



**Universidade Norte do Paraná**

---

CENTRO DE PESQUISA EM CIÊNCIAS DA SAÚDE  
DOUTORADO EM ODONTOLOGIA

MARIA PAULA JACOBUCCI BOTELHO

**EFEITO DA CONCENTRAÇÃO DE MONÔMERO ÁCIDO E  
TEMPO DE APLICAÇÃO NA UNIÃO DE ADESIVOS  
AUTOCONDICIONANTES AO ESMALTE E DENTINA  
DECÍDUOS**

---

Londrina  
2014

MARIA PAULA JACOBUCCI BOTELHO

**EFEITO DA CONCENTRAÇÃO DE MONÔMERO ÁCIDO E  
TEMPO DE APLICAÇÃO NA UNIÃO DE ADESIVOS  
AUTOCONDICIONANTES AO ESMALTE E DENTINA  
DECÍDUOS**

Tese apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Odontologia da Universidade Norte do Paraná - UNOPAR, como requisito parcial à obtenção do título de Doutor em Odontologia.

Área de Concentração: Dentística

Orientador: Prof. Dr. Rafael Ratto de Moraes

Co-orientador: Prof. Dr. Murilo Baena Lopes

Londrina  
2014

MARIA PAULA JACOBUCCI BOTELHO

**EFEITO DA CONCENTRAÇÃO DE MONÔMERO ÁCIDO E TEMPO DE APLICAÇÃO NA UNIÃO DE ADESIVOS AUTOCONDICIONANTES AO ESMALTE E DENTINA DECÍDUOS**

Tese apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Odontologia da Universidade Norte do Paraná - UNOPAR, como requisito parcial à obtenção do título de Doutor em Odontologia.

Área de Concentração: Dentística

**BANCA EXAMINADORA**

---

Prof. Dr. Rafael Ratto de Moraes  
Universidade Federal de Pelotas

---

Prof. Dr. Rodrigo Varella de Carvalho  
Universidade Norte do Paraná

---

Prof<sup>a</sup>. Dr<sup>a</sup>. Sandrine Bittencourt Berger  
Universidade Norte do Paraná

---

Prof<sup>a</sup>. Dr<sup>a</sup>. Cássia Cilene Dezan Garbelini  
Universidade Estadual de Londrina

---

Prof<sup>a</sup>. Dr<sup>a</sup>. Marina de Lourdes C. Fracasso  
Universidade Estadual de Maringá

Londrina, 10 de fevereiro de 2014.

## **AGRADECIMENTOS**

Agradeço ao meu orientador, professor Doutor Rafael Ratto de Moraes, pelo tempo dedicado à orientação deste trabalho, pela confiança, atenção e incentivo.

Ao meu coorientador, professor Doutor Murilo Baena Lopes pela atenção e convivência durante esses anos.

Ao coordenador do curso, professor Doutor Alcides Gonini Júnior, por toda a atenção, tempo, confiança e incentivo demonstrados em todo o meu processo de formação.

À Cristina Pereira Isolan e Júlia Kaster Schwantz pela colaboração com a realização dos procedimentos em laboratório.

A todos os professores do programa de Pós-Graduação da UNOPAR pela dedicação, amizade e conhecimentos compartilhados. Em especial, aos professores Ricardo Danil Guiraldo e Sandrine Bittencourt Berger, pela pronta disponibilidade em contribuir para a finalização deste trabalho.

A todos os colegas do curso, especialmente à Sueli, pelo compartilhamento de conhecimentos e experiências e, também, por contribuírem para tornar mais prazeroso este percurso.

À professora Marina de Lourdes Calvo Fracasso, que foi uma das principais responsáveis pela minha escolha pela Odontopediatria. Sua dedicação e amor à especialidade foram minha inspiração desde a graduação.

À professora Cássia Cilene Dezan Garbelini – sua alegria e a dedicação com que sempre desenvolveu suas atividades docentes são contagiantes.

À Andreza Dias que nos ajudou a solucionar inúmeros problemas durante o curso, sempre com objetividade e presteza. Sua competência realmente faz toda a diferença em um Programa de Pós-Graduação.

À Elisângela, técnica do laboratório de Microbiologia, sempre disponível e simpática em todas as ocasiões.

À Fernanda, bibliotecária da UNOPAR, pela dedicação, sabedoria e

conhecimentos compartilhados.

Às minhas amigas e colegas de trabalho, Luciana, Janaína, Lígia e Daniele, por me substituírem sempre que precisei me afastar.

Aos meus familiares, em especial meu pai, Joacy, minha madrasta, Elisa, minha irmã, Valéria, meu cunhado, Humberto, e meu sobrinho, Gabriel, pelo incentivo e por me receberem durante todos esses anos. À minha tia, Rosa, que cuidou de tudo por mim enquanto eu estive fora. Aos meus primos e sobrinhos pelos bons momentos juntos.

Muito obrigada por contribuírem para a realização deste sonho...

BOTELHO, Maria Paula Jacobucci. **Efeito da concentração de monômero ácido e tempo de aplicação na união de adesivos autocondicionantes ao esmalte e dentina decíduos**. 43f. [Tese de Doutorado]. Programa de Pós-Graduação em Odontologia – Universidade Norte do Paraná, Londrina, 2014.

## RESUMO

Neste estudo investigou-se o efeito da concentração de monômero ácido e do tempo de aplicação na resistência de união de adesivos autocondicionantes de passo único ao esmalte e dentina de dentes decíduos. Foram formulados adesivos autocondicionantes de passo único experimentais com três concentrações de monômero ácido. A formulação base dos adesivos (% massa) foi: Bis-GMA (30%), HEMA (40%, 25% ou 10%), GDMA-P (5%, 20% ou 35%), água (10%) e etanol (15%). Os adesivos foram utilizados testando três tempos de aplicação ativa dos adesivos nas superfícies dentárias (5, 10 ou 20 segundos), definindo nove grupos experimentais (n = 10). Em um grupo adicional (referência comercial) o sistema adesivo convencional (técnica úmida) de 2 passos Single Bond 2 (3M ESPE) foi testado. Os materiais foram aplicados em esmalte e em dentina de dentes decíduos. Antes de sua aplicação, o esmalte foi desgastado para tornar a superfície plana e remover a camada aprismática. Os adesivos foram aplicados de forma ativa durante o tempo correspondente a cada grupo. Após a aplicação, cilindros de resina composta foram obtidos nas superfícies tratadas e, após 24 horas, a resistência de união ao esmalte foi avaliada por teste de cisalhamento. A união à dentina foi testada após desgaste do esmalte para exposição da dentina média. Os dados foram analisados estatisticamente considerando um nível de significância de 5%. No esmalte, o aumento da concentração de monômero ácido para 35% resultou em resistência de união significativamente mais alta quando os adesivos foram aplicados por pelo menos 10 s, enquanto nas demais concentrações o tempo de aplicação teve pouca influência na união ao esmalte. Não houve diferença entre os tempos de aplicação para as concentrações 5% e 20%, enquanto para a concentração 35% o tempo 5 s mostrou resistência de união significativamente inferior comparada aos outros tempos. Em dentina, o aumento da concentração de monômero ácido ocasionou aumento na resistência de união apenas quando os materiais foram aplicados por 20 s. No esmalte, o adesivo comercial mostrou resistência de união significativamente mais alta que os materiais experimentais, enquanto em dentina não houve diferença o material comercial e os experimentais. A resistência de união dos adesivos experimentais à dentina foi em geral significativamente mais alta que ao esmalte. Houve predomínio de falhas adesivas (interface) em ambos os substratos. Enquanto no esmalte apenas algumas falhas foram classificadas como mistas, especialmente no grupo de referência comercial, em dentina houve maior incidência de falhas mistas na comparação com o esmalte, porém sem destacada influência da concentração de monômeros ácidos ou do tempo de aplicação do adesivo. Em conclusão, a concentração de monômero ácido e o tempo de aplicação são fatores que influenciam a união de adesivos autocondicionantes de passo único ao esmalte e dentina de dentes decíduos.

**Palavras-chave:** Adesivos dentinários. Condicionamento ácido dentário. Dente decíduo. Dentina. Esmalte dentário. Metacrilato de 2-hidroxietila. Resistência ao cisalhamento.

BOTELHO, Maria Paula Jacobucci. **Effect of acidic monomer concentration and rubbing time on the adhesion of one-step self-etch adhesives to primary enamel and dentin.** 43f. [Tese de Doutorado. Programa de Pós-Graduação em Odontologia – Universidade Norte do Paraná, Londrina, 2014.

### ABSTRACT

In this study the effect of acidic monomer concentration and application time of one-step self-etch adhesives to primary enamel and dentin was investigated. Experimental one-step self-etch adhesives were formulated with three concentration of acidic monomer. The base formulation of the adhesives (mass %) was: Bis-GMA (30%), HEMA (40%, 25% or 10%), GDMA-P (5%, 20% or 35%), water (10%) and ethanol (15%). The materials were used testing three rubbing times on the dental surfaces (5, 10 or 20 seconds), defining nine experimental groups (n = 10). An additional group (commercial reference) was prepared testing the two-step conventional adhesive system (wet-bonding technique) Single Bond 2 (3M ESPE). The materials were applied to primary enamel and dentin. Before application, the enamel was ground to make the surface planar and remove the aprismatic enamel layer. The adhesives were applied actively on the surface for the defined times of each group. After application, composite resin cylinders were built up on the treated surfaces and, after 24 hours, the enamel bond strength was assessed using shear testing. Dentin bond strength was tested after grinding the enamel to expose medium dentin. Data were statistically analyzed at a 5% significance level. In enamel, the increase in acidic monomer concentration to 35% resulted in significantly higher bond strength when the adhesives were applied for at least 10 s, while for the other concentrations the application time had a minor effect. No significant difference between the application times for concentrations 5% and 20% was observed, whereas for concentration 35% the 5 s group had significantly lower bond strength than the other times. In dentin, the increase in acidic monomer concentration led to increased bond strength only when the materials were applied for 20 s. In enamel, the commercial adhesive showed significantly higher bond strength than the experimental materials, while in dentin no significant differences between commercial and experimental materials were detected. Dentin bond strengths of the experimental materials were generally significantly higher than enamel bond strengths. A predominance of adhesive (interfacial) failures was observed for both substrates. Whereas in enamel only a few failures were classified as mixed, particularly in the commercial reference group, higher incidence of mixed failures was detected in dentin as compared with enamel, with no appreciable influence of acidic monomer concentration or application time. In conclusion, concentration of acidic monomer and application time are factors influencing the bond strength of one-step self-etch adhesives to primary enamel and dentin.

