

PONTIFÍCIA UNIVERSIDADE CATÓLICA DO RIO GRANDE DO SUL  
FACULDADE DE ODONTOLOGIA  
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ODONTOLOGIA  
MESTRADO

PRISCILA STONA

**INFLUÊNCIA DO ÁCIDO POLIACRÍLICO NA INTERFACE E RESISTÊNCIA  
DE UNIÃO DE CIMENTOS RESINOSOS AUTOADESIVOS À DENTINA**

Profa. Dra. Ana Maria Spohr  
Orientadora

Porto Alegre

2011

PRISCILA STONA

**INFLUÊNCIA DO ÁCIDO POLIACRÍLICO NA INTERFACE E RESISTÊNCIA  
DE UNIÃO DE CIMENTOS RESINOSOS AUTOADESIVOS À DENTINA**

Dissertação apresentada à Faculdade de Odontologia da Pontifícia Universidade Católica do Rio Grande do Sul, Programa de Pós-Graduação em Odontologia, como parte dos requisitos para obtenção do título de Mestre em Odontologia - Área de concentração em Dentística Restauradora.

Orientadora: Profa. Dra. Ana Maria Spohr

Porto Alegre  
2011

PRISCILA STONA

**INFLUÊNCIA DO ÁCIDO POLIACRÍLICO NA INTERFACE E RESISTÊNCIA  
DE UNIÃO DE CIMENTOS RESINOSOS AUTOADESIVOS À DENTINA**

Dissertação apresentada à Faculdade de Odontologia da Pontifícia Universidade Católica do Rio Grande do Sul, Programa de Pós-Graduação em Odontologia, como parte dos requisitos para obtenção do título de Mestre em Odontologia - Área de concentração em Dentística Restauradora.

BANCA EXAMINADORA:

---

Profa. Dra. Ana Maria Spohr – PUCRS

---

Prof. Dr. Luis Carlos da Fontoura Frasca - UFRGS

---

Profa. Dra. Julieta Gomes Tavares – PUCRS

## **AGRADECIMENTOS**

Aos meus pais, Dirceo e Patrícia, por tudo que me ensinaram até hoje e por sempre me incentivarem na busca dos meus objetivos.

À minha irmã, Deborah, pela amizade, por sempre me ouvir e dividir momentos bons e ruins, desde nossa infância. Ao meu irmão, Filipe, pelo carinho e apoio, mesmo que mais silencioso.

Ao meu namorado, José Mário, pela compreensão e carinho tão presente, mesmo distante.

Ao meu cunhado, professor e amigo, Luiz Henrique, que foi o primeiro a me incentivar na realização desse mestrado.

À minha orientadora, Ana Maria, pela disponibilidade e dedicação na orientação desse trabalho. Por todo conhecimento transmitido e também por mostrar-me a melhor forma de lidar com as ansiedades que surgem frente à realização de uma pesquisa científica.

Ao professor João Batista, pela amizade, apoio e incentivo.

Ao professor José Antônio Poli de Figueiredo, coordenador do curso de Pós-Graduação em Odontologia da PUCRS, por sua competência.

Aos funcionários da secretaria de Pós-Graduação, Ana, Carlos, Davenir e Marcos, pela gentileza e prontidão.

A CAPES que me proporcionou a bolsa que custeou meus estudos.

Aos meus colegas, Aurélio, Rafael e Leandro, pelo companheirismo e amizade ao longo do curso.

A todos que, de alguma forma, participaram dessa etapa que está sendo concluída.

“Não há vento favorável para quem não sabe aonde vai.”  
Guillaume D'Orange.

