1, 16, 18). Através de parâmetros estatísticos como o módulo de Weibull (m) também conhecido como parâmetro de forma, que indica a variabilidade da distribuição dos valores de resistência de uma determinada estrutura, e a resistência característica (σ_0), que é o valor de resistência em que 63,21% dos espécimes irão fraturar, pode-se estimar a confiabilidade estrutural de um material ou interface (1, 16, 17), e a probabilidade de fratura em um determinado valor de tensão.

Assim, o objetivo deste estudo foi testar as seguintes hipóteses: 1) O condicionamento ácido adicional aumenta a resistência de união, para ambos os sistemas adesivos, na DAC; 2) A resistência de união em DAC é inferior à obtida em dentina sadia, independentemente do sistema adesivo empregado; 3) O condicionamento ácido adicional resulta na redução da resistência de união em dentina sadia. Adicionalmente foi realizada a análise de Weibull, determinando o

módulo de Weibull e a resistência característica através dos dados obtidos no ensaio de resistência de união para cada tratamento testado.

Materiais e métodos

Preparação dos dentes

Noventa molares humanos com lesão de cárie oclusal estendida até a metade da dentina coronal foram obtidos através do Banco de Dentes da Faculdade de Odontologia FO/UFPel após consentimento do Comitê de Bioética em Pesquisa desta instituição (Protocolo n° 37/05). Estes dentes foram coletados com até dois meses decorridos da extração, armazenados em cloramina T 0,5% a 4°C por 7 dias e posteriormente congelados até sua utilização. Para exposição de uma superfície dentinária plana, com a lesão cariosa circundada por dentina sadia (Fig. 1-A), o esmalte oclusal foi removido através de um recortador de modelos de gesso. O tecido densamente infectado e amolecido foi escavado com curetas manuais e a DAC identificada utilizando critérios combinados de exame visual (cor) e dureza. A superfície dentinária foi então regularizada com lixa de granulação 600 por 60 s sob água corrente, para obtenção de uma espessura padronizada de lama dentinária. Ao redor da DAC permaneceu quantidade suficiente de dentina sadia para confecção de espécimes utilizados como controle. Este procedimento eliminou a possibilidade de inclusão de um novo fator de variação (ex: dentina superficial vs. profunda) durante a avaliação da resistência de união entre o substrato sadio e o afetado por cárie (8).

Procedimento restaurador

A composição e o método de aplicação dos materiais restauradores estão descritos na tabela 1.

Tabela 1. Descrição e método de aplicação dos materiais restauradores.

Material	Composição	Procedimento*	Lote	Fabricante
Clearfil SE Bond (CF)	SE-Primer: água, etanol, MDP, HEMA, dimetacrilato hidrófilo, canforoquinona, N,N-dietanol <i>p</i> -toluidina (pH = 2). SE-Bond: MDP, Bis-GMA, HEMA, dimetacrilato hidrófobo, canforoquinona, N,N-dietanol <i>p</i> -toluidina, sílica coloidal silanizada.	a; b (20 s); c; d (20s)	00872A 2008/01	Kuraray, Osaka, Japan
Adper Single Bond 2 (SB)	Condicionador: ácido fosfórico a 35% (pH = 0.02) Adesivo: água, etanol, Bis-GMA, HEMA, UDMA, Bisfenol A glicerolato, copolímero ácido polialcenólico, dimetacrilato, canforoquinona.	e (15 s); f; g; c (2 camadas); a; d (20s)	5CX 2008/05	3M ESPE, St Paul, MN, USA
Filtek Z-250	TEGDMA, UDMA, Bis-EMA, partículas de carga de Zircônia e Sílica (0.19 à 3.3µm), 60% de carga inorgânica em volume, canforoquinona	d (20 s)	4RC 2007/05	3M ESPE, St Paul, MN, USA

* Procedimento de acordo com as instruções do fabricante: (a) secagem suave com ar; (b) aplicação do primer; (c) aplicação do adesivo; (d) fotoativação; (e) condicionamento com ácido fosfórico; (f) lavagem; (g) remoção do excesso de água com papel absorvente permanecendo a superfície dentinária visivelmente úmida.

Os noventa dentes preparados foram distribuídos de forma randomizada em seis grupos experimentais (n=15) conforme a técnica de condicionamento dentinário (Tabela 2). Cada sistema adesivo foi aplicado com auxílio de um *microbrush* em toda a superfície dentinária, incluindo a porção central de DAC e a porção periférica de dentina sadia (Fig. 1-B).

Tabela 2. Grupos experimentais – Técnicas de condicionamento dentinário.

Grupos	Condicionamento Dentinário
SB – Controle	Aplicação do sistema adesivo Single Bond [®] conforme as instruções do fabricante.
SB+15	Aplicação do sistema adesivo Single Bond [®] com prolongamento do tempo de condicionamento com ácido fosfórico a 35% para 30s.
SB+30	Aplicação do sistema adesivo Single Bond [®] com prolongamento do tempo de condicionamento com ácido fosfórico a 35% para 45s.
CF - Controle	Aplicação do sistema adesivo Clearfil SE Bond [®] conforme as instruções do fabricante
CF+15	Aplicação do sistema adesivo Clearfil SE Bond [®] com condicionamento adicional com ácido fosfórico a 35% (3M/ESPE) por 15s antes da aplicação do primer.
CF+30	Aplicação do sistema adesivo Clearfil SE Bond [®] com condicionamento adicional com ácido fosfórico a 35% (3M/ESPE) por 30s antes da aplicação do primer.

A aplicação dos sistemas adesivos para os grupos controle (SB-CT e CF-CT) foi realizada seguindo as instruções do fabricante. Nos grupos experimentais (SB+15, SB+30, CF+15, CF+30) os passos de condicionamento seguiram os modelos experimentais descritos na Tabela 2 (Fig. 1-B), mantendo os demais passos conforme recomendação do fabricante. Após aplicação do sistema adesivo, foi construído em cada dente um bloco com o compósito restaurador, em incrementos de até 2 mm de espessura. Cada incremento foi fotoativado por 20 s, até uma altura final de 5 mm ± 1 mm (Fig. 1-C), utilizando um aparelho fotoativador LED SDI Radium[®] com densidade de potência de 1400 mW/cm², constantemente aferido com auxílio de um radiômetro Model 100[®] (Demetron Research Corp. – Danbury CT, USA). Finalizados os procedimentos restauradores, os dentes foram mantidos em água destilada a 37° C por 24 horas.