**Key words:** Dentin-bonding agents. Acid etching, dental. Deciduous tooth. Dentin. Dental enamel. 2-hydroxyethyl methacrylate. Shear strength.

## LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

AAPD	<i>American Academy of Pediatric Dentistry</i>
et al.	e outros
GDMA-P	dimetacrilato de 1,3-glicerol fosfato
HEMA	metacrilato de 2-hidroxietila
Bis-GMA	bisfenol glicidil metacrilato
MPa	MegaPascal
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	pentóxido de fósforo
mm	milímetros
min	minuto
pH	potencial hidrogeniônico
SiC	carbeto de Silício
UFPeI	Universidade Federal de Pelotas
µm	micrômetro



## LISTA DE SÍMBOLOS

%	por cento
&	e
H <sup>+</sup>	hidrogênio
°C	graus Celsius
x	vezes, por
$\alpha$	nível de significância

## SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO .....	12
2 REVISÃO DE LITERATURA – CONTEXTUALIZAÇÃO .....	13
3 PROPOSIÇÃO .....	19
4 ARTIGO.....	20
4.1 INTRODUÇÃO 20	
4.2 MATERIAL E MÉTODOS 22	
4.2.1 Delineamento Experimental e Cálculo do Tamanho da Amostra .....	22
4.2.2 Coleta e Armazenamento dos Dentes Decíduos.....	23
4.2.3 Síntese do Monômero Ácido .....	23
4.2.4 Formulação dos Adesivos Experimentais.....	24
4.2.5 Aplicação dos Adesivos.....	26
4.2.6 Teste de Resistência de União e Análise dos Modos de Falha.....	26
4.2.7 Análise Estatística .....	27
4.3 RESULTADOS 27	
4.4 DISCUSSÃO 31	
5 CONCLUSÃO .....	37

## 1 INTRODUÇÃO

Para restaurar dentes acometidos por cárie ou por traumatismos, restaurações adesivas são amplamente empregadas por preservarem mais estrutura dentária e apresentarem melhor estética em relação a técnicas restauradoras com materiais não-adesivos. A adesão de materiais à estrutura dentária pode ser conseguida por meio da utilização de sistemas adesivos convencionais, sistemas adesivos autocondicionantes e de cimentos ionoméricos (Van Meerbeek et al. 2003). Em crianças, além de considerar as diferenças de composição química e de estrutura existentes entre dentes decíduos e dentes permanentes (Wilson & Beynon 1989, Menezes-Oliveira et al. 2010) quando da utilização de sistemas adesivos, pois podem ser necessários ajustes no tempo de condicionamento ácido utilizado para a dentina (Nör et al. 1996, Sardella et al. 2005), deve-se considerar o tempo requerido para a realização do procedimento restaurador. Sistemas adesivos autocondicionantes apresentam vantagens sobre os sistemas adesivos convencionais por diminuírem a complexidade técnica (Van Meerbeek et al. 2003) e o tempo de realização do procedimento de forma geral (Eminkahyagil et al. 2005, Van Meerbeek et al. 2003). As vantagens para o uso de adesivos autocondicionantes em Odontopediatria incluem, ainda, o fato da técnica adesiva ser conduzida sem necessidade de lavagem e controle de umidade da dentina, passos adicionais da técnica convencional (*etch-and-rinse*).

Apesar de apresentarem vantagens em relação aos sistemas adesivos convencionais, os sistemas autocondicionantes ainda apresentam desempenho menos satisfatório no condicionamento de tecidos dentários altamente mineralizados, principalmente do esmalte e dentina reacional, sendo necessários ajustes em sua composição para melhorar esta deficiência (Lima et al. 2010, Gomes et al. 2012). O potencial de adesão e a agressividade de condicionamento de adesivos autocondicionantes se deve ao complexo balanço entre reagentes na formulação desses adesivos, que geralmente incluem monômeros (di)metacrilatos convencionais, monômeros metacrilatos ácidos e solventes. O estudo da concentração relativa de cada componente é importante para entender o impacto que cada reagente pode apresentar no potencial de adesão desses materiais aos tecidos dentários, possibilitando melhorar seu desempenho, o que teria grande impacto em Odontologia restauradora pediátrica.

## 2 REVISÃO DE LITERATURA – CONTEXTUALIZAÇÃO

A Odontologia evoluiu passando de uma prática meramente curativa para uma prática preventiva. Conhecer as causas determinantes para o estabelecimento e a progressão de doenças bucais possibilita estabelecer procedimentos preventivos e educativos mais efetivos e eficientes que podem, inclusive, ter impacto sobre doenças sistêmicas (Sheiham & Watt 2000). Com a evolução das técnicas e dos materiais restauradores, a realização de procedimentos menos invasivos com maior preservação da estrutura dentária se tornou uma realidade. Um dos grandes marcos para esta mudança de paradigma restaurador foi a introdução do condicionamento da estrutura dentária por meio da utilização do ácido fosfórico (Buonocore 1955). Surgiu, assim, a odontologia adesiva, que evoluiu rapidamente, impulsionada pela expectativa dos pacientes mais preocupados com a estética e a possibilidade de realizar intervenções mínimas. As principais desvantagens da realização de restaurações adesivas estão relacionadas à complexidade e sensibilidade da técnica adesiva, que leva a maior risco de cometer erros durante sua execução (Van Meerbeek et al. 2003).

Para a seleção do material e da técnica ideais sob o ponto de vista restaurador e de longevidade, vários aspectos devem ser observados, e entre eles destaca-se a interação destes materiais com os diferentes substratos dentários. A maioria dos procedimentos restauradores envolve, além do esmalte, o substrato dentinário, e esses dois substratos apresentam composição e fisiologia diferentes, o que influencia a resposta aos procedimentos adesivos (Van Meerbeek et al. 2003). A dentina é considerada o substrato fundamental para a odontologia restauradora, sendo suas propriedades e características a chave para processos preventivos e restauradores (Marshall Jr. 1993). O sistema adesivo deve ter aspecto bifuncional, já que formará um elo de ligação entre o substrato dentário (esmalte e/ou dentina) e um material resinoso, extremamente diferentes em sua natureza. Por conta desta diversidade, vários materiais adesivos são introduzidos ao mercado anualmente, visando o aprimoramento da composição e da técnica de aplicação, que nem sempre leva em consideração todos os aspectos relevantes quanto aos diferentes substratos, não havendo portanto, um sistema adesivo ideal até o momento (Van Meerbeek et al. 2003).

O mecanismo básico de adesão, tanto ao esmalte quanto à dentina, é baseado numa troca de substâncias em que os minerais dos tecidos duros são

substituídos por monômeros resinosos provenientes dos adesivos que se aderem micromecanicamente em porosidades criadas pela aplicação de um material ácido. Esta adesão aos tecidos dentários pode ser conseguida por meio de três maneiras distintas: por meio dos adesivos de condicionamento total (que removem totalmente a *smear layer*), pelos sistemas adesivos autocondicionantes (que incorporam a *smear layer* à camada híbrida) e por sistemas adesivos ionoméricos modificados por resina (Van Meerbeek et al. 2003). Sistemas adesivos autocondicionantes, assim como materiais ionoméricos, podem ainda se unir quimicamente às estruturas dentárias mineralizadas (Yoshida et al. 2004), embora o potencial de união química esteja ligado à formulação específica de cada material.

De forma geral os sistemas adesivos podem ser classificados de acordo com a técnica de união (convencional ou autocondicionante) e o número de passos requeridos para sua aplicação (um, dois ou três passos). Os adesivos convencionais caracterizam-se pela aplicação e lavagem de um condicionador ácido (ácido fosfórico na concentração de 30 a 40%) seguido da aplicação de um *primer* e de uma resina adesiva sucessivamente, sendo que os sistemas podem estar acondicionados em seus respectivos frascos (adesivos de 3 passos), ou pela aplicação simultânea do *primer* e da resina adesiva em uma única etapa (acondicionados em um único frasco) (Van Meerbeek et al. 2003, De Munck et al. 2005). Os sistemas adesivos autocondicionantes podem ser classificados como de um ou dois passos. Os adesivos autocondicionantes de dois passos são aqueles em que o agente condicionador ácido (neste caso, monômeros ácidos) e o *primer* estão acondicionados no mesmo frasco (e, então, a hibridização ocorre simultaneamente ao condicionamento ácido) e requerem a aplicação da resina adesiva posteriormente. Os sistemas adesivos autocondicionantes de um passo exigem somente uma etapa: as fases do condicionamento por meio do *primer* e infiltração do adesivo ocorrem simultaneamente (Van Meerbeek et al. 2003, De Munck et al. 2005), e estes materiais podem apresentar um ou dois frascos.

Há, ainda, os adesivos ionoméricos que são considerados os únicos materiais autoadesivos às estruturas dentárias. O ácido polialcenóico é utilizado como pré-tratamento de superfície, removendo a “*smear layer*” e expondo as fibras colágenas na profundidade de 0,5 a 1  $\mu\text{m}$ . Posteriormente os componentes do ionômero de vidro interpenetram, estabelecendo uma adesão micromecânica somada à adesão química obtida pela interação iônica do grupo carboxil presente no ácido

polialcenóico com os íons cálcio presentes na hidroxiapatita do substrato dentário (Van Meerbeek et al. 2003, De Munck et al. 2005). Este grupo de adesivos, entretanto, não se popularizou, e poucas marcas comerciais estão disponíveis.

Com a utilização de sistemas adesivos convencionais, ocorre a dissolução dos cristais de hidroxiapatita através do condicionamento ácido seguida pela polimerização *in situ* de resina que é prontamente absorvida por atração capilar dentro das porosidades criadas, envolvendo, assim, os cristais de hidroxiapatita expostos individualmente (Van Meerbeek et al. 2003, Salz & Bock 2010). O condicionamento com ácido fosfórico remove cerca de 10  $\mu\text{m}$  da superfície do esmalte e cria uma camada porosa de aproximadamente 5  $\mu\text{m}$  a 50  $\mu\text{m}$  de profundidade. Quando uma resina de baixa viscosidade é aplicada, ela flui pelas porosidades e canais criados e é polimerizada de forma a criar uma união micromecânica ao esmalte. Este condicionamento também promove uma melhoria na capacidade de molhamento do esmalte (Swift Jr, Perdigão, Heymann 1995). Já com os sistemas adesivos autocondicionantes, ocorre a infiltração de monômeros simultaneamente ao condicionamento de superfície (Salz & Bock 2010) e, diferente dos sistemas adesivos convencionais, a hibridização é bem mais superficial e rasa, com cerca de 0,5  $\mu\text{m}$  de profundidade (Tay, Pashley, Yoshiyama 2002), contando ainda com o potencial de união química dos monômeros ácidos aos tecidos dentários (Van Meerbeek et al. 2003, Yoshida et al. 2004).