## RESUMO

O objetivo desse estudo foi avaliar a interface e a resistência de união de cimentos resinosos autoadesivos à dentina condicionada com ácido poliacrílico a 11,5%. Cinquenta e seis dentes, terceiros molares, foram divididos aleatoriamente em 7 grupos (n=24/grupo): G1 (controle) - Rely X ARC; G2 - RelyX Unicem; G3 - Maxcem Elite; G4 - Set; G5 - ácido poliacrílico + Rely X Unicem; G6 - ácido poliacrílico + Maxcem Elite; G7 - ácido poliacrílico + Set. Blocos de resina composta foram cimentados sobre dentina plana com carga de 1Kg por 2 minutos, seguido de fotoativação. Após armazenagem em água destilada a 37° C por 24 horas, seis conjuntos dente/resina foram cortados, paralelamente ao longo eixo do dente, nos sentidos x e y, com secção de aproximadamente 0,8 mm<sup>2</sup>. Foram obtidos 24 corpos de prova para cada grupo, sendo então submetidos ao teste de resistência à microtração (R<sub>µt</sub>) em máquina de ensaio universal com velocidade de 0,5 mm/min. Dois conjuntos de cada grupo foram seccionados no sentido mesio-distal, no centro de suas coroas, com um disco diamantado de dupla face. As superfícies foram polidas com lixas de carbetto de silício 400, 600 e 1200, seguido de polimento com pastas dimantadas de granulação 6, 3, 1 e ¼ µm. As amostras foram desmineralizadas, desproteinizadas, secadas, metalizadas e observadas em microscópio eletrônico de varredura em aumento de 4.000 vezes. De acordo com Análise de Variância e teste de Tukey (α=0,05), a média de R<sub>µt</sub> do RelyX ARC (24,19 MPa) e do RelyX Unicem associado ao ácido poliacrílico (23,12 MPa) não diferiram estatisticamente entre si e foram superiores aos outros grupos (p<0,05). A média de R<sub>µt</sub> do Maxcem Elite associado ao ácido poliacrílico (13,09 MPa) foi, estatisticamente, superior ao Maxcem Elite sem ácido poliacrílico (8,14 MPa). O RelyX Unicem sem ácido poliacrílico (10,23 MPa) não diferiu, estatisticamente, do Maxcem Elite sem e com ácido poliacrílico. Todos os corpos de prova do Set foram perdidos durante o procedimento de corte. Para os cimentos resinosos autoadesivos não foi observada formação de camada híbrida, havendo a formação de *tags* de resina para o RelyX Unicem e Maxcem Elite quando associados ao ácido poliacrílico. O pré-tratamento com ácido poliacrílico a 11,5% foi efetivo para a união do RelyX Unicem e Maxcem Elite à dentina.

Palavras-chave: dentina, resistência de união, cimentos resinosos, ácido poliacrílico

## ABSTRACT

The objective of this study was to evaluate the interface and bond strength of self-adhesives resin cement to dentin pretreated with 11,5% polyacrylic acid. Fifty-six third molars were randomly divided into 7 groups (n=24/group): G1 (control) - Rely X ARC; G2 - RelyX Unicem; G3 - Maxcem Elite; G4 - Set; G5 - polyacrylic acid + Rely X Unicem; G6 - polyacrylic acid + Maxcem Elite; G7 - polyacrylic acid + Set. Resin composite blocks were cemented to flat dentin with a load of 1 kg during 2 minutes, followed by light polymerization. After storage in distilled water at 37°C for 24 hours, six tooth/resin sets were cut parallel to the long axis of the tooth, in the x and y directions, with a section of about 0.8 mm<sup>2</sup>. Twenty-four specimens were obtained to each group, and submitted to microtensile bond strength ( $\mu$ TBS) test in an universal testing machine at 0,5 mm/min crosshead speed. Two sets of each group were sectioned mesio-distal in the center of their crown with a diamond blade. The surfaces were polished by wet sanding with 400, 600 and 1200-grit silicon carbide abrasive paper, followed by polishing with 6, 3, 1 and  $\frac{1}{4}$   $\mu$ m diamond paste. The samples were demineralized, deproteinized, dried, metalized and observed on a scanning electron microscope at 4.000x. According to ANOVA and Tukey's test ( $\alpha=0,05$ ), the mean  $\mu$ TBS of RelyX ARC (24.19 MPa) and RelyX Unicem (23.12 MPa) associated with polyacrylic acid were not significantly different themselves and were superior to other groups ( $p<0,05$ ). The  $\mu$ TBS mean of Maxcem Elite associated with polyacrylic acid (13.09 MPa) was statistically higher to Maxcem Elite without polyacrylic acid (8.14 MPa). The RelyX Unicem without polyacrylic acid (10.23 MPa) did not differ statistically from Maxcem Elite with and without polyacrylic acid. All specimens of Set were lost during the cutting procedure. The hybrid layer was not observed for the self-adhesive resin cements, and resin tags were observed for RelyX Unicem, Maxcem Elite and when combined with polyacrylic acid. Pretreatment with 11,5% polyacrylic acid was effective for the bond of RelyX Unicem and Maxcem Elite to dentin.