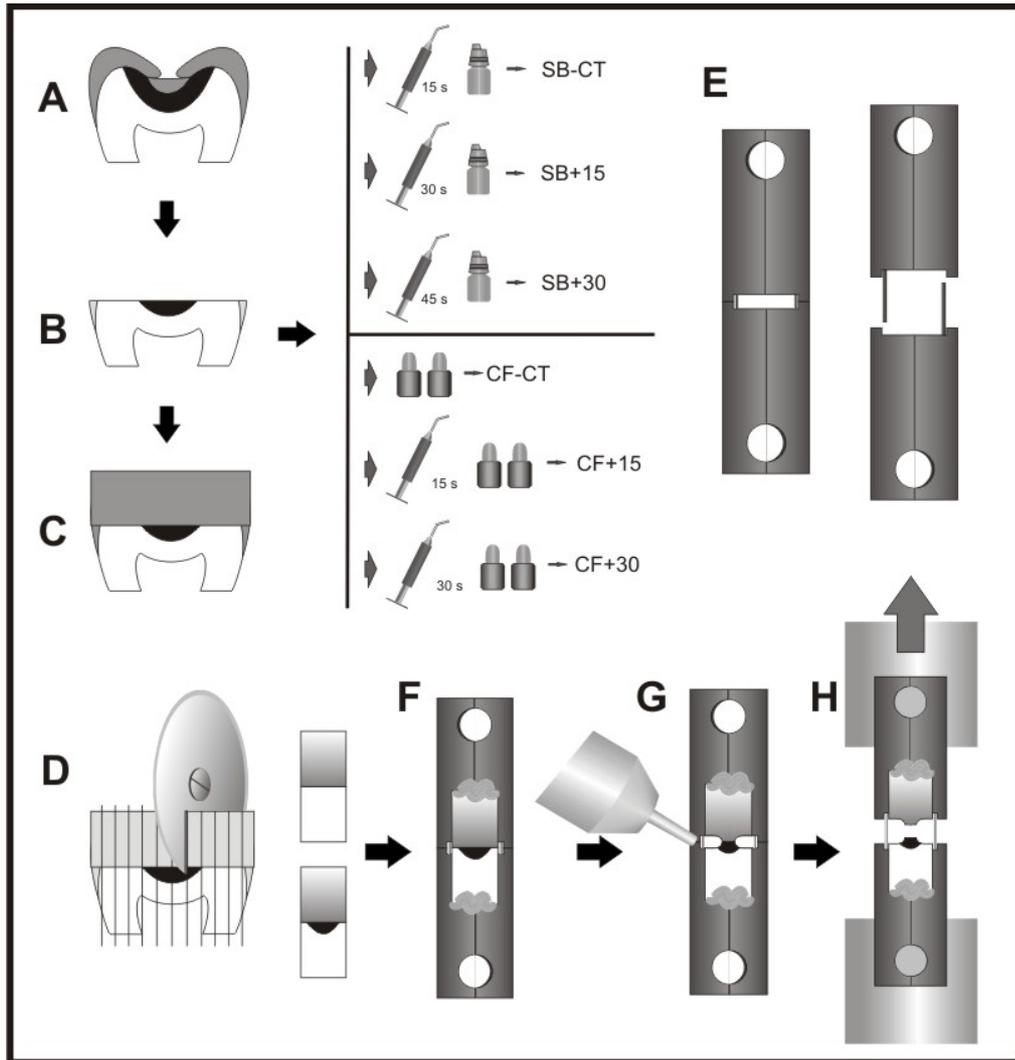


Figura 1. Procedimento restaurador, preparação dos espécimes e ensaio de resistência de união à microtração. A) Secção da coroa perpendicularmente ao longo eixo do dente; B) Aplicação das diferentes técnicas de condicionamento e sistemas adesivos; C) construção de uma coroa em formato de bloco com o compósito restaurador; D) Secção dos dentes com disco diamantado em fatias de 0,7mm; E) Matrizes metálicas para ensaio de microtração; F) Colagem dos espécimes nas matrizes metálicas; G) Recorte dos espécimes em formato de ampulheta; H) Tracionamento do espécime até sua fratura durante ensaio de microtração.

Preparação dos espécimes e ensaio de resistência de união

Os dentes restaurados foram seccionados perpendicularmente à interface de união, em sentido méso-distal, em cortadeira com disco diamantado (ISOMET 1000[®], Buheler Ltd, Lake Bluff, IL), sob refrigeração abundante, para produzir fatias de 0.7 mm de espessura (Fig. 1-D). Cada fatia foi cuidadosamente examinada em microscópio óptico, em aumento de 40X, e separada conforme o tipo de substrato

dentário presente na interface de união: dentina sadia ou DAC. Duas ou três fatias em cada substrato foram obtidas por dente e armazenadas em água destilada a 37°C por 24h. Após, cada espécime foi fixado em uma matriz metálica para microtração (Fig. 1-E/F) com adesivo a base de cianoacrilato (Super Bonder Gel, Loctite, Brasil) e posteriormente recortadas na interface de união com uma ponta diamantada cilíndrica # 2214 (KG Sorensen, Barueri, SP, Brasil) sob refrigeração spray ar-água, produzindo espécimes em formato de ampulheta (Fig. 1-G) com área de seção transversal de até 1 mm², aferida com auxílio de um paquímetro digital (Digimatic Caliper[®] – Mitutoyo, SP, Brasil). A colagem à matriz metálica previamente ao recorte propicia maior estabilidade ao espécime, reduzindo o número de falhas prematuras decorrentes do estresse gerado na interface de união. Os espécimes foram submetidos ao teste de microtração em uma máquina de ensaio mecânico EMIC[®] DL 500 (Emic, São José dos Pinhais, Brasil), com velocidade de 1 mm/min e célula de carga de 50N, até sua fratura (Fig. 1-H). Os valores de resistência de união foram expressos em MPa, que é a razão entre a força requerida para fraturar os espécimes (N) e a área da interface de união (cm²).

Análise do padrão de fratura na zona de união

As superfícies das fraturas de todos os espécimes foram examinadas em microscópio óptico com aumento de 100 e 500X (Durômetro, Futuretech FM700, Japão). As fraturas foram classificadas como: fratura adesiva, fratura coesiva em dentina, fratura coesiva em resina (em compósito e/ou adesivo), fratura mista (parcialmente coesiva em dentina, compósito e/ou adesivo e adesiva).