No esmalte a união dá-se pela formação de macro e de micro prolongamentos de resina, enquanto na dentina ocorre a exposição de uma rede de fibrilas colágenas que é quase totalmente desprovida de hidroxiapatita (Salz & Bock 2010). Como resultado, a adesão à dentina depende da hibridização ou infiltração da resina à rede de fibrilas colágenas (dentina inter e peritubular) e isto deve ocorrer da maneira mais completa possível. A preparação do esmalte para receber o adesivo pode ser conseguida pelo uso de ácido fosfórico ("etch-and-rinse") ou pelo uso de monômeros ácidos ("self-etching"). A acidez dos sistemas adesivos autocondicionantes é derivada da ionização de monômeros ácidos que, em solução aquosa, são capazes de liberar íons  $\text{H}^+$  (Leal et al. 2011). Ao contrário do ácido fosfórico a 37% de muitos sistemas adesivos convencionais, que é um ácido forte com uma constante de dissociação maior, a ionização dos monômeros ácidos ocorre em menor grau, devido à menor concentração e ácidos mais fracos. Assim, eles apresentam potencial de desmineralização muito menor em relação aos sistemas

tradicionais, o que pode resultar em má interação com o substrato, especialmente com esmalte intacto. No entanto, alguns estudos têm demonstrado que, ao usar sistemas autocondicionantes com um pH mais baixo, um efeito satisfatório de condicionamento pode ser alcançado independentemente da presença de esmalte intacto (Canepelle et al. 2012). Tentando melhorar a resistência de união de adesivos autocondicionantes ao esmalte e à dentina, alguns autores propuseram a realização do condicionamento ácido prévio com ácido fosfórico, porém este pré-tratamento só teve bons resultados no esmalte (Moura et al. 2006).

Os adesivos autocondicionantes de passo único são compostos por monômeros hidrófilos e hidrófobos, solubilizados em água e/ou solventes orgânicos, como etanol ou acetona. A concentração dos monômeros no adesivo e suas interações determinarão a extensão da infiltração, ionização e interações obtidas com a polimerização e subseqüentes propriedades mecânicas dos adesivos (Adebayo, Burrow & Tyas 2008). Monômeros hidrófilos são necessários em dentina para aumentar a infiltração da solução no tecido desmineralizado já que este é um substrato naturalmente úmido. O monômero metacrilato de 2-hidroxietila (HEMA) é acrescentado como um solvente já que alguns monômeros ácidos não são solúveis em água, funcionando como um agente de molhamento e solvente de transição (carreador). Monômeros ácidos de baixa viscosidade, como o GDMA-P (dimetacrilato de 1,3-glicerol fosfato), são responsáveis pelo condicionamento da estrutura e aumentam a solubilidade em água. A água é necessária para a ionização do monômero ácido, enquanto etanol e acetona são co-solventes – aumentam a pressão de vapor da mistura e facilitam a evaporação da água residual. Os solventes orgânicos, altamente voláteis, dissolvem os monômeros hidrófilos do *primer* e os conduzem até um íntimo contato com as fibrilas colágenas expostas, resultando em um entrelaçamento micromecânico, que forma estrutura mista de matriz colágena envolvida pela resina e alguns cristais remanescentes de hidroxiapatita, formando a camada híbrida (Nakabayashi, Kojima, Masuhara 1982).

A camada híbrida é formada pela polimerização dos monômeros resinosos nas microporosidades criadas na dentina, sendo mais delgada quando são usados adesivos autocondicionantes (Salz & Bock 2010). A camada híbrida é uma zona de transição entre a resina polimerizada e o substrato dentinário, formada por uma mistura de componentes dentinários, monômeros resinosos e resina polimerizada ao nível molecular. De acordo com Wang e Nakabayashi (1991), a interpenetração de

determinados monômeros na superfície da dentina desmineralizada é extremamente importante para uma boa adesão da resina à dentina, sendo que a formação de *tags* não é essencial para uma boa adesão.

O tecido dentinário é um tecido naturalmente úmido composto basicamente por água e matéria orgânica, apresentando cerca de 45% de hidroxiapatita inorgânica disposta irregularmente entre os componentes orgânicos, principalmente colágeno (Marshall Jr. 1993). Vários fatores influenciam a adesão a este substrato, como a pressão intrapulpar, a abertura dos túbulos dentinários, a profundidade da dentina e a origem da dentição, se decídua ou permanente (Nör et al. 1996). As mudanças na quantidade de cada elemento estrutural de acordo com a localização implicam em propriedades dentinárias que influenciarão a natureza da união. A permeabilidade dentinária varia de acordo com o local, sendo maior próxima à polpa, o que é esperado pela convergência dos túbulos dentinários em direção à junção amelo-dentinário e pelo aumento do diâmetro dos túbulos próximo à polpa (Marshall Jr. 1993).

Assim, a diferente constituição considerando a origem da dentição (decídua ou permanente) também pode ser um fator determinante ao sucesso do procedimento adesivo, dependendo do material e da técnica adotados (Uekusa et al. 2006). A resistência de união é geralmente menor em dentes decíduos e isto pode ser explicado pela menor concentração de minerais tanto em esmalte quanto em dentina, além de diferenças relacionadas à morfologia e à estrutura dos tecidos decíduos (Wilson & Beynon 1989, Menezes-Oliveira et al. 2010). Dentes decíduos apresentam menor número de túbulos dentinários, portanto, menos umidade de superfície e maior reatividade ao condicionamento ácido; assim, o tempo de condicionamento ácido deve ser rigoroso para não causar desmineralização excessiva (Nör et al. 1996), criando áreas condicionadas que podem não ser infiltradas abaixo da camada híbrida (Hiraishi et al. 2005), o que não ocorre com os sistemas adesivos autocondicionantes (Salz & Bock 2010).

Embora os adesivos convencionais de três passos ainda sejam os que apresentam maior resistência de união e melhor selamento marginal (Van Meerbeek et al. 2003), e conseqüentemente melhor longevidade de união (De Munck et al. 2005) e melhor desempenho clínico (Van Meerbeek et al. 2010), um sistema adesivo “ideal” deveria ser de fácil utilização e mínima sensibilidade técnica para diminuir a possibilidade de falhas do operador (Eick et al 1997). Sistemas adesivos



autocondicionantes de passo único, embora exijam complexo balanço dos reagentes na formulação, têm apresentado melhoria no desempenho laboratorial e clínico (Van Meerbeek et al. 2010), e podem ser considerados os materiais adesivos mais fáceis de serem aplicados, gerando vantagens para uso em Odontopediatria.

### **3 PROPOSIÇÃO**

O objetivo da realização deste estudo foi investigar o efeito da concentração de monômero ácido e do tempo de aplicação na união de adesivos autocondicionantes de passo único ao esmalte e dentina de dentes decíduos. Também, investigar se a combinação adequada entre concentração de monômero ácido (agressividade do sistema) e tempo de aplicação ativa (melhorando a interação com o substrato) pode ser útil para o desenvolvimento de tratamentos eficazes e de mais fácil aplicação na Odontologia.

## 4 ARTIGO

### **Efeito da concentração de monômero ácido e tempo de aplicação na união de adesivos autocondicionantes de um passo a esmalte e dentina decíduos<sup>1</sup>**

*Effect of acidic monomer concentration and rubbing time on the bond strength of one-step self-etch adhesives to primary enamel and dentin*

Maria Paula J. Botelho<sup>1,2</sup>, Cristina P. Isolan<sup>3</sup>, Júlia K. Schwantz<sup>3</sup>, Murilo B. Lopes<sup>2</sup>, Rafael R. Moraes<sup>3</sup>

<sup>1</sup> Faculdade de Odontologia, Centro Universitário de Maringá UniCesumar

<sup>2</sup> Faculdade de Odontologia, Universidade Norte do Paraná

<sup>3</sup> Faculdade de Odontologia, Universidade Federal de Pelotas

#### 4.1 INTRODUÇÃO

A cárie é uma doença complexa e, apesar dos esforços de cientistas em todo o mundo para desvendar os aspectos envolvidos em sua manifestação, permanece como um desafio para os clínicos. A interação entre o biofilme e a superfície dentária pode resultar na lesão cariosa, um sinal ou sintoma do processo (Kidd & Ferjerskov 2004). Para prevenir e também para tratar a manifestação desta doença, cada vez mais estão sendo utilizados materiais adesivos, embora o tempo requerido, a complexidade técnica (Van Meerbeek et al. 2003) e o gosto ruim (Waggoner & Siegal 1996) sejam fatores complicadores para sua utilização em Odontopediatria. Adesivos autocondicionantes têm sido apontados como uma alternativa para reduzir esses problemas (Eminkahyagil et al. 2005). Embora sistemas adesivos autocondicionantes de dois passos já apresentem bom desempenho, especialmente em dentina, sistemas adesivos convencionais ainda são os que apresentam maior resistência de união e melhor selamento marginal, especialmente em esmalte (Van Meerbeek et al. 2003).

---

<sup>1</sup> Artigo planejado para submissão ao periódico *International Journal of Paediatric Dentistry*.

Para um sistema adesivo ser considerado “ideal” deve, entre outras coisas, ser de fácil utilização e de mínima sensibilidade técnica (Eick et al. 1997), o que diminui a possibilidade de falhas inerentes ao operador (Van Meerbeek et al. 2003). A utilização de sistemas adesivos autocondicionantes de passo único pode gerar economia de tempo clínico (Tay, Pashley, Yoshiyama 2002), além de reduzir o risco de áreas condicionadas porém não-infiltradas permanecerem abaixo da camada de hibridização; estas áreas estão comumente associadas a sistemas adesivos convencionais (Watanabe, Nakabayashi, Pashley 1994, Spencer et al. 2000, Van Meerbeek et al. 2003). Embora os primeiros sistemas adesivos de passo único lançados no mercado tenham apresentado limitações de desempenho laboratorial e clínico (Tay, Pashley, Yoshiyama 2002), existe clara tendência atual à melhoria desse tipo de sistema de união, inclusive em relação à longevidade clínica de restaurações (Van Meerbeek et al. 2010).