Keywords: dentin, bond strength, resin cements, polyacrylic acid

## LISTA DE FIGURAS, TABELAS E QUADRO

Figura 1: Superfície plana em dentina.....	33
Figura 2a: Procedimento de cimentação do bloco de resina composta com o dispositivo específico para este procedimento.....	34
Figura 2b: Vista aproximada da cimentação do bloco de resina composta.....	34
Figura 3: Corpo de prova posicionado na matriz de microtração.....	37
Figura 4: Fotomicrografia do corpo de prova do RelyX ARC evidenciando falha mista.....	40
Figura 5: Fotomicrografia do corpo de prova do RelyX Unicem sem ácido poliacrílico evidenciando falha adesiva.....	41
Figura 6: Fotomicrografia do corpo de prova do Maxcem Elite sem ácido poliacrílico evidenciando falha adesiva.....	41
Figura 7: Fotomicrografia do corpo de prova do RelyX Unicem associado ao ácido poliacrílico evidenciando falha mista.....	42
Figura 8: Fotomicrografia do corpo de prova do Maxcem Elite associado ao ácido poliacrílico evidenciando falha mista.....	42
Figura 9: Fotomicrografia da interface do RelyX ARC com a dentina.....	43
Figura 10: Fotomicrografia da interface do RelyX Unicem sem ácido poliacrílico.....	43
Figura 11: Fotomicrografia da interface do RelyX Unicem associado ao ácido poliacrílico.....	44
Figura 12: Fotomicrografia da interface do Maxcem Elite sem ácido poliacrílico .....	44
Figura 13: Fotomicrografia da interface do Maxcem Elite associado ao ácido poliacrílico.....	45
Figura 14: Fotomicrografia da interface do Set sem ácido poliacrílico.....	45
Figura 15: Fotomicrografia da interface do Set associado ao ácido poliacrílico.....	46
Quadro 1: Materiais empregados no estudo.....	32

Tabela 1: Médias de resistência de união à microtração dos grupos experimentais (MPa).....	39
Tabela 2: Análise dos tipos de falha ocorridos nos grupos experimentais .....	40

## LISTA DE ABREVIATURAS, SIGLAS E SÍMBOLOS

%	Porcentagem
±	Mais ou menos
µm	Micrometro
°C	Grau Celsius
α	Nível de significância
A	Adesivo
Bis-GMA	Bisfenol Glicidil Metacrilato A
CH	Camada Híbrida
CR	Cimento resinoso
4-META	4-Metacriloxietil trimetacrilato anidro
cm	Centímetro
D	Dentina
EDTA	Ácido etilenodiaminotetra acético
EDX	Espectometria de energia dispersiva por raio x
et al.	Abreviatura de et alii (e outros)
g/mm <sup>2</sup>	Gramas por milímetro quadrado
GPDM	Glicerol dimetacrilato de éster fosfórico
HCl	Ácido clorídrico
HEMA	2- hidroxietil metacrilato
Kg	Quilogramas
min	Minutos
mm	Milímetro
mm <sup>2</sup>	Milímetro quadrado
mm/min	Milímetro por minuto
M	Molar
MEV	Microscopia eletrônica de varredura
MOD	Mésio-ocluso-distal
MPa	Mega Pascal
mW/cm <sup>2</sup>	Miliwatt por centímetro quadrado
N	Newton

N	Normal
NaOCl	Hipoclorito de sódio
n	Número de corpos de prova
n°	Número
p	Valor de probabilidade
pH	Potencial de Hidrogênio
psi	Medida de pressão ou libra por polegada quadrada
PUCRS	Pontifícia Universidade Católica do Rio Grande do Sul
R <sub>μt</sub>	Resistência à microtração
s	Segundos
T	<i>Tags</i> de resina
TEGMA	Trietileno glicol dimetacrilato
TBS	<i>Tensile bond strength</i> (Resistência de união à tração)
μTBS	<i>Micro tensile bond strength</i> (Resistência de união à microtração)
XPS	Espectroscopia de fotoelétrons por raios X

## SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO.....	13
2 OBJETIVOS.....	15
3 REVISÃO DA LITERATURA.....	16
4 MATERIAIS E MÉTODOS.....	32
4.1 MATERIAIS.....	32
4.2 MÉTODO.....	33
4.2.1 Obtenção dos dentes.....	33
4.2.2 Procedimento de cimentação sobre a dentina.....	33
4.2.3 Metodologia de microtração.....	36
4.2.4 Metodologia de análise das falhas.....	37
4.2.5 Metodologia de análise das interfaces de união.....	37
4.3 ANÁLISE ESTATÍSTICA.....	38
5 RESULTADOS.....	39
6 DISCUSSÃO.....	47
7 CONCLUSÃO.....	53
8 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	54
ANEXOS.....	57

## 1 INTRODUÇÃO

Um dos grandes desafios da odontologia moderna é unir materiais restauradores a substratos tão diferentes quanto o esmalte e a dentina (SWIFT; PERDIGÃO; HEYMANN, 1995), sendo esta união um fator importante para a longevidade da restauração. No caso das restaurações indiretas, distintas técnicas de fixação podem ser empregadas, e a literatura tem mostrado que o emprego de técnicas adesivas proporciona um aumento na resistência à fratura dos dentes (SANTOS; BEZERRA, 2005; CAMACHO; GONÇALVES; NONAKA, 2007). Tradicionalmente, ao empregar a técnica adesiva, faz-se uso de um sistema adesivo associado a um cimento resinoso.

Em esmalte e dentina, a técnica de fixação adesiva consiste no condicionamento ácido e aplicação de resina fluída (FUSAYAMA *et al.*, 1979). A difusão e polimerização do monômero no interior das áreas desmineralizadas da estrutura dentária proporciona união micromecânica pela formação da camada híbrida (NAKABAYASHI; KOJIMA; MASUHARA, 1982; VAN MEERBEEK *et al.*, 1992). De maneira similar, a superfície interna da restauração deve ser susceptível a tratamentos de superfície, com o objetivo de promover união micromecânica e/ou química com o agente resinoso. Em seguida, é empregado o cimento resinoso, que forma uma camada intermediária unindo a estrutura dentária e a superfície do material restaurador em uma única unidade. Para uma união forte e durável, o tratamento adequado tanto do dente quanto da restauração é necessário (HIKITA, 2007).

Os cimentos resinosos ganharam grande popularidade nos últimos anos devido às suas propriedades (resistência à compressão, baixa solubilidade, maior resistência ao desgaste), estética e possibilidade de união a materiais restauradores quando comparados com os cimentos convencionais. Os cimentos resinosos podem ser classificados de acordo com o tamanho das partículas de carga, a viscosidade e a forma de polimerização. Estes podem ser ativados quimicamente, fotoativados ou duais (ANUSAVICE, 1996).

Os cimentos resinosos convencionais apresentam maior complexidade na técnica de aplicação pelo fato de estarem associados a um sistema adesivo.

Com o objetivo de simplificar os procedimentos clínicos diminuindo número de passos e, assim, a sensibilidade da técnica, os cimentos resinosos autoadesivos passaram a ganhar preferência (GORACCI *et al.*, 2006; CHAIYABUTRY; KOIS, 2008; LÜHRS *et al.*, 2010; PAVAN *et al.*, 2010).

Alguns estudos evidenciaram que cimentos resinosos autoadesivos interagem, superficialmente, com o esmalte e com a dentina, havendo uma menor resistência de união destes materiais aos substratos dentários quando comparados com a técnica tradicional de fixação adesiva (DE MUNCK *et al.*, 2004; YANG *et al.*, 2006). Desta forma, a união destes materiais ocorre, basicamente, com a *smear layer*. Para melhorar esta união, tem sido sugerido o condicionamento com ácido fosfórico no esmalte (DUARTE *et al.*, 2008). No entanto, sobre a dentina, este condicionamento é prejudicial para a efetividade da união provavelmente pela inadequada infiltração do cimento resinoso na rede de fibras colágenas (DE MUNCK *et al.*, 2004).