Análise estatística

Análise estatística de Weibull

A análise de regressão de Weibull foi realizada utilizando os dados obtidos no teste de resistência de união, de acordo com a seguinte equação:

$$P_f = 1 - \exp[-(\sigma/\sigma_0)^m]$$

onde P_f é a probabilidade de fratura, definida pela relação $P_f = \kappa/(N + 1)$, sendo κ a ordem dos valores de resistência do menor para o maior valor, N o número de espécimes avaliados na amostra, σ a resistência máxima, m o módulo de Weibull (parâmetro de forma) e σ_0 a resistência característica ou parâmetro escalar (valor de resistência correspondente a 63,21% das falhas) (17). A análise foi realizada utilizando o programa Minitab 13.1 (Minitab Inc., State College, PA, EUA).

Análise de variância

As médias de resistência de união foram calculadas e analisadas através do método ANOVA três fatores (sistema adesivo, tipo de dentina e técnica de condicionamento) e teste complementar de Tukey (*post hoc*) com nível de significância de 5%.

Resultados

A análise de variância demonstrou que para os três fatores de variação (sistema adesivo, tipo de dentina e técnica de condicionamento) somente o sistema adesivo não exerceu influência significativa na resistência de união ($p > 0,05$), porém houve interação estatisticamente significativa entre os três fatores ($p < 0,01$). Os valores médios de resistência de união (σ_U), respectivos desvio padrão (DP) e

número de falhas prematuras (f.p.) estão dispostos na Tabela 3. As falhas prematuras ocorridas durante o ensaio de resistência de união foram registradas, porém não foram incluídas na análise estatística.

Tabela 3. Média de resistência de união à microtração (σ_U) em MPa (n=30), desvio padrão (DP) e número de falhas prematuras (f.p.).

	Dentina sadia					Dentina afetada por cárie				
		σ_U (DP)			f.p.		σ_U (DP)			f.p.
SB-CT	A	47,51 (10,96)	a ♠		1	B	26,64 (10,33)	a ♣		7
SB+15	B	40,20 (10,23)	b ♠		3	AB	33,43 (11,92)	a ♣		6
SB+30	B	35,36 (12,69)	b ♠		3	A	35,29 (11,99)	a ♠		4
CF-CT	B	42,24 (8,3)	b ♠		4	B	23,02 (7,12)	a ♣		6
CF+15	AB	46,59 (9,88)	a ♠		2	A	29,31 (9,15)	a ♣		8
CF+30	A	51,28 (8,48)	a ♠		3	A	34,18 (10,62)	a ♣		5

- Letras maiúsculas diferentes indicam diferenças estatisticamente significante para o mesmo sistema adesivo e tipo de dentina em diferentes tempos de condicionamento adicional ($p < 0,05$).

- Letras minúsculas diferentes indicam diferenças estatisticamente significante entre diferentes sistemas adesivos no mesmo tempo de condicionamento adicional e tipo de dentina ($p < 0,05$).

- Símbolos diferentes indicam diferenças estatisticamente significante para o mesmo sistema adesivo e tempo de condicionamento adicional em diferentes tipos de dentina ($p < 0,05$).

Com exceção do grupo “SB+30”, todos os outros grupos apresentaram valores de resistência de união em dentina sadia superiores aos em DAC ($p < 0,05$). Em DAC não houve diferença significativa entre os sistemas adesivos. Em dentina sadia, quando aplicados conforme as instruções do fabricante, o sistema SB produziu valores mais altos de resistência de união ($p < 0,05$), porém após condicionamento adicional (15 e 30 s) o sistema CF apresentou valores superiores (Tabela 3).

O condicionamento ácido adicional (15 e 30s) aumentou a resistência de união em DAC para ambos os sistemas adesivos (Tabela 3), sendo o condicionamento adicional de 30s o que resultou nos valores mais elevados

($p < 0,05$). O mesmo padrão pôde ser observado para o sistema CF em dentina sadia, entretanto, para o sistema SB, o condicionamento adicional resultou na queda da resistência de união neste substrato (Tabela 3).

A distribuição dos modos de fratura observados estão ilustrados nas Figuras 2 e 3. Em dentina sadia (Figura 2), para o sistema CF, o condicionamento adicional resultou na redução do percentual de falhas adesivas com aumento de falhas mistas e coesivas em resina. Já para o sistema SB, gerou uma elevação do percentual de falhas adesivas, com redução de falhas mistas. Em DAC (Figura 3) se observou elevado percentual de falhas coesivas em dentina, independentemente do tipo de sistema adesivo. O condicionamento adicional resultou no aumento deste tipo de falha, tanto para o sistema CF quanto para o SB, e, para o sistema CF, proporcionou a redução do percentual de falhas adesivas.

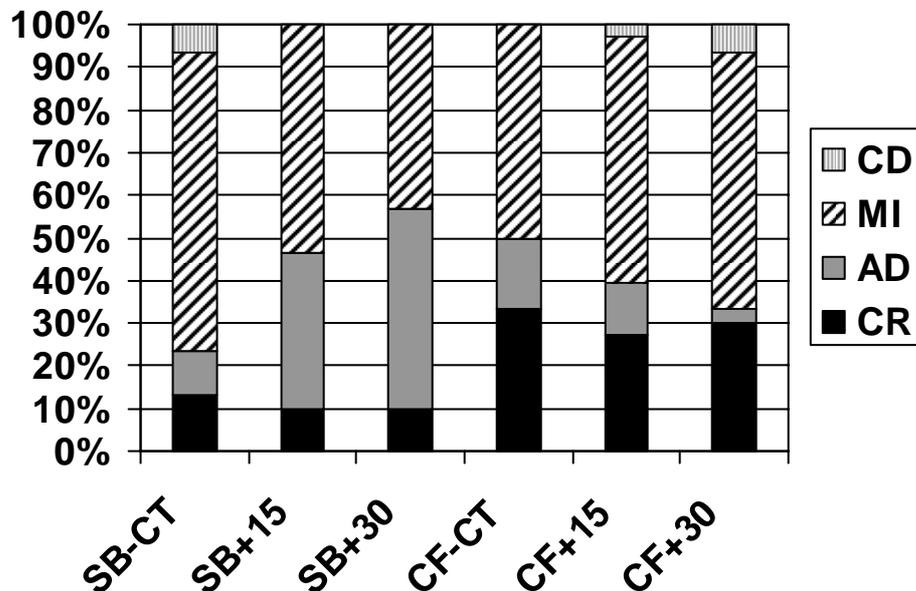


Figura 2. Distribuição dos padrões de falha como observados em microscopia ótica (100-500X) em dentina sadia. CD: falha coesiva em dentina; MI: falha mista; AD: falha adesiva; CR: falha coesiva em resina.