Sistemas adesivos autocondicionantes simplificados são compostos por uma porção monomérica hidrófila, representada na maior parte das vezes pelo monômero metacrilato de 2-hidroxietila (HEMA) e um co-monômero hidrófobo, além de monômeros ácidos. Outra porção importante é representada pelo solvente, geralmente uma combinação de água (necessária para ionização do monômero ácido) e etanol ou acetona como co-solventes, que aumentam a pressão de vapor da mistura, que se torna azeotrópica, e facilitam a evaporação da água residual. O monômero ácido é responsável pelo condicionamento do substrato dentário, criando retenção e promovendo união. Estudos prévios indicam que a concentração de monômero ácido e de água tem efeito significativo na agressividade e longevidade da união ao esmalte e à dentina de dentes permanentes (Lima et al. 2010, Leal et al. 2011).

Em relação à forma de aplicação dos sistemas adesivos autocondicionantes, sabe-se que a aplicação ativa aumenta sua resistência de união e interação com esmalte (Caneppele et al. 2012) e dentina (Amaral et al. 2009, Pleffken et al. 2011), embora a maior capacidade de dissolução deva ser acompanhada da remoção efetiva da *smear layer* (Gokce et al. 2008). Independente do tipo de sistema adesivo utilizado, o processo de adesão envolve remoção de fosfato de cálcio tanto do esmalte quanto da dentina, criando microporosidades na superfície desses substratos, que permitirão a formação de zona de interdifusão em esmalte e da camada híbrida propriamente dita em dentina (Van Meerbeek et al. 2003, Salz &

Bock 2010), que é resultante da infiltração de monômeros resinosos entre as fibrilas colágenas expostas (Nakabayashi et al. 1982). A impregnação homogênea e interpenetração de monômeros na superfície dos tecidos desmineralizados é extremamente importante para o sucesso da adesão (Wang & Nakabayashi 1991).

A dentina de dentes decíduos apresenta menores concentrações de cálcio e fosfato comparada a dentes permanentes (Hirayama 1990), o que faz com que em dentes decíduos o tempo de condicionamento da dentina possa ser a metade do tempo requerido para o condicionamento da dentina de dentes permanentes, já que, conseqüentemente, haverá maior sensibilidade aos condicionadores ácidos (Nör et al. 1996). No entanto, quando são utilizados adesivos autocondicionantes de passo único ou de dois passos na dentina de dentes decíduos, a resistência de união tende a ser menor quando comparada a dentes permanentes (Uekusa et al. 2006). Apesar do menor conteúdo mineral no esmalte decíduo (Wilson & Beynon 1989), estudos que analisaram a concentração de água e monômeros ácidos de adesivos aplicados em esmalte de dentes permanentes e decíduos não verificaram diferenças significativas no padrão de condicionamento (Lima et al. 2010, Gomes et al. 2012).

O objetivo deste estudo foi investigar o efeito da concentração de monômero ácido e do tempo de aplicação do adesivo na resistência de união de adesivos autocondicionantes de passo único ao esmalte e dentina de dentes decíduos. A hipótese testada foi que o aumento da concentração de monômero ácido poderia permitir redução do tempo de aplicação de adesivos autocondicionantes de um passo sem interferir na união aos tecidos dentários decíduos.

## 4.2 MATERIAL E MÉTODOS

### 4.2.1 *Delineamento Experimental e Cálculo do Tamanho da Amostra*

Este estudo *in vitro* envolveu delineamento fatorial 3 x 3. Os fatores em estudo foram concentração de monômero ácido em adesivos experimentais autocondicionantes de passo único (três níveis: 5%, 20% e 35%) e tempo de aplicação (fricção ativa) do adesivo ao substrato dentário (três níveis: 5, 10 e 20 segundos). Para cada grupo experimental, além do grupo em que um adesivo comercial foi testado, foram utilizadas hemisseções de molares decíduos (faces livres expostas), perfazendo um total de 100 espécimes testados para o esmalte e 100 espécimes para a dentina (n=10 por grupo). O cálculo do tamanho da amostra

foi realizado considerando delineamento comparativo de nove grupos sem relação de dependência, diferença média de resistência de união entre grupos de 3,8 MPa e desvio-padrão médio 2,2 (Sohrabi et al. 2012), erro  $\alpha = 0,05$  e poder do teste 0,8. As variáveis-resposta foram resistência de união ao esmalte e dentina de dentes decíduos (MPa) e modos de falha.

#### *4.2.2 Coleta e Armazenamento dos Dentes Decíduos*

O presente projeto de pesquisa foi aprovado pelo Comitê de Ética em Pesquisa da Faculdade de Odontologia, Universidade Federal de Pelotas (parecer 21/2012, Anexo A). Os molares decíduos necessários para realização do estudo apresentavam-se livres de cárie ou defeitos de estrutura e foram extraídos devido à esfoliação natural ou por razões ortodônticas. Os espécimes passaram por processo de desinfecção utilizando solução de cloramina-T 0,5% por sete dias; após, receberam limpeza com o uso de curetas para a raspagem do ligamento periodontal e da superfície com escova dental. Foram, então, armazenados em água destilada sob refrigeração (4°C) até sua utilização. Para a realização do estudo, foram necessários pelo menos 50 molares decíduos; cada dente foi seccionado em duas hemisseções, separando-os em uma porção mesial e uma distal, para aumentar o número de superfícies a serem testadas e reduzir o número total de dentes necessários.

#### *4.2.3 Síntese do Monômero Ácido*

O método para obtenção do monômero ácido foi descrito previamente (Leal et al. 2011). Em resumo, para a obtenção do monômero ácido dimetacrilato de 1,3-glicerol fosfato (GDMA-P), foi realizada diluição do monômero GDMA no solvente diclorometano e adição deste a uma solução contendo 1 mol% de  $P_2O_5$  suspenso em diclorometano. A adição do GDMA foi conduzida por seis horas sob refrigeração do meio reacional; após, o meio reacional teve sua temperatura elevada para a temperatura ambiente e a reação foi mantida em agitação por 48 horas. O produto final (GDMA-P) foi filtrado e, então, foi adicionada massa de 0,1% de hidroxibutil tolueno (inibidor) e o solvente evaporado em rotavapor por 6 horas. Foi utilizado um espectrofotômetro de infravermelho para avaliar a solução sintetizada e confirmar a síntese do monômero (Leal et al. 2011).

#### *4.2.4 Formulação dos Adesivos Experimentais*

Foram formulados adesivos autocondicionantes de passo único (dois frascos de mistura prévia) experimentais baseados em dimetacrilato de bisfenol-A glicidila (Bis-GMA, monômero hidrófobo), HEMA (monômero hidrófilo), GDMA-P (monômero ácido), água e etanol (solventes), além de fotoiniciadores, conforme apresentado na Tabela 1. Foram testadas três concentrações de monômero ácido, que foi adicionado no Frasco A em substituição ao HEMA. Os adesivos foram rotulados Ad5, Ad20 e Ad35 de acordo com a concentração de monômero ácido final no adesivo (após mistura dos frascos A + B). As formulações testadas foram baseadas em investigações prévias (Van Landuyt et al. 2008, Kanehira et al. 2009, Leal et al. 2011, Fontes et al. 2012) e em estudos-piloto. O pH das soluções (após mistura dos frascos A + B) foi mensurado em triplicata utilizando pHmetro digital (An2000; Analion, Ribeirão Preto, SP).

Tabela 1. Composição dos adesivos experimentais autocondicionantes de passo único testados no estudo (% em massa)

Reagente	AD5			AD20			AD35		
	Frasco A	Frasco B	A+B	Frasco A	Frasco B	A+B	Frasco A	Frasco B	A+B
GDMA-P	10%	-	5%	40%	-	20%	70%	-	35%
HEMA	65%	15%	40%	35%	15%	25%	5%	15%	10%
Bis-GMA	10%	50%	30%	10%	50%	30%	10%	50%	30%
Água	-	20%	10%	-	20%	10%	-	20%	10%
Etanol	15%	15%	15%	15%	15%	15%	15%	15%	15%
pH			1,91			1,25			1,05

Em cada frasco A e B, 0,4% de canforoquinona (fotoiniciador) e 0,8% de benzoato de 4-(dimetil)aminoetila (co-iniciador) foram adicionados em relação ao conteúdo de monômeros.



#### 4.2.5 Aplicação dos Adesivos

As hemissecções dos dentes decíduos foram incluídas em resina epóxi com a face livre exposta. Esta face foi levemente desgastada com lixas SiC granulação 600 sob refrigeração de forma a criar uma superfície plana e remover a camada aprismática de esmalte (Fotografia 1). Foram utilizados 30 hemissecções para cada adesivo, divididas aleatoriamente entre três tempos de aplicação do adesivo (n=10 hemissecções por grupo): 5, 10 e 20 segundos. Os adesivos foram aplicados utilizando pincéis tipo *microbrush*, sendo a aplicação realizada de forma ativa (com fricção) na superfície dos dentes, tanto em esmalte (Caneppele et al. 2012) quanto em dentina (Amaral et al. 2009), durante o tempo correspondente para cada grupo. Após a aplicação, o solvente era volatilizado por 10 segundos usando jato de ar comprimido. Após testar as superfícies de esmalte, os mesmos dentes foram desgastados com lixas SiC granulação 600 sob refrigeração até que a dentina média fosse exposta. Os espécimes de dentina foram aleatoriamente divididos novamente entre os grupos e os adesivos foram aplicados da mesma forma que no esmalte. Um grupo adicional de dentes (10 hemissecções) foi obtido para testar um adesivo convencional de dois passos (referência comercial). Neste grupo, foi realizado condicionamento com ácido fosfórico 37% por 30 segundos em esmalte e 15 segundos em dentina, seguido da aplicação do adesivo (Adper Single Bond 2; 3M ESPE, St. Paul, MN, EUA) de acordo com as instruções do fabricante.