A utilização de agentes ácidos mais fracos, como o ácido poliacrílico, tem sido sugerida (ARAÚJO *et al.*, 1998; PAVAN *et al.*, 2010), a fim de realizar uma remoção da *smear layer*, deixando a fase mineral da dentina e aumentando assim a reação química entre o material e o substrato (INOUE *et al.*, 2001). No entanto, poucos estudos foram feitos para verificar a efetividade deste tratamento na união de cimentos resinosos autoadesivos à dentina.

O presente estudo foi realizado sob a hipótese nula de que o pré-tratamento da dentina com ácido poliacrílico não melhora a união dos cimentos resinosos autoadesivos à dentina.

## 2 OBJETIVOS

**Objetivo geral:** Avaliar, *in vitro*, a influência do condicionamento da dentina com ácido poliacrílico a 11,5% na união de três cimentos resinosos autoadesivos a este substrato.

### **Objetivos específicos:**

- Avaliar a resistência de união dos cimentos resinosos autoadesivos à dentina, com e sem o condicionamento prévio da dentina com ácido poliacrílico, por meio da metodologia de microtração;

- Avaliar o tipo de falhas após ensaio de microtração.

- Avaliar a interface de união dos cimentos resinosos autoadesivos à dentina, com e sem o condicionamento prévio da dentina com ácido poliacrílico, por meio de microscopia eletrônica de varredura.

### 3 REVISÃO DA LITERATURA

Fusayama, *et al.* (1979), pesquisando um aparato para o teste de resistência de união e avaliando a propriedade adesiva de materiais, relataram que um novo aparelho e técnica para teste de resistência havia sido inventado. Nos seus achados concluíram que o condicionamento com ácido fosfórico, a 40% por 60 segundos, aumentava, consideravelmente, a união tanto ao esmalte quanto à dentina, e a união ao esmalte aumentou, um pouco, com a armazenagem em água após três meses.

Nakabayashi, Kojima e Masuhara (1982) testaram a eficiência de uma resina à base de 4-META na união ao tecido dentinário, previamente condicionado com uma solução de ácido cítrico a 10% e cloreto férrico a 3%. Constataram que monômeros com ambos os grupos hidrofóbicos e hidrofílicos, tais como o 4-META, infiltraram-se no tecido duro, polimerizando *in situ* e melhorando a união com o substrato dentinário. A microscopia eletrônica sugeriu que tais monômeros resinosos infiltraram-se na rede de fibras colágenas e, após polimerizarem, produziram uma retenção micromecânica da resina na superfície dentinária. Os autores denominaram de camada híbrida (híbrido de resina e colágeno) esta interdifusão de resina/dentina infiltrada, concluindo que tais monômeros representam um novo conceito de materiais biocompatíveis para o uso na união dentinária.

Van Meerbeek *et al.* (1992) estudaram os aspectos morfológicos da zona de interdifusão resina-dentina com diferentes sistemas adesivos dentinários. Discos de dentina entre 1 e 1,5 mm de espessura foram obtidos de terceiros molares hígidos. A *smear layer* foi produzida com lixas de carbetto de silício de granulação 600. Os sistemas adesivos foram aplicados conforme instrução dos fabricantes e sobre eles foi aplicada uma resina de baixa viscosidade. Baseado no pré-tratamento realizado e nos aspectos morfológicos da interface resina-dentina, os sistemas adesivos foram divididos em três categorias: o primeiro

grupo removeu a *smear layer*, o segundo grupo preservou a *smear layer* e um terceiro grupo apenas dissolveu parcialmente a *smear layer*. A profundidade de descalcificação depende do tipo, da concentração e do tempo de aplicação do agente condicionador utilizado. Esse estudo mostrou que a aplicação de sistemas adesivos induz mudanças estruturais na superfície dentinária, criando uma interface retentiva, chamada de zona de interdifusão, entre a camada de dentina e o adesivo.