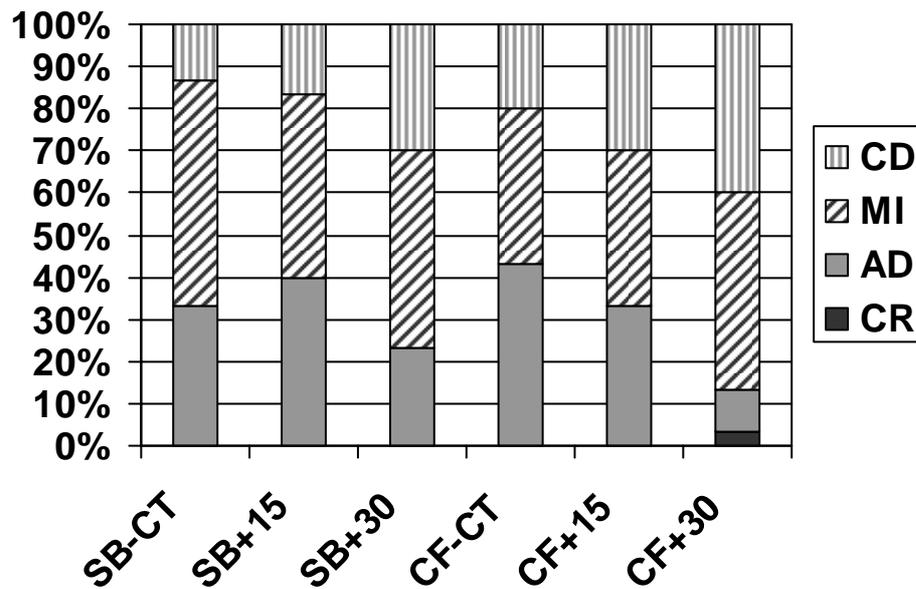


Figura 3. Distribuição dos padrões de falha como observados em microscopia ótica (100-500X) em dentina afetada por cárie. CD: falha coesiva em dentina; MI: falha mista; AD: falha adesiva; CR: falha coesiva em resina.

O módulo de Weibull (m) e erro padrão (EP), intervalo de confiança de 95% para m , resistência característica (σ_0) e erro padrão (EP), intervalo de confiança de 95% para σ_0 , coeficiente de correlação (r), nível de probabilidade de falha de 5% ($\sigma_{0,05}$) e erro padrão (EP) estão sumarizados na Tabela 4. Os grupos tratados com o sistema adesivo CF apresentaram maior módulo de Weibull que com o sistema SB, tanto em dentina sadia quanto em DAC. Em geral, os valores para m foram menores em DAC que em dentina sadia, demonstrando a maior variabilidade dos valores de resistência de união e, por consequência, a menor confiabilidade da adesão a este substrato.

Tabela 4: Módulo de Weibull (m) e erro padrão (EP), intervalo de confiança de 95% para m , resistência característica (σ_0) e erro padrão (EP), intervalo de confiança de 95% para σ_0 , coeficiente de correlação (r), nível de probabilidade de falha de 5% ($\sigma_{0,05}$) em MPa e erro padrão (EP).

Dentina sadia						
	m (EP)	95%IC	σ_0(EP)	95% IC	r	$\sigma_{0,05}$ (EP)
SB-CT	5,1 (0,6)	4,1-6,5	51,4 (1,9)	47,8-55,4	0,97	29,0 (2,6)
SB+15	4,4 (0,6)	3,4-5,8	43,9 (1,8)	40,4-47,8	0,98	22,7 (2,5)
SB+30	3,1 (0,4)	2,3-4,1	39,4 (2,4)	34,9-44,5	0,98	15,1 (2,6)
CF-CT	6,2 (0,7)	4,9-7,8	45,3 (1,4)	42,6-48,2	0,97	28,1 (2,1)
CF+15	6,0 (0,6)	4,9-7,5	50,0 (1,6)	46,9-53,3	0,97	30,7 (2,2)
CF+30	7,3 (0,9)	5,7-9,3	54,5 (1,4)	51,8-57,4	0,98	36,4 (2,4)
Dentina afetada por cárie						
	m (EP)	95% IC	σ_0(EP)	95% IC	r	$\sigma_{0,05}$ (EP)
SB-CT	3,0 (0,3)	2,3-3,8	29,7 (1,9)	26,1-33,7	0,98	11,0 (1,8)
SB+30	2,9 (0,4)	2,1-4,0	37,5 (2,4)	33,0-42,7	0,98	13,5 (2,6)
SB+45	3,2 (0,4)	2,3-4,3	39,3 (2,3)	35,0-44,2	0,99	15,6 (2,5)
CF-CT	4,3 (0,3)	3,6-5,1	25,1 (1,1)	22,9-27,4	0,95	12,6 (1,1)
CF+15	3,6 (0,5)	2,7-4,7	32,4 (1,7)	29,2-36,5	0,98	14,2 (2,0)
CF+30	3,4 (0,5)	2,5-4,7	38,0 (2,1)	34,1-42,3	0,99	16,1 (2,6)

A maior inclinação das curvas (Figura 4) para os grupos SB+15 e SB+30 indicam que, para o sistema adesivo Single Bond[®], quando aplicado em dentina sadia, o condicionamento adicional, reduziu não somente a resistência de união como também o módulo de Weibull (Tabela 4), fato não observado para o sistema CF em dentina sadia. Em DAC, embora o condicionamento adicional tenha aumentado a resistência de união com o sistema CF, aumentou também a variabilidade dos dados, reduzindo o módulo de Weibull, o que não ocorreu para o sistema SB.