#### 4.2.6 Teste de Resistência de União e Análise dos Modos de Falha

Imediatamente após a aplicação dos sistemas de união e secagem do solvente, uma matriz de silicone contendo uma perfuração circular com 1,5 mm de diâmetro foi posicionada sobre os espécimes (Fotografia 2). Após a colocação desta matriz, foi realizada a fotopolimerização do adesivo por 10 segundos, de forma a delimitar a área de união ao substrato dentário (Moraes et al. 2008), utilizando LED com irradiância de 1100 mW/cm<sup>2</sup> (Radii Cal; SDI, Bayswater, Victoria, Austrália). O orifício da matriz foi, então, preenchido com resina composta fotopolimerizável (Filtek Z250; 3M ESPE), que foi fotoativada por 20 s. Os espécimes foram armazenados em água destilada a 37°C por 24 horas. A resistência de união ao esmalte e dentina (MPa) foi avaliada por meio de teste de cisalhamento (utilizando fio metálico) em máquina de ensaios mecânicos calibrada (DL500; EMIC, São José dos Pinhais, PR) à velocidade de 0,5 mm/min. O operador da máquina de ensaios estava cego quanto

aos grupos testados. Após o teste, o padrão de falha foi classificado em lupa estereoscópica sob aumento de 40x. As falhas foram classificadas em adesivas (na interface em esmalte ou dentina) ou mistas, em que remanescentes de resina composta permaneciam na superfície dentária após o teste. Para cada hemisseção, um cilindro de resina composta foi obtido e testado ( $n = 10$  por grupo). Em caso de falha prematura, a hemisseção era eliminada e um novo cilindro de resina composta obtido em outro espécime.

#### 4.2.7 Análise Estatística

Os dados de resistência de união dos materiais experimentais foram submetidos à Análise de Variância de 2 vias (concentração de monômero ácido x tempo de aplicação). Uma análise adicional dos dados resistência de união ao esmalte e dentina do grupo testado como referência comercial e das combinações adesivo-tempo de aplicação que mostraram melhores resultados (maiores médias) dentro de cada substrato foi realizada utilizando Análise de Variância de 1 via. Comparações múltiplas aos pares foram realizadas pelo método de Student-Newman-Keuls ( $\alpha = 0,05$ ). As análises foram realizadas utilizando o “software” SigmaStat 3.5 (Systat Software Inc., Chicago, IL, EUA).

### 4.3 RESULTADOS

Para o esmalte, os fatores ‘concentração de monômero ácido’ ( $p = 0,004$ ) e ‘tempo de aplicação’ ( $p < 0,001$ ) foram significativos, assim como a interação entre os fatores ( $p < 0,001$ ), com poder do teste estatístico  $\geq 0,804$ . Para a dentina, por outro lado, apenas a interação entre os fatores foi significativa ( $p = 0,032$ ), enquanto os fatores isoladamente não foram significativos ( $p \geq 0,08$ ). O poder do teste estatístico, entretanto, ficou abaixo de 0,8 para o fator ‘concentração de monômero ácido’ em dentina.

No esmalte (Figura 1), o aumento da concentração de monômero ácido para 35% resultou em resistência de união significativamente mais alta quando os adesivos foram aplicados por pelo menos 10 s, enquanto nas demais concentrações o tempo de aplicação teve pouca influência na união ao esmalte. Não houve diferença entre os tempos de aplicação para os grupos Ad5 e Ad20, enquanto para o grupo Ad35 o tempo 5 s mostrou resistência de união significativamente inferior

comparada aos outros tempos. Em dentina (Figura 2), o aumento da concentração de monômero ácido (20% e 35%) ocasionou aumento na resistência de união apenas quando os materiais foram aplicados por 20 s. Na comparação entre os tempos, o grupo 20 s mostrou resistência de união significativamente inferior aos outros tempos para o grupo Ad5, enquanto o mesmo tempo de 20 s mostrou maior potencial de união à dentina que os demais tempos para o material Ad35.

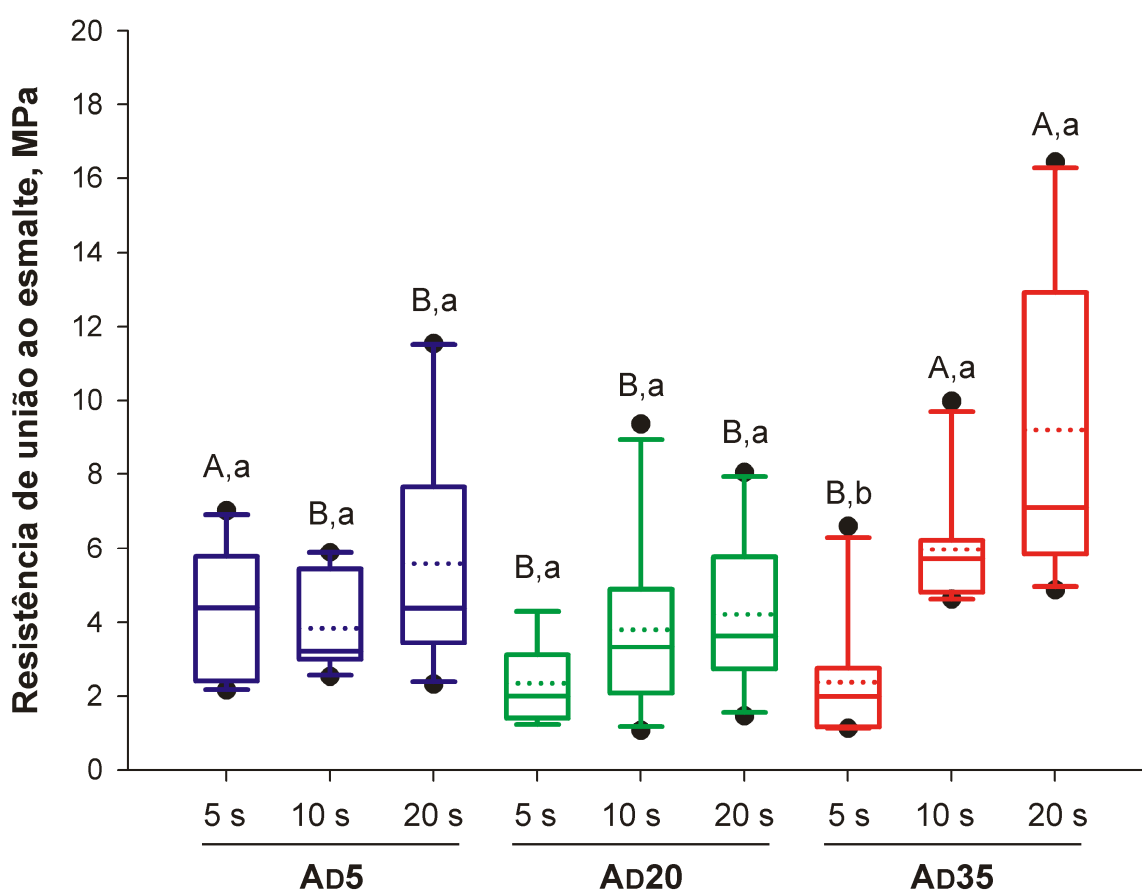


Figura 1 – Resultados do teste de resistência de união ao esmalte (n = 10). Linhas horizontais sólidas e pontilhadas no interior de cada caixa indicam medianas e médias, respectivamente. Letras maiúsculas diferentes indicam diferenças significativas entre os materiais para um mesmo tempo de aplicação; letras minúsculas indicam diferenças significativas entre os tempos de aplicação para cada material ( $\alpha = 0,05$ ).

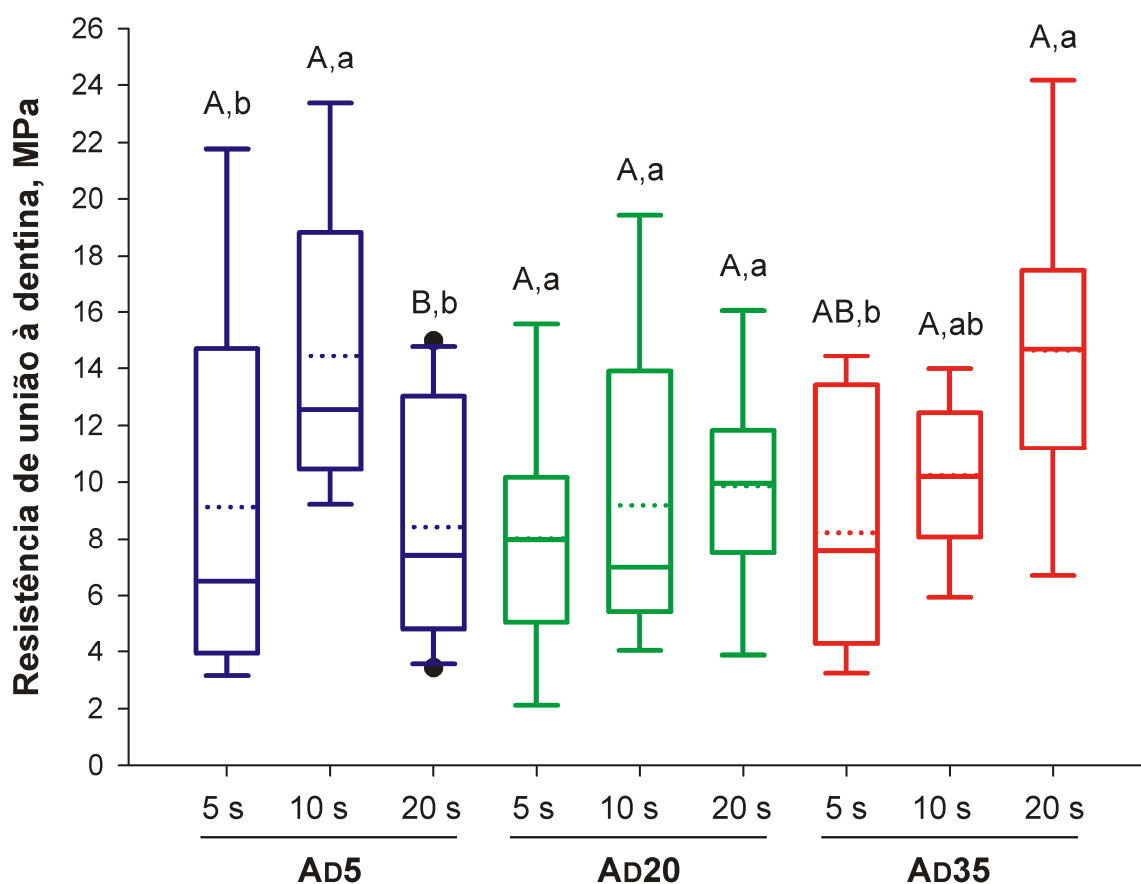


Figura 2 – Resultados do teste de resistência de união à dentina ( $n = 10$ ). Linhas horizontais sólidas e pontilhadas no interior de cada caixa indicam medianas e médias, respectivamente. Letras maiúsculas indicam diferenças significativas entre os materiais para um mesmo tempo de aplicação; letras minúsculas indicam diferenças significativas entre os tempos de aplicação para cada material ( $\alpha = 0,05$ ).