Gwinnett (1993) determinou quantitativamente o papel da penetração da resina na união à dentina. Foram estabelecidos quatro grupos contendo dez terceiros molares cada. Trinta dentes foram seccionados na região coronária média e a dentina polida com papel de carboneto de silício de granulação 600. No grupo 1, a *smear layer* foi mantida intacta; no grupo 2, a *smear layer* foi removida com Prophy Jet; no grupo 3, foi realizado condicionamento com ácido fosfórico a 10% por 20 segundos; no grupo 4, dez dentes foram fraturados na região média coronal em um plano similar às amostras anteriores. As superfícies dentinárias foram tratadas com o All-Bond 2 (Bisco), seguido de aplicação da resina composta P-50 (3M). Após armazenagem em água a 37°C por 24 horas, as amostras foram levadas a teste de resistência de união ao cisalhamento. A morfologia interfacial e de superfície foi analisada em microscópio eletrônico de varredura. O menor valor na resistência de união ocorreu quando o sistema adesivo foi aplicado diretamente sobre a *smear layer* (10,24 MPa), sugerindo que este valor provavelmente representa uma fratura da própria *smear layer*, levando a falhas da interface dentina/*smear layer*. O maior valor foi obtido quando utilizado o condicionamento ácido (32,68 MPa). Para o grupo 2, a resistência de união foi de 20,37 MPa e, para o grupo 4, de 26,77 MPa. Nas superfícies fraturadas (grupo 4) houve apenas infiltração da resina no interior dos túbulos, enquanto nas superfícies condicionadas (grupo 3) ocorreu tanto infiltração na região intertubular, assim como no interior dos túbulos. O autor concluiu que a infiltração da resina, por si só, aumenta em um terço a resistência de união à dentina quando realizado o condicionamento ácido, sendo que a metade deste valor pode ser atribuído à penetração da resina nos túbulos dentinários e, a outra metade, à hibridização ou penetração da resina na dentina intertubular.

Swift, Perdigão e Heymann (1995) realizaram uma revisão de literatura sobre os procedimentos de união em esmalte e dentina. Relataram que a técnica do condicionamento ácido do esmalte revolucionou a prática restauradora na odontologia. A capacidade dos clínicos de unir materiais restauradores ao esmalte influenciou a confecção dos preparos cavitários, a prevenção de cáries, e aumentou a opção por tratamentos estéticos. A união à dentina tem sido mais difícil e menos previsível. A dificuldade da união à dentina é devido à estrutura histológica complexa e variações na composição da mesma. Enquanto o esmalte tem 92% em volume de hidroxiapatita, a dentina tem apenas 45%. Em contraste com o arranjo regular dos cristais de hidroxiapatita no esmalte, a hidroxiapatita na dentina é arranjada de forma aleatória em uma matriz orgânica que consiste principalmente em colágeno.

De acordo com Anusavice (1996), os cimentos resinosos apresentam propriedades mecânicas que superam as dos cimentos convencionais, como o fosfato de zinco. A resistência à compressão, a baixa solubilidade, a maior resistência ao desgaste, a estética e a possibilidade de união aos materiais restauradores tornaram esses cimentos uma opção interessante na odontologia restauradora. Os cimentos resinosos podem ser classificados de acordo com o tamanho das partículas de carga, a viscosidade e a forma de polimerização. Estes podem ser ativados quimicamente, fotoativados ou duais.

A morfologia da superfície dentinária cortada e tratada com diferentes substâncias para a sua limpeza foi analisada por Araújo *et al.* (1998) através de microscopia eletrônica de varredura. Vinte pré-molares superiores íntegros tiveram suas coroas seccionadas ao meio no sentido mesio-distal. O esmalte da porção vestibular e da porção lingual da coroa foi removido com instrumento diamantado e, utilizando uma broca carbide cilíndrica lisa, número 56. Foi cortado aproximadamente 1 mm de dentina com alta rotação sob abundante refrigeração ar/água para produzir a camada de *smear layer*. Em seguida, essa superfície foi tratada com diferentes substâncias e lavada por 30 segundos com jato de ar/água. No grupo controle, foi utilizado somente o jato de ar/água. Os espécimes foram montados em suportes metálicos, preparados e visualizados