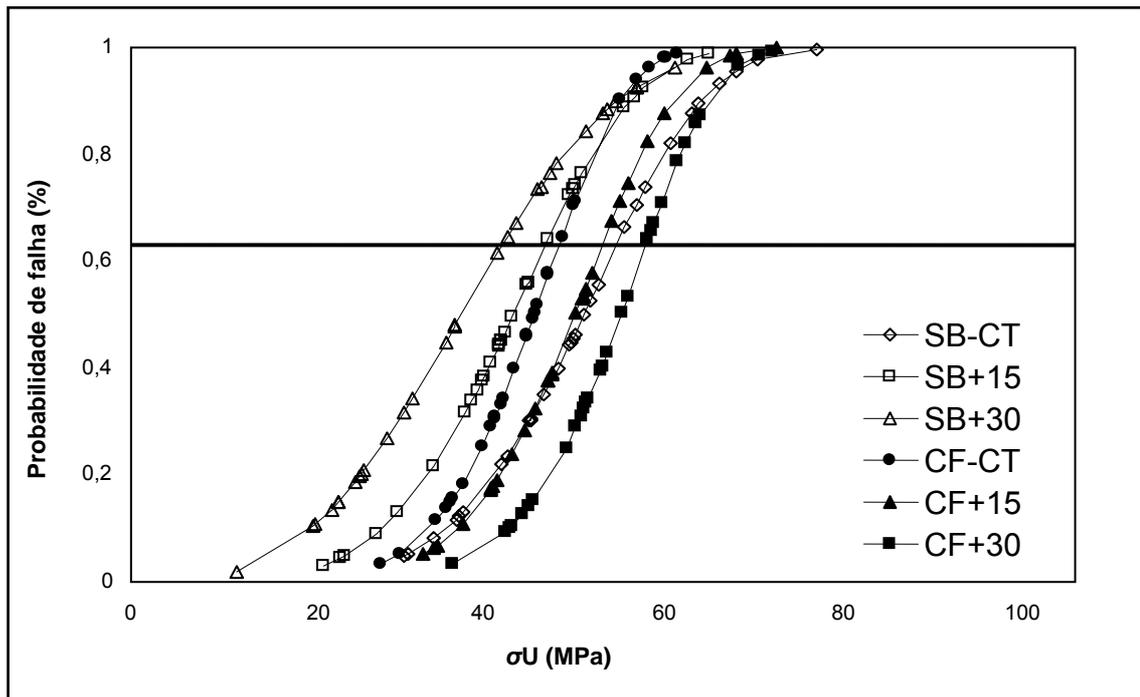


Figura 4. Probabilidade cumulativa de falha das diferentes técnicas de condicionamento em dentina sadia (a linha horizontal representa a probabilidade de falha para 63,21% dos espécimes).

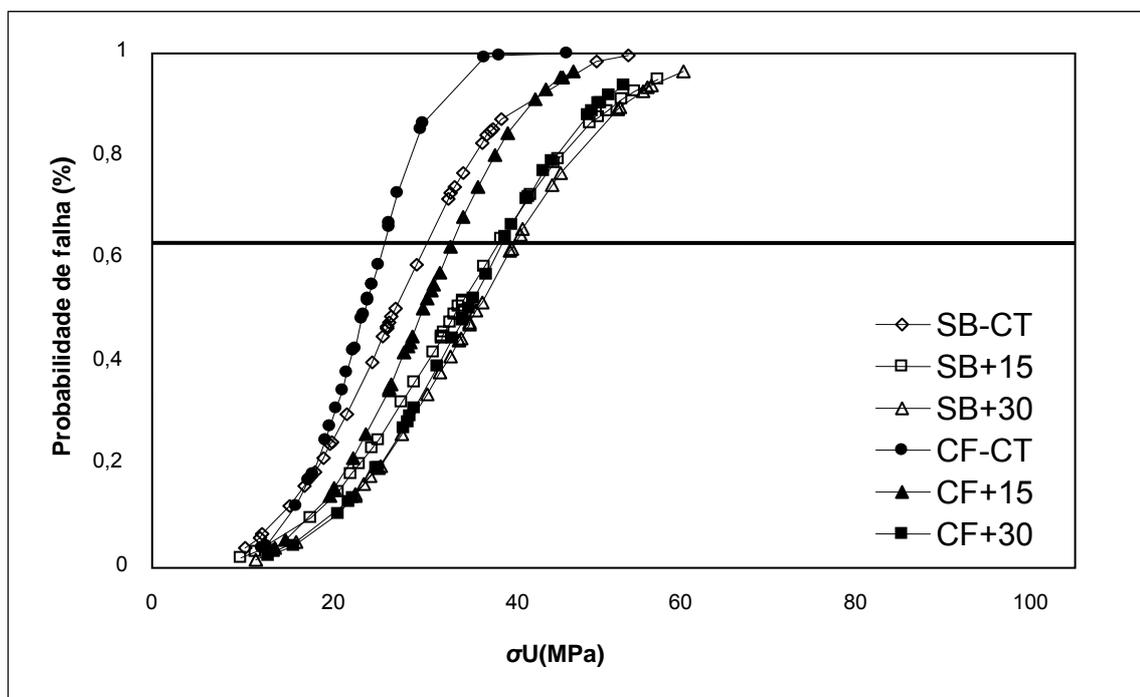


Figura 5. Probabilidade cumulativa de falha das diferentes técnicas de condicionamento em dentina afetada por cárie (a linha horizontal representa a probabilidade de falha para 63,21% dos espécimes).

Discussão

Ensaio de resistência de união à microtração têm sido amplamente utilizados para avaliar a resistência de união de materiais restauradores resinosos ao substrato dentário (1, 3, 6-10, 15, 16, 19). Este método permite a utilização de pequenos espécimes, com área de secção transversal inferior à 1mm^2 , sendo possível avaliar locais específicos, como porções de dentina com alterações histológicas (6, 7, 9, 10, 15), dentina intraradicular (20, 21) ou ainda determinar possíveis diferenças regionais (22, 23). Através desta metodologia, vários estudos têm demonstrado que a resistência de união de materiais resinosos à DAC apresenta valores inferiores aos obtidos em dentina sadia (6-10).

Em decorrência dos sucessivos ciclos de desmineralização e remineralização, a DAC apresenta características químicas e físicas diferentes da dentina sadia. Análises quantitativas em microscopia eletrônica demonstram um reduzido conteúdo mineral intertubular (9, 24), resultado da perda de elementos como cálcio, fósforo e magnésio, tornando o substrato hipomineralizado, mais poroso e com baixas propriedades mecânicas (11, 12). Também, devido a um mecanismo ativo de proteção do tecido pulpar, cristais de fosfato-tricálcio de magnésio (*whitlokite*) são formados no interior dos túbulos dentinários (13). Estes cristais são ácido-resistentes (13, 14) e funcionam como barreira à percolação de ácidos, bactérias e seus subprodutos. Durante o condicionamento convencional, com ácido fosfórico ou *primers* autocondicionantes, estes cristais não são removidos e permanecem obliterando os túbulos dentinários, impedindo ou reduzindo a formação dos *tags* resinosos. Este fato pode estar diretamente relacionado à redução dos valores de resistência de união na DAC (6, 8, 9).