A Figura 3 apresenta uma comparação da resistência de união a esmalte e dentina do grupo testado como referência comercial e das combinações adesivo-tempo de aplicação que mostraram melhores resultados dentro de cada substrato. No esmalte, o adesivo comercial mostrou resistência de união significativamente mais alta que os materiais experimentais, enquanto em dentina não houve diferença entre nenhum dos grupos. A resistência de união dos adesivos experimentais à dentina, nesta série de grupos, foi em geral significativamente mais alta que ao esmalte.

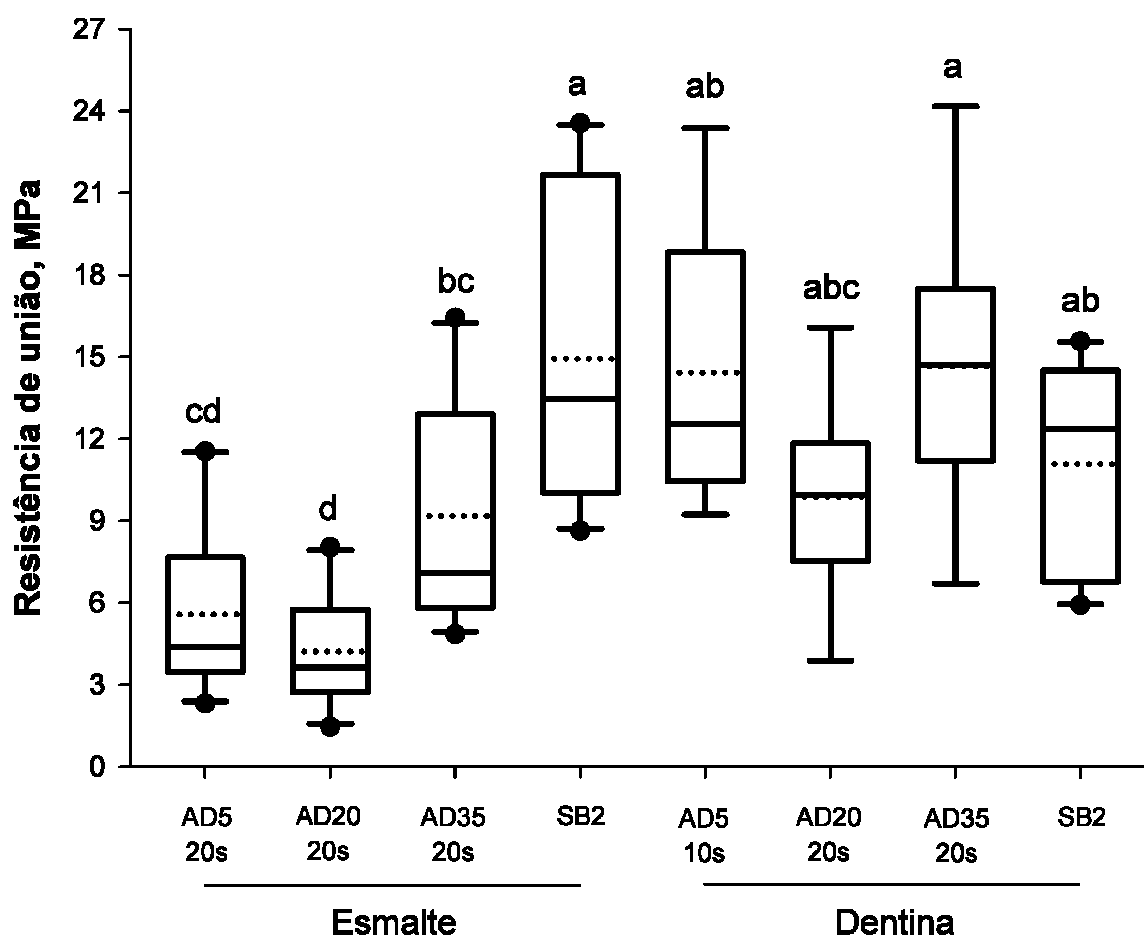


Figura 3 – Resultados do teste de resistência de união ao esmalte e dentina do adesivo comercial e das combinações adesivo–tempo de aplicação que mostraram maiores médias dentro de cada substrato ( $n = 10$ ). Linhas horizontais sólidas e pontilhadas no interior de cada caixa indicam medianas e médias, respectivamente. Letras distintas indicam diferenças significativas entre os grupos ( $\alpha = 0,05$ ).

Resultados da análise dos modos de falha de todos os grupos testados são apresentados na Tabela 2. Houve predomínio de falhas adesivas (interface) em ambos os substratos. Enquanto no esmalte apenas algumas falhas foram classificadas como mistas, especialmente no grupo de referência comercial, em dentina houve maior incidência de falhas mistas na comparação com o esmalte, porém sem destacada influência da concentração de monômeros ácidos ou do tempo de aplicação do adesivo.

Tabela 2. Frequência dos modos de falha para todos os grupos

Substrato	Material	Tempo de aplicação	Modo de falha*, %		
			Adesiva	Mista	
Esmalte	AD5	5 s	100	-	
		10 s	100	-	
		20 s	100	-	
	AD20	5 s	100	-	
		10 s	100	-	
		20 s	100	-	
	AD35	5 s	100	-	
		10 s	100	-	
		20 s	90	10	
	SB2		60	40	
	Dentina	AD5	5 s	100	-
			10 s	90	10
20 s			100	-	
AD20		5 s	70	30	
		10 s	80	20	
		20 s	80	20	
AD35		5 s	90	10	
		10 s	100	-	
		20 s	80	20	
SB2			90	10	

\*Falha adesiva: na interface de esmalte ou dentina; falha mista: remanescentes de resina composta permaneciam na superfície dentária.

#### 4.4 DISCUSSÃO

Os resultados do presente indicam que tanto a concentração de monômero ácido quanto o tempo de aplicação podem ter influência no potencial de união de sistemas adesivos autocondicionantes de passo único aos tecidos dentários decíduos, dependendo do tipo de substrato (esmalte ou dentina). De forma geral, o

aumento da concentração de monômero ácido ocasionou melhoria na resistência de união apenas quando o tempo de aplicação do adesivo foi de pelo menos 10 s. Dessa forma, a hipótese testada foi rejeitada, uma vez que tempos menores de aplicação nem sempre geraram resultados semelhantes aos demais e, assim, a redução no tempo de aplicação dos adesivos poderia ter efeito negativo na união destes aos tecidos dentários decíduos.

O aumento da concentração de monômeros ácidos ocasionou redução no pH dos adesivos após a mistura dos frascos. Embora os três adesivos possam ser classificados como de agressividade intermediária (pH entre 2 e 1,1) (Van Meerbeek et al. 2003), o material AD35 ficou com valor de pH no limite da classificação de forte agressividade. Esta informação é relevante uma vez que estudos anteriores indicam que adesivos autocondicionantes de agressividade intermediária tendem a apresentar os melhores resultados quanto à longevidade da união adesiva (Inoue et al. 2001, De Munck et al. 2003), ou seja, menores efeitos de degradação hídrica na comparação com materiais mais ácidos. Isto se explica pelo fato de que a acidez do adesivo tem efeito na hidrofília do material e, com isso, afeta o potencial da camada adesiva ser mais ou menos permeável e suscetível à hidrólise. Além disso, uma desmineralização menos severa permite que mais colágeno permaneça protegido por hidroxiapatita, que é menos suscetível à degradação por água (Nakabayashi, Ashizawa, Nakamura 1992). Entretanto, um estudo da longevidade da união a esmalte e dentina decíduos com os mesmos materiais aqui testados seria necessário para elucidar estes fatos.

Os resultados do teste de resistência de união indicando que o potencial de adesividade dos materiais foi dependente do material testado, tempo de aplicação e tipo de substrato podem ser explicados por diversos mecanismos combinados. A concentração de monômeros ácidos, por um lado, tende a aumentar a agressividade dos adesivos, aumentando o potencial de dissolução da hidroxiapatita presente no esmalte e na dentina, e a diferença de conteúdo mineral entre os substratos interfere de forma distinta no mecanismo de união. A maior dissolução superficial dos tecidos dentários, embora seja positiva, precisa ser acompanhada de efetiva infiltração dos componentes do adesivo nas áreas criadas e efetiva polimerização do material *in loco*. Neste cenário, a presença de maior quantidade de monômeros ácidos pode interferir na polimerização do adesivo, uma vez que monômeros metacrilatos terminados por um radical ácido têm potencial de reagir com radicais livres gerados

durante a polimerização radicalar e reduzir o grau de conversão de materiais adesivos (Adusei, Deb, Nicholson 2005). Além disso, a redução do pH dificulta a remoção de etanol e água durante a volatilização do solvente (Yiu et al. 2005), o que pode também afetar a polimerização (Cadenaro et al. 2005, Nunes et al. 2006). A correta volatilização do solvente e fotoativação da camada de adesivo são essenciais quando da aplicação de sistemas de união simplificados, e são passos que não podem ser negligenciados durante a aplicação clínica.

Anteriormente já havia sido mostrado que a simples alteração na concentração de água em adesivos autocondicionantes pode ser suficiente para causar maior agressividade no condicionamento em esmalte de dentes decíduos (Gomes et al. 2012). Em dentes decíduos a concentração mínima necessária de água para causar uma desmineralização suficiente do esmalte foi de 20% (Gomes et al. 2012), porém uma alta concentração de água pode dificultar sua eliminação por evaporação (De Munck et al. 2005, Ikeda et al. 2005) e questiona-se se o excesso de solventes pode se manter na interface dente/restauração e criar canais de microinfiltração (Van Meerbeek et al. 2003, De Munck et al. 2005). Em estudo prévio, foi sugerido que a quantidade de água deveria ser suficiente para que ocorresse adequada ionização dos monômeros ácidos, porém sem diminuir muito a concentração de monômero resinoso, o que poderia prejudicar a resistência de união à dentina (Hiraishi et al. 2005). Assim, neste estudo, padronizou-se a concentração de água e solvente e alterou-se a concentração de GDMA-P às custas da redução de HEMA. A escolha dos componentes do adesivo deve considerar, também, sua toxicidade. Dos componentes utilizados, o menos tóxico é o HEMA (Ratanasathien et al. 1995), apesar de possuir alto coeficiente de difusão intratubular devido à baixa massa molecular (Gerzina & Hume 1995), e o mais tóxico é o Bis-GMA (Ratanasathien et al. 1995). No entanto, em dentes decíduos espera-se que a toxicidade de monômeros seja menor porque, apesar da espessura de dentina ser menor (Koutsi et al. 1994), e, quanto mais próximo à polpa, maior o diâmetro dos túbulos dentinários (Marshall Jr. 1993), molares decíduos apresentam densidade e diâmetro de túbulos dentinários menores do que pré-molares, o que os torna menos permeáveis (Koutsi et al. 1994).