em microscópio eletrônico de varredura. O jato de ar/água não causou alteração da camada de *smear layer*; o fluoreto de sódio a 2%, a associação de Dakin/Tergensol e a água oxigenada a 3% não desobstruíram os túbulos dentinários, apenas desorganizaram a camada de *smear layer*; o jateamento de partículas de óxido de alumínio 50  $\mu\text{m}$  causou apenas uma maior irregularidade da camada de *smear layer*; o flúor fosfato acidulado 1,27% causou uma maior desmineralização da camada de *smear layer* e os túbulos dentinários permaneceram obliterados; o ácido poliacrílico a 25% causou maior desmineralização, de forma que a aparência tubular da dentina foi nítida, mas os túbulos e a superfície dentinária apresentaram vestígios da camada de *smear layer*; o ácido fosfórico a 10% desobstruiu totalmente os túbulos e a superfície dentinária, causando abertura e alargamento dos túbulos dentinários. Os autores concluíram que as substâncias ácidas desmineralizantes foram mais eficientes na remoção da camada de *smear layer*.

Segundo Inoue *et al.* (2001) está bem documentado na literatura que materiais ionoméricos produzem uma camada híbrida delicada em torno de 0,5-1  $\mu\text{m}$ , e esta é resultado da desmineralização parcial através do pré-condicionamento com ácido polialcenóico a 20%. O condicionamento “limpa” a superfície dentinária, removendo completamente os tampões da entrada dos túbulos dentinários. Os cristais de hidroxiapatita não são completamente removidos das fibras colágenas, agindo como receptores primários de uma união química com os grupos carboxila provenientes do ácido polialcenóico. Desta forma, há uma retenção micromecânica e uma adesão química.

De Munck *et al.* (2004) avaliaram a resistência à microtração do cimento resinoso autoadesivo RelyX Unicem e do cimento resinoso Panavia F ao esmalte e à dentina. Os procedimentos adesivos para RelyX Unicem foram realizados de duas maneiras: sem condicionamento prévio e com condicionamento prévio com ácido fosfórico a 35% nas estruturas dentais. O cimento Panavia F foi utilizado de acordo com as instruções do fabricante. As interfaces adesivas foram avaliadas ultramorfologicamente por microscopia eletrônica de varredura e de transmissão. Os valores de microtração foram sempre maiores para o Panavia F, tanto em esmalte como em dentina. A

resistência à microtração do Rely X Unicem em esmalte foi significativamente menor quando comparado ao Panavia F, mas nenhuma diferença foi encontrada quando os cimentos foram utilizados em dentina. O somatório da aplicação de condicionamento ácido e RelyX Unicem aumentou significativamente os valores de união para o esmalte, mas não diferiu estatisticamente do Panavia F unido ao esmalte. A superfície dentinária tratada com ácido + RelyX Unicem forneceu os menores valores (5,9 MPa). O modo de falha revelou que todos os espécimes de esmalte não condicionados falharam adesivamente, havendo falhas mistas e coesivas quando o esmalte foi condicionado. Para a dentina condicionada, todas as falhas foram adesivas, já quando a dentina não foi tratada houve falhas mistas. Quando os espécimes de RelyX Unicem foram observadas em microscopia eletrônica de varredura nenhuma camada híbrida ou *tags* de resina foram observados. A microscopia eletrônica de transmissão demonstrou não haver a formação de uma camada híbrida real, mas uma pequena interação irregular com profundidade de 2  $\mu\text{m}$ . Os autores enfatizaram que este cimento deve ser aplicado com alguma pressão para assegurar que ocorra uma íntima adaptação às paredes cavitárias devido a sua alta viscosidade. Os autores concluíram que o cimento reagiu, superficialmente, com o esmalte e a dentina. E os melhores resultados, para o RelyX Unicem, foram encontrados após o condicionamento ácido prévio do esmalte.