Além disso, a técnica adesiva em dentina é, sobretudo, dependente do tipo de sistema adesivo empregado. Sistemas convencionais requerem o tratamento superficial com um ácido, geralmente o fosfórico, como etapa separada. O condicionamento ácido desmineraliza superficialmente a dentina, remove a lama dentinária e expõe a entrada dos túbulos dentinários, bem como uma rede de fibrilas de colágeno. Segue-se a aplicação de um *primer* que penetra nos espaços interfibrilares e no interior dos túbulos, com posterior cobertura de uma resina fluida (adesivo), resultando em um mecanismo de união micro mecânico, denominado hibridização (25). Este sistema ainda se apresenta na versão simplificada que une o *primer* e o adesivo em um sistema monofrasco (26).

Sistemas adesivos autocondicionantes diferem dos sistemas convencionais porque não requerem o condicionamento prévio com ácido fosfórico. São compostos por um *primer* autocondicionante, contendo monômeros ácidos que simultaneamente desmineralizam e infiltram a dentina superficial, e por um adesivo de cobertura (27). Apresentam como vantagens menor sensibilidade técnica e menor tempo requerido para aplicação, podendo ser encontrados também na versão de passo único (26).

Uma alternativa para aumentar a resistência de união à DAC, tanto para sistemas adesivos convencionais quanto para autocondicionantes, é através do condicionamento ácido adicional (6), embora não haja consenso sobre a efetividade desta técnica (10). Os resultados do presente estudo demonstram que o condicionamento adicional com ácido fosfórico a 35% (SB+30 e CF+15) elevou significativamente a resistência de união em DAC, apesar de permanecer estatisticamente inferior à dentina normal (exceto para SB+30) (Tabela 3), o que nos leva a aceitar a primeira hipótese e parcialmente a segunda. Estes resultados

corroboram com os de Arrais et al. (2004), que demonstraram ainda, que o condicionamento adicional pode remover parte dos depósitos minerais intratubulares e promover a formação de *tags* resinosos bem definidos, com infiltração do adesivo nas anastomoses laterais e aumentar significativamente a resistência de união em DAC. Isto se deve, em parte, a rápida dissolução da dentina peritubular durante o condicionamento prolongado, o que resulta no desprendimento destes depósitos ácido-resistentes e conseqüente desobstrução dos túbulos dentinários (28).

Analisando o modo de fratura dos diferentes sistemas adesivos e técnicas de condicionamento em DAC, verificou-se maior percentagem de falhas adesivas e falhas coesivas no substrato, do que em dentina sadia (Figuras 2 e 3). Na DAC as falhas adesivas podem estar relacionadas a vários fatores, como a incompleta infiltração do adesivo na zona de dentina desmineralizada (29, 30), presença de fibrilas colágenas desnaturadas pelos ácidos bacterianos (31) e enzimas proteinases (32), e a própria obliteração dos túbulos dentinários (6, 8, 9). Já as falhas coesivas em dentina, além de mais freqüentes que em dentina sadia, aumentaram de percentual quanto maior foi o condicionamento adicional (+15 e +30s) (Figura 3). Isto se deve, provavelmente, a maior liberação dos cristais de *whitlokite* e a posterior infiltração do adesivo no interior dos túbulos e anastomoses, que resultaram no aumento da resistência de união. Valores mais elevados de resistência de união podem ter superado a resistência coesiva da DAC que é inferior à dentina sadia (11), aumentando o percentual deste tipo de falha. Em geral, a maior penetração do adesivo no interior dos túbulos desobstruídos pode ter sido responsável também pela redução das falhas adesivas (Figura 3).

O efeito do condicionamento adicional em dentina sadia tem demonstrado resultados conflitantes na literatura. Alguns estudos têm demonstrado que, para

determinados sistemas adesivos, há uma queda da resistência de união (6, 10, 19, 30, 33), embora outros não tenham observado efeito significativo (3, 6, 33). Neste estudo, os sistemas adesivos apresentaram comportamentos distintos frente ao condicionamento adicional. O sistema convencional Single Bond[®], que quando aplicado seguindo as instruções do fabricante (SB-CT) apresentou valores de resistência de união significativamente maiores que o sistema Clearfil SE Bond[®] (CF-CT), após o condicionamento adicional demonstrou uma redução significativa da resistência de união (Tabela 3). Adicionalmente, a análise do modo de fratura demonstrou um aumento no percentual de falhas adesivas (Figura 2), indicando uma provável infiltração insuficiente do adesivo (30). A desmineralização profunda provocada pelo contato prolongado com o ácido fosfórico pode ter exposto a rede de colágeno de um modo tal que o adesivo, tendo como veículo etanol/água, não pôde se infiltrar adequadamente (19, 34). Vários autores têm sugerido que áreas de incompleta infiltração na zona de dentina desmineralizada são mais susceptíveis ao surgimento de falhas, que irão reduzir a resistência de união (19, 30, 35), e formar uma camada híbrida mais propensa à nanoinfiltração (19) e à degradação (36).

Quando o sistema adesivo Clearfil SE Bond[®] foi aplicado após o condicionamento adicional (CF+30), interessantemente, houve um aumento da resistência de união (Tabela 3), acompanhado de uma redução do percentual de falhas adesivas, o que nos faz rejeitar parcialmente a terceira hipótese. Embora existam evidências de que o condicionamento adicional em dentina sadia resulte na redução destes valores (10, 19), nós acreditamos que a presença de água na fórmula do *primer* possibilitou a re-expansão da rede de colágeno que, conseqüentemente, favoreceu a penetração do adesivo na zona de dentina desmineralizada e no interior dos túbulos dentinários. Adicionalmente, o monômero

funcional 10-MDP, presente no *primer* e no adesivo, pode ter promovido uma interação química com o cálcio solubilizado (2, 4), contribuindo para aumento dos valores resistência de união, embora não se saiba exatamente o quanto esta interação química pôde influenciar nos resultados.