Na comparação com o adesivo comercial, este apresentou maior resistência de união ao esmalte decíduo que os materiais experimentais. Este resultado corrobora os achados de estudos anteriores (Moura et al. 2006, Erickson, Barkmeier,



Latta 2009) que indicam que adesivos convencionais apresentam maior potencial de união ao esmalte que adesivos autocondicionantes, o que se explica pela maior capacidade de desmineralização do ácido fosfórico comparada a monômeros ácidos. Entretanto, em dentina, a resistência de união do adesivo comercial foi equivalente à dos materiais experimentais autoadesivos. Este resultado reforça o fato de a aplicação de ácido fosfórico em dentina não gerar ganho em termos de potencial de adesão (Van Meerbeek et al. 2003, Kiremitci, Yalcin, Gökalp 2004), uma vez que a dentina não precisa ser amplamente dissolvida para que a hibridização ocorra. Além disso, este resultado evidencia que materiais autocondicionantes de um passo podem apresentar resultados comparáveis aos de adesivos convencionais na dentina de dentes decíduos.

Para os adesivos autocondicionantes testados, a resistência de união à dentina foi, em vários grupos, superior à resistência de união ao esmalte. Este resultado já foi observado anteriormente para adesivos autocondicionantes, e tem relação com o já mencionado fato de que, em dentina, a hibridização não depende de ampla dissolução do conteúdo mineral e profunda imbricação micromecânica. A união à dentina de adesivos autocondicionantes ocorre por meio de hibridização rasa, sem remoção da “smear layer” (Moura, Santos, Ballester 2006), contando ainda com potencial de união química dos monômeros ácidos à hidroxiapatita (Yoshida et al. 2004). Neste cenário, o aumento da concentração de monômeros ácidos pode ter efeito positivo na longevidade da união à dentina e esmalte em função do maior potencial de afinidade química. Entretanto, este resultado precisa ser investigado posteriormente. Sabendo que a união ao esmalte é principalmente oriunda da imbricação mecânica resultante da difusão e polimerização de monômeros resinosos na superfície condicionada (Erickson, Barkmeier, Latta 2009, Gomes et al. 2012), o padrão de falhas obtido com os adesivos testados em esmalte sugere que esta imbricação foi incompleta.

Para este estudo foram selecionados molares decíduos por apresentarem mineralização do esmalte mais uniforme em toda a sua superfície, o que não ocorre com caninos e incisivos decíduos (Wilson & Beynon 1989). Somente foram utilizados dentes hígidos já que dentes cariados não são considerados os modelos ideais para comparações da micromorfologia da interface dentina resina (Nör et al. 1996), e como a formação da camada híbrida é independente do tempo decorrido da extração, do tempo de retenção do dente na cavidade bucal, do ciclo fisiológico do

dente e, mesmo, da manutenção do dente em ambiente seco e depois ser realizada sua reidratação (Bengston et al. 2010), foram utilizados dentes extraídos por razões ortodônticas, independente do ciclo fisiológico do dente, ou que esfoliaram naturalmente.

Embora a hipótese do estudo tenha sido rejeitada, é interessante observar a comparação dos grupos experimentais e a referência comercial em dentina. A adesão à dentina depende da hibridização ou infiltração da resina à rede de fibrilas colágenas (Wang & Nakabayashi 1991), o que deve ocorrer da maneira mais completa possível (Van Meerbeek et al. 2003). Com a utilização de sistemas adesivos autocondicionantes, diminui-se a possibilidade de criação de áreas condicionadas, porém não infiltradas, já que ocorre a infiltração de monômeros simultaneamente ao condicionamento de superfície (Salz & Bock 2010). Em dentes decíduos é esperado que ocorra maior desmineralização na dentina pela ação dos condicionadores ácidos, o que sugere que um tempo menor de aplicação é desejável (Nör et al. 1996). Embora com a utilização de ácido fosfórico, o tempo mínimo necessário para o condicionamento da dentina decídua seja de 15 s (Bolaños-Carmona et al. 2006), com 5 segundos de aplicação do sistema adesivo experimental com 20% de GDMA-P obteve-se valores de resistência de união semelhantes aos obtidos no grupo comercial. Dessa forma, os resultados do presente estudo encorajam investigações futuras acerca do desempenho de materiais adesivos simplificados aplicados a substratos dentários decíduos.

Devido aos altos custos e à dificuldade de identificar as verdadeiras causas de falhas de restaurações adesivas no ambiente, estudos *in vitro* ainda são muito desenvolvidos (De Munck et al. 2005) e por vezes são capazes de prever a eficácia clínica de um produto (Van Meerbeek et al. 2003, De Munck et al. 2005). Entretanto, o teste de materiais no ambiente de laboratório apresenta limitações no que diz respeito principalmente a outros fatores clínicos que podem afetar o desempenho do material. Em Odontopediatria, a presença de umidade durante o procedimento adesivo em função da dificuldade de manutenção de isolamento efetivo do campo operatório pode ser mencionado (Waggoner & Siegal 1996). Entretanto, os resultados do presente estudo sugerem que seria possível eliminar o passo clínico de condicionamento ácido e enxague pelo menos da dentina decídua, o que apresenta a vantagem de eliminar o gosto indesejado durante a lavagem do ácido (Waggoner & Siegal 1996). Estudos posteriores, especialmente relacionados à

morfologia da união aos tecidos dentários de dentes decíduos, podem ajudar a elucidar de forma mais clara os mecanismos de adesão a esses substratos.

Materiais adesivos à estrutura dentária têm espaço cada vez maior na Odontologia. Seja para a prevenção da cárie, ou para a restauração de lesões resultantes da instalação da doença ou, ainda, para a restauração de dentes fraturados. O mecanismo básico de adesão, tanto ao esmalte quanto à dentina, tanto de dentes decíduos quanto de dentes permanentes, é baseado numa troca de substâncias em que os minerais dos tecidos duros são substituídos por monômeros resinosos provenientes dos adesivos que se aderem micromecanicamente em porosidades criadas pela aplicação de um material ácido. A quantidade de minerais entre os dentes decíduos e permanentes é diferente, assim como a espessura de esmalte e dentina. Os dois substratos também apresentam diferenças importantes que não podem ser negligenciadas. A utilização de materiais adesivos deve levar em consideração todos esses aspectos e, em Odontopediatria, ainda considerar a maturidade da criança na realização dos procedimentos. Dessa forma, o desenvolvimento de um material adesivo que contemple todos esses aspectos deve ser buscado já que a cárie ainda é uma doença difícil de ser controlada e os traumatismos com lesões de tecidos duros também são eventos de grande prevalência na infância, e procedimentos restauradores adesivos continuam sendo utilizados nestes casos.

## 5 CONCLUSÃO

Os resultados deste estudo *in vitro* indicam que a concentração de monômero ácido presente em adesivos autocondicionantes de um passo e o tempo de aplicação desses adesivos são fatores que influenciam o desempenho adesivo ao esmalte e à dentina de dentes decíduos. De forma geral, o aumento da concentração de monômeros ácidos só ocasionou aumento da resistência de união ao esmalte quando um tempo de pelo menos 20 segundos de aplicação do adesivo foi utilizado. Além disso, o adesivo convencional testado mostrou resultados superiores aos adesivos experimentais em esmalte. Em dentina, apesar do aumento da concentração de monômero ácido ter gerado aumento da resistência de união apenas quando tempos mais longos de aplicação foram utilizados, os resultados favoráveis dos adesivos experimentais comparados ao adesivo convencional indicam que materiais autocondicionantes simplificados podem apresentar união adequada à dentina decídua mesmo quando aplicados por tempos reduzidos.

## REFERÊNCIAS

- Adebayo OA, Burrow MF, Tyas MJ. Bonding of one-step and two-step self-etching primer adhesives to dentin with different tubule orientations. *Acta Odontol Scand* 2008; 66(3): 159-168.
- Adusei GO, Deb S, Nicholson JW. A preliminary study of experimental polyacid-modified composite resin ('compomers') containing vinyl phosphoric acid. *Dent Mater* 2005; 21(6): 491-497.
- Amaral RC, Stanislawczuk R, Zander-Grande C, Michel MD, Reis A, Loguercio AD. Active application improves the bonding performance of self-etching adhesives to dentin. *J Dent* 2009; 37(1): 82-90.
- Bengston CRG, Bengston AL, Bengston NG, Turbino ML. Do the origins of primary teeth affect the bond strength of a self-etch adhesive system to dentin? *Braz Oral Res* 2010; 24(3): 355-360.
- Bolaños-Carmona V, González-López S, Briones-Luján T, Haro-Muñoz C, Macorra JC. Effects of etching time of primary dentin on interface morphology and microtensile bond strength. *Dent Mater* 2006; 22(12): 1121-1129.
- Buonocore MG. A simple method of increasing the adhesion of acrylic filling materials to enamel surfaces. *J Dent Res* 1955; 34(6): 849-853.
- Cadenaro M, Antonioli F, Sauro S, Tay FR, Di Lenarda R, Prati C, Biasotto M, Contardo L, Breschi L. Degree of conversion and permeability of dental adhesives. *Eur J Oral Sci* 2005; 113(6): 525-530.
- Caneppele TMF, Torres CRG, Sasaki A, Valdetaro F, Fernandes RS, Freitas CP, Batista GR. Effects of surface hydration state and application method on the bond strength of self-etching adhesives to cut enamel. *J Adhes Dent* 2012; 14(1): 25-30.
- De Munck J, Van Meerbeek B, Inoue S, Vargas M, Yoshida Y, Armstrong S, Lambrechts P, Vanherle G. Micro-tensile bond strength of on- and two-step self-etch adhesives to bur-cut enamel and dentin. *Am J Dent* 2003; 16(6): 414-420.
- 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(2): 118-132.
- Eick JD, Gwinnett AJ, Pashley DH, Robinson SJ. Current concepts on adhesion to dentin. *Crit Rev Oral Biol Med* 1997; 8(3): 306-335.
- Eminkahyagil N, Gokalp S, Korkmaz Y, Baseren M, Karabulut E. Sealant and composite bond strength to enamel with antibacterial/self-etching adhesives. *Int J Paediatr Dent* 2005; 15(4): 274-281.

Erickson RL, Barkmeier WW, Latta MA. The role of etching in bonding to enamel: a comparison of self-etching and etch-and-rinse adhesive systems. *Dent Mater* 2009; 25(11): 1459-1467.

Fontes ST, Lima GS, Ogliari FA, Piva E, Moraes RR. Hybridization morphology and dentin bond stability of self-etch primers with different ethanol/water ratios. *Odontology* 2012; 100(2): 181-186.

Gerzina TM, Hume WR. Effect of hydrostatic pressure on the diffusion of monomers through dentin *in vitro*. *J Dent Res* 1995; 74(1): 369-373.

Gokce K, Aykor A, Ersoy M, Ozel E, Soyman M. Effect of phosphoric acid etching and self-etching primer application methods on dentinal shear bond strength. *J Adhes Dent* 2008; 10(5): 345-349.

Gomes FB, Almeida LH, Oliveira AS, Moraes RR. Influence of water concentration on the etching aggressiveness of self-etch primers to ground primary enamel. *Pediatr Dent* 2012; 34(3): 226-230.

Hirayama A. Experimental analytical electron microscopic studies on the quantitative analysis of elemental concentrations in biological thin specimens and its application to dental science. *Shikwa Gakuho* 1990; 90(8): 1019-1036.

Hiraishi N, Nishiyama N, Ikemura K, Yau JY, King NM, Tagami J et al. Water concentration in self-etching primers affects their aggressiveness and bonding efficacy to dentin. *J Dent Res* 2005; 84(7): 653-658.

Ikeda T, De Munck J, Shirai K, Hikita K, Inoue S, Sano H, Lambrechts P, Van Meerbeek B. Effect of evaporation of primer components on ultimate tensile strengths of primer-adhesive mixture. *Dent Mater* 2005; 21(11): 1051-1058.

Inoue S, Vargas MA, Yasuhiko A, Yasuhiko Y, Lambrechts P, Vanherle G, Sano H, Van Meerbeek B. Microtensile bond strength of eleven contemporary adhesives to dentin. *J Adhes Dent* 2001; 3(3): 237-245.

Kanehira M, Finger WJ, Ishihata H, Hoffmann M, Manabe A, Shimauchi H, Komatsu M. Rationale behind the design and comparative evaluation of an all-in-one self-etch model adhesive. *J Dent* 2009; 37(6): 432-439.

Kidd EAM, Fejerskov O. What constitutes dental caries? Histopathology of carious enamel and dentin related to the action of cariogenic biofilms. *J Dent Res* 2004; 83(Spec Iss C): C35-C38.

Kiremitci A, Yalcin F, Gökalp S. Bonding to enamel and dentin using self-etching adhesive systems. *Quintessence Int* 2004; 35(5): 367-370.

Koutsi V, Noonan RG, Horner JA, Simpson MD, Mathews WG, Pashley DH. The effect of dentin depth on the permeability and ultrastructure of primary molars. *Pediatr Dent* 1994; 16(1): 29-35.

Leal FB, Madruga FC, Prochnow EP, Lima GS, Ogliari FA, Piva E, Moraes RR. Effect of acidic monomer concentration on the dentin bond stability of self-etch adhesives. *Int J Adhes Adhes* 2011; 31(6): 571-574.

Lima GS, Ogliari FA, Moraes RR, Mattos ES, Silva AF, Carreño NLV, Petzhold CL, Piva E. Water content in self-etching primers affects their aggressiveness and strength of bonding to ground enamel. *J Adhes* 2010, 86(9): 937-950.

Marshall Jr GW. Dentin: microstructure and characterization. *Quintessence Int* 1993; 24(9): 606-617.

Menezes-Oliveira MA, Torres CP, Gomes-Silva JM, Chinelatti MA, Menezes FC, Palma-Dibb RG, Borsatto MC. Microstructure and mineral composition of dental enamel of permanent and deciduous teeth. *Microsc Res Tech* 2010, 73(5): 572-577.

Moraes RR, Correr-Sobrinho L, Sinhoreti MAC, Puppim-Rontani RM, Ogliari FA, Piva E. Light-activation of resin cement through ceramic: relationship between irradiance intensity and bond strength to dentin. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater* 2008; 85(1): 160-165.

Moura SK, Pelizzaro A, Bianco KD, Goes MF, Loguercio AD, Reis A, Grande RHM. Does the acidity of self-etching primers affect bond strength and surface morphology of enamel? *J Adhes Dent* 2006; 8(2): 75-83.

Moura SK, Santos JFF, Ballester RY. Morphological characterization of the tooth/adhesive interface. *Braz Dent J* 2006; 17(3): 179-185.

Nakabayashi N, Kojima K, Masuhara E. The promotion of adhesion by the infiltration of monomers into tooth substrates. *J Biomed Mater Res* 1982; 16(3): 265-273.

Nakabayashi N, Ashizawa M, Nakamura M. Identification of a resin-dentin hybrid layer in vital human dentin created in vivo: durable bonding to vital dentin. *Quintessence Int* 1992; 23(2): 135-141.

Nör JE, Feigal RJ, Dennison JB, Edwards CA. Dentin bonding: SEM comparison of the resin-dentin interface in primary and permanent teeth. *J Dent Res* 1996; 75(6): 1396-1403.

Nunes TG, Garcia FCP, Osorio R, Carvalho R, Toledano M. Polymerization efficacy of simplified adhesive systems studied by NMR and MRI techniques. *Dent Mater* 2006; 22(10): 963-972.

Pleffken PR, Lourenço AP, Torres CR, Borges AB. Influence of application methods of self-etching adhesive systems on adhesive bond strength to dentin. *J Adhes Dent* 2011; 13(6): 517-526.

Ratanasathien S, Wataha JC, Hanks CT, Dennison JB. Cytotoxic interactive effects of dentin bonding components on mouse fibroblasts. *J Dent Res* 1995; 74(9): 1602-1606.

Salz U, Bock T. Testing adhesion of direct restoratives to dental hard tissue – a review. *J Adhes Dent* 201; 12(5): 343-371.

Sardella TN, Castro FLA, Sanabe ME, Hebling J. Shortening of primary dentition etching time and its implication on bond strength. *J Dent* 2005; 33(5): 355-362.

Sheiham A, Watt RG. The common risk factor approach: a rational basis for promoting oral health. *Community Dent Oral Epidemiol* 2000; 28(6): 399-406.

Sohrabi A, Amini M, Afzali BM, Ghasemi A, Sohrabi A, Vahidpakdel SM. Microtensile bond strength of self-etch adhesives in different surface conditionings. *Eur J Paediatr Dent* 2012; 13(4): 317-320.

Spencer P, Wang Y, Walker MP, Wieliczka DM, Swafford JR. Interfacial chemistry of the dentin/adhesive bond. *J Dent Res* 2000; 79(7): 1458-1463.

Swift Jr EJ, Perdigão J, Heymann HO. Bonding to enamel and dentin: a brief history and state of the art, 1995. *Quintessence Int* 1995; 26(2): 95-110.

Tay FR, Pashley DH, Yoshiyama M. Two models of nanoleakage expression in single-step adhesives. *J Dent Res* 2002; 81(7): 472-476.

Uekusa S, Yamaguchi K, Miyazaki M, Tsubota K, Kurokawa H, Hosoya Y. Bonding efficacy of single-step self-etch systems to sound primary and permanent tooth dentin. *Oper Dent* 2006; 31(5): 569-576.

Van Landuyt KL, Snauwaert J, Peumans M, De Munck J, Lambrechts P, Van Meerbeek B. The role of HEMA in one-step self-etch adhesives. *Dent Mater* 2008; 24(10): 1412-1419.

Van Meerbeek B, De Munck J, Yoshida Y, Inoue S, Vargas M, Vijay P, Van Landuyt K, Lambrechts P, Vanherle G. Adhesion to enamel and dentin: current status and future challenges. *Oper Dent* 2003; 28(3): 215-235.

Van Meerbeek B, Peumans M, Poitevin A, Mine A, Van Ende A, Neves A, De Munck J. Relationship between bond-strength tests and clinical outcomes. *Dent Mater* 2010; 26(2): e100-e121.

Waggoner WF, Siegal M. Pit and fissure sealant application: updating the technique. *J Am Dent Assoc* 1996; 127(3): 351-361.

Wang T, Nakabayashi N. Effect of 2-(methacryloxy)ethyl phenyl hydrogen phosphate on adhesion to dentin. *J Dent Res* 1991; 70(1): 59-66.

Watanabe I, Nakabayashi N, Pashley DH. Bonding to ground dentin by a phenyl-P self-etching primer. *J Dent Res* 1994; 73(6): 1212-1220.

Wilson PR, Beynon AD. Mineralization differences between human deciduous and permanent enamel measured by quantitative microradiography. *Arch Oral Biol* 1989; 34(2): 85-88.

Yiu CKY, Pashley EL, Hiraishi N, King NM, Goracci C, Ferrari M, Carvalho RM, Pashley DH, Tay FR. Solvent and water retention in dental adhesive blends after evaporation. *Biomaterials* 2005; 26(34): 6863-6872.



Yoshida Y, Nagakane K, Fukuda R, Nakayama Y, Okazaki M, Shintani H, Inoue S, Tagawa Y, Suzuki K, De Munck J, Van Meerbeek B. Comparative study on adhesive performance of functional monomers. *J Dent Res* 2004; 83(6): 454-458.

**ANEXOS**

**ANEXO A****Parecer do Comitê de Ética em Pesquisa da UFPel**

**MINISTÉRIO DA EDUCAÇÃO  
UNIVERSIDADE FEDERAL DE PELOTAS  
FACULDADE DE ODONTOLOGIA  
COMITÊ DE ÉTICA E PESQUISA**

**PELOTAS, 16 de outubro de 2012**

**PARECER Nº 21 /2012**

O projeto de pesquisa intitulado "Efeito da concentração do monômero ácido e tempo de aplicação na resistência de união de adesivos autocondicionantes ao esmalte e dentina decíduos" está constituído de forma adequada, cumprindo, nas suas plerissimas preceitos éticos estabelecidos por este Comitê e pela legislação vigente, recebendo, portanto, **PARECER APROVADO**.

A handwritten signature in black ink, appearing to read 'Renato Waldemarin'.

**Prof. Dr. Renato Fabrício de Andrade Waldemarin**

**Coordenador do CEP- FOP/UFPel**