Ensaio de resistência de união à microtração, em geral, apresentam valores médios com alto coeficiente de variação (16). A análise estatística de Weibull avalia a confiabilidade estrutural de um material ou interface, baseado na sua microestrutura, sendo que quanto menor a variabilidade dos valores de resistência de união em torno da média, maior a confiabilidade estrutural (17) desta interface. Embora o módulo de Weibull seja relativamente baixo para ensaios de resistência de união, ele pode ser utilizado associado à resistência característica (σ_0), como indicador para escolha de materiais ou técnicas de fácil aplicação e menor sensibilidade (16).

Os sistemas adesivos utilizados neste estudo, em geral, demonstraram menor módulo de Weibull e redução de valores de resistência característica quando aplicados em DAC (Tabela 4). Isto reflete a maior variabilidade dos valores de resistência de união, o que pode ser observado pela maior inclinação das curvas na Figura 5. Provavelmente, tanto o módulo de Weibull quanto a resistência característica foram influenciados pelas alterações histológicas da DAC, responsáveis pela maior variabilidade dos dados, indicando maior probabilidade de existência de falhas intrínsecas na interface de união (1).

Em dentina sadia, para o sistema adesivo Single Bond[®], o condicionamento adicional resultou na redução do módulo de Weibull e da resistência característica (Tabela 4). Quanto maior o condicionamento adicional, maior foi a variabilidade dos dados, representada pela maior inclinação das curvas “SB+15” e “SB+30” na Figura

4. Zonas de incompleta infiltração de adesivo e a possível formação de uma camada híbrida muito espessa (6) e de baixa qualidade (30), podem ter sido as principais causas da maior dispersão dos dados. Já para o sistema adesivo Clearfil SE Bond[®], o condicionamento adicional não influenciou negativamente o módulo de Weibull em dentina sadia e, apesar da pequena redução em DAC (Tabela 4), foi maior que o obtido com o sistema Single Bond[®]. Na literatura, é bem reportada a menor sensibilidade técnica dos sistemas autocondicionantes (37-39), que devido à capacidade de desmineralizar superficialmente a dentina, re-expandir e infiltrar a rede de colágeno simultaneamente, possibilitam a formação de uma camada híbrida mais homogênea e menos espessa (6, 19). Além do maior módulo de Weibull em dentina sadia, o sistema Clearfil SE Bond[®] demonstrou também valores altos para resistência característica e para a probabilidade de falha em 5 % dos espécimes ($\sigma_{0,05}$) (Tabela 4), sendo um indicativo de maior confiabilidade estrutural desta interface de união.

Embora, independentemente do sistema adesivo empregado, o condicionamento adicional tenha aumentado significativamente a resistência de união em DAC, e para o sistema Clearfil SE Bond[®] em dentina sadia, estes resultados devem ser analisados com critério. Vários estudos têm demonstrado que o condicionamento ácido pode desmineralizar a superfície dentinária em diferentes profundidades (28, 40, 41), dependendo do tipo de ácido (40), concentração (42), tempo de condicionamento (28), pH e da capacidade de tamponamento da dentina (43). A desmineralização dentinária em uma profundidade superior a qual os monômeros podem penetrar, pode produzir zonas de exposição de colágeno tanto no interior da camada híbrida quanto na zona de dentina desmineralizada (3, 34), formando áreas mais susceptíveis a degradação (3, 36) que poderão a longo prazo

reduzir a durabilidade da união (36). Avaliações longitudinais devem ser realizadas para avaliar estes efeitos.

Conclusão

Dentro das limitações deste estudo podemos concluir que:

- 1) Independentemente do sistema adesivo empregado, a resistência de união em dentina afetada por cárie é menor que em dentina sadia, apresentando também uma interface de união com menor confiabilidade estrutural.
- 2) O condicionamento adicional aumenta a resistência de união na dentina afetada por cárie para ambos os sistemas adesivos testados.
- 3) Em dentina sadia, o condicionamento adicional, aumenta a resistência de união e o módulo de Weibull para o sistema adesivo Clearfil SE Bond[®], porém causa redução para o sistema Sigle Bond[®].
- 4) O condicionamento ácido adicional aumenta o percentual de falhas coesivas em dentina afetada por cárie e reduz o percentual de falhas adesivas. Em dentina sadia aumenta o percentual de falhas adesivas para o sistema Single Bond[®], mas causa a redução destas falhas para o sistema Clearfil SE Bond[®].

Referências

1. Dickens SH, Cho BH. Interpretation of bond failure through conversion and residual solvent measurements and Weibull analyses of flexural and microtensile bond strengths of bonding agents. *Dent Mater* 2005;21:354-364.
2. Fukegawa D, Hayakawa S, Yoshida Y, Suzuki K, Osaka A, Van Meerbeek B. Chemical interaction of phosphoric acid ester with hydroxyapatite. *J Dent Res* 2006;85:941-944.
3. Paul SJ, Welter DA, Ghazi M, Pashley D. Nanoleakage at the dentin adhesive interface vs microtensile bond strength. *Oper Dent* 1999;24:181-188.
4. Yoshida Y, Nagakane K, Fukuda R, Nakayama Y, Okazaki M, Shintani H, et al. Comparative study on adhesive performance of functional monomers. *J Dent Res* 2004;83:454-458.
5. Fusayama T. Two layers of carious dentin; diagnosis and treatment. *Oper Dent* 1979;4:63-70.
6. Arrais CA, Giannini M, Nakajima M, Tagami J. Effects of additional and extended acid etching on bonding to caries-affected dentine. *Eur J Oral Sci* 2004;112:458-464.
7. Yoshiyama M, Tay FR, Doi J, Nishitani Y, Yamada T, Itou K, et al. Bonding of self-etch and total-etch adhesives to carious dentin. *J Dent Res* 2002;81:556-560.

8. Nakajima M, Sano H, Burrow MF, Tagami J, Yoshiyama M, Ebisu S, et al. Tensile bond strength and SEM evaluation of caries-affected dentin using dentin adhesives. *J Dent Res* 1995;74:1679-1688.
9. Nakajima M, Kitasako Y, Okuda M, Foxton RM, Tagami J. Elemental distributions and microtensile bond strength of the adhesive interface to normal and caries-affected dentin. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater* 2005;72:268-275.
10. Yazici AR, Akca T, Ozgunaltay G, Dayangac B. Bond strength of a self-etching adhesive system to caries-affected dentin. *Oper Dent* 2004;29:176-181.
11. Nishitani Y, Yoshiyama M, Tay FR, Wadgaonkar B, Waller J, Agee K, et al. Tensile strength of mineralized/demineralized human normal and carious dentin. *J Dent Res* 2005;84:1075-1078.
12. Marshall GW, Habelitz S, Gallagher R, Balooch M, Balooch G, Marshall SJ. Nanomechanical properties of hydrated carious human dentin. *J Dent Res* 2001;80:1768-1771.
13. Daculsi G, LeGeros RZ, Jean A, Kerebel B. Possible physico-chemical processes in human dentin caries. *J Dent Res* 1987;66:1356-1359.
14. Ogawa K, Yamashita Y, Ichijo T, Fusayama T. The ultrastructure and hardness of the transparent layer of human carious dentin. *J Dent Res* 1983;62:7-10.

15. Lopes GC, Baratieri CM, Baratieri LN, Monteiro S, Jr., Cardoso Vieira LC. Bonding to cervical sclerotic dentin: effect of acid etching time. *J Adhes Dent* 2004;6:19-23.
16. Burrow MF, Thomas D, Swain MV, Tyas MJ. Analysis of tensile bond strengths using Weibull statistics. *Biomaterials* 2004;25:5031-5035.
17. Bona AD, Anusavice KJ, DeHoff PH. Weibull analysis and flexural strength of hot-pressed core and veneered ceramic structures. *Dent Mater* 2003;19:662-669.
18. Armstrong SR, Keller JC, Boyer DB. Mode of failure in the dentin-adhesive resin-resin composite bonded joint as determined by strength-based (μ TBS) and fracture-based (CNSB) mechanical testing. *Dent Mater* 2001;17:201-210.
19. Van Landuyt KL, Kanumilli P, De Munck J, Peumans M, Lambrechts P, Van Meerbeek B. Bond strength of a mild self-etch adhesive with and without prior acid-etching. *J Dent* 2006;34:77-85.
20. Ferrari M, Mannocci F, Vichi A, Cagidiaco MC, Mjor IA. Bonding to root canal: structural characteristics of the substrate. *Am J Dent* 2000;13:255-260.
21. Ferrari M, Vichi A, Grandini S. Efficacy of different adhesive techniques on bonding to root canal walls: an SEM investigation. *Dent Mater* 2001;17:422-429.

22. 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;21:224-231.
23. Belli S, Zhang Y, Pereira PN, Ozer F, Pashley DH. Regional bond strengths of adhesive resins to pulp chamber dentin. *J Endod* 2001;27:527-532.
24. Angker L, Nockolds C, Swain MV, Kilpatrick N. Quantitative analysis of the mineral content of sound and carious primary dentine using BSE imaging. *Arch Oral Biol* 2004;49:99-107.
25. Nakabayashi N, Kojima K, Masuhara E. The promotion of adhesion by the infiltration of monomers into tooth substrates. *J Biomed Mater Res* 1982;16:265-273.
26. De Munck J, Van Landuyt K, Peumans M, Poitevin A, Lambrechts P, Braem M, et al. A critical review of the durability of adhesion to tooth tissue: methods and results. *J Dent Res* 2005;84:118-132.
27. Pashley DH, Carvalho RM. Dentine permeability and dentine adhesion. *J Dent* 1997;25:355-372.
28. Marshall GW, Jr., Chang YJ, Gansky SA, Marshall SJ. Demineralization of caries-affected transparent dentin by citric acid: an atomic force microscopy study. *Dent Mater* 2001;17:45-52.

29. Haj-Ali R, Walker M, Williams K, Wang Y, Spencer P. Histomorphologic characterization of noncarious and caries-affected dentin/adhesive interfaces. *J Prosthodont* 2006;15:82-88.
30. Hashimoto M, Ohno H, Kaga M, Sano H, Tay FR, Oguchi H, et al. Over-etching effects on micro-tensile bond strength and failure patterns for two dentin bonding systems. *J Dent* 2002;30:99-105.
31. Kuboki Y, Ohgushi K, Fusayama T. Collagen biochemistry of the two layers of carious dentin. *J Dent Res* 1977;56:1233-1237.
32. Pashley DH, Tay FR, Yiu C, Hashimoto M, Breschi L, Carvalho RM, et al. Collagen degradation by host-derived enzymes during aging. *J Dent Res* 2004;83:216-221.
33. Abu-Hanna A, Gordan VV. Evaluation of etching time on dentin bond strength using single bottle bonding systems. *J Adhes Dent* 2004;6:105-110.
34. Duarte S, Jr., Perdigao J, Lopes MM. Effect of dentin conditioning time on nanoleakage. *Oper Dent* 2006;31:500-511.
35. 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;16:406-411.

36. Hashimoto M, Ohno H, Kaga M, Endo K, Sano H, Oguchi H. In vivo degradation of resin-dentin bonds in humans over 1 to 3 years. *J Dent Res* 2000;79:1385-1391.
37. Giachetti L, Russo DS, Bertini F, Pierleoni F, Nieri M. Effect of operator skill in relation to microleakage of total-etch and self-etch bonding systems. *J Dent* 2006.
38. Spreafico D, Semeraro S, Mezzanzanica D, Re D, Gagliani M, Tanaka T, et al. The effect of the air-blowing step on the technique sensitivity of four different adhesive systems. *J Dent* 2006;34:237-244.
39. Nikaido T, Kunzelmann KH, Ogata M, Harada N, Yamaguchi S, Cox CF, et al. The in vitro dentin bond strengths of two adhesive systems in class I cavities of human molars. *J Adhes Dent* 2002;4:31-39.
40. Watari F. In situ quantitative analysis of etching process of human teeth by atomic force microscopy. *J Electron Microsc (Tokyo)* 2005;54:299-308.
41. Wang Y, Spencer P. Effect of acid etching time and technique on interfacial characteristics of the adhesive-dentin bond using differential staining. *Eur J Oral Sci* 2004;112:293-299.
42. Perdigao J, May KN, Jr., Wilder AD, Jr., Lopes M. The effect of depth of dentin demineralization on bond strengths and morphology of the hybrid layer. *Oper Dent* 2000;25:186-194.

43. Camps J, Pashley DH. Buffering action of human dentin in vitro. *J Adhes Dent* 2000;2:39-50.