Inoue *et al.* (2004) avaliaram os efeitos do pré-tratamento com ácido polialcenólico na adesão de ionômero de vidro em dentes com e sem a remoção da *smear layer*. Superfícies dentárias provenientes de 24 molares humanos foram preparadas e blocos de resina composta foram unidos a estas estruturas utilizando Fuji Bond LC (3M/ESPE) com e sem o pré-condicionamento (ácido polialcenólico 20%). As amostras foram seccionadas para obtenção de corpos de prova em forma de palitos, e submetidos ao teste de microtração ( $\mu\text{T}$ ). Os tipos de falha foram determinados utilizando o microscópio eletrônico de varredura. Para dentina coberta com *smear layer* e tratamento pré-condicionante não houve diferença significativa no teste de  $\mu\text{T}$ , variando entre 20-29 MPa. Para o esmalte coberto por *smear layer* não houve efeito significativo na  $\mu\text{TBS}$ , considerando que o uso do ácido polialcenólico

melhorou significativamente a retenção, alcançando o mesmo valor para a dentina. Relativo ao tipo de falha, a maioria dos espécimes de dentina tiveram falha mista adesivo-coesiva. No esmalte, a maioria das falhas foi adesiva e ocorreram quando não havia sido usado o condicionamento. A união do ionômero de vidro à dentina pode ser alcançada sem o uso separado do condicionamento com o ácido polialcenoico, até mesmo com a interposição de *smear layer*. Entretanto, o esmalte requer o condicionamento separado para promover retenção micromecânica suficiente.

Um estudo realizado por Abo-Hamar *et al.* (2005) avaliou a eficácia adesiva de um cimento resinoso autoadesivo quando comparado a outros sistemas de cimentação. Terceiros molares hígidos foram montados verticalmente em cilindros plásticos e fixados com resina autopolimerizável. Os dentes foram desgastados com discos de carbetto de silício para se obter superfícies de aproximadamente 4 mm de diâmetro, tanto para esmalte como para dentina. Os dentes foram divididos, de acordo com o substrato e o cimento utilizado, em grupos contendo dez dentes cada: Grupo 1- RelyX Unicem (3M/ESPE); Grupo 2 - Syntact + Variolink II ( Vivadent); Grupo 3- ED-Primer II + Panavia F 2.0 (Kuraray); Grupo 4 - Prime&Bond NT + Dyract Cem Plus (DeTray Dentsply); Grupo 5- Ketac Cem Maxicap (3M). Posteriormente, uma proteção foi criada ao redor do esmalte e da dentina com 4 mm altura para servir de matriz de acomodamento do cimento. Todas as etapas de cimentação foram seguidas de acordo com as recomendações dos fabricantes. Os cimentos foram colocados nas matrizes em dois incrementos e fotopolimerizados. Após, metade dos grupos foi submetida a 6000 ciclos de termociclagem. O teste de resistência de união foi realizado com velocidade de 0,75 mm/minuto em máquina de ensaio universal. A resistência de união da dentina para o RelyX Unicem (10,8 MPa) não foi significativamente diferente do Variolink II (15,1 MPa), Panavia F (10,5 MPa) ou Dyract (10,1 MPa), mas foi estatisticamente superior ao Ketac (4,1 MPa). Após a termociclagem, o RelyX Unicem (14,9 MPa) apresentou resultados significativamente maiores que Panavia F (7,4 MPa) e Ketac (4,6 MPa), mas valores significativamente inferiores ao Variolink II (19,8 MPa). No esmalte, com e sem termociclagem, o RelyX Unicem produziu valores estatisticamente menores que os outros

sistemas à base de resina. As falhas adesivas para o esmalte e a dentina foram predominantemente adesivas. Os autores concluíram que o RelyX Unicem pode ser considerado uma alternativa para a cimentação quando há uma pequena quantidade de esmalte remanescente.

Comparar a resistência à fratura de pré-molares superiores restaurados com técnicas direta e indireta foi o objetivo de Santos e Bezerra (2005). Quarenta dentes foram divididos aleatoriamente em quatro grupos (n=10): grupo 1 – dentes hígidos; grupo 2 – preparo cavitário MOD com abertura vestibulo-lingual de metade da distância intercuspídea, tratamento endodôntico e sem restauração; grupo 3 – idem ao grupo 2, mas com restauração em resina composta direta (Z100, 3M); grupo 4 – idem ao grupo 2, com restauração em cerâmica (Empress, Ivoclar-Vivadent). Os corpos de prova foram submetidos ao teste de compressão com esfera de aço de 8 mm de diâmetro com velocidade de 0,5 mm/min., até ocorrer a fratura. O preparo cavitário enfraqueceu significativamente a estrutura dentária (49 Kg). A resistência à fratura dos dentes restaurados com resina composta direta (105,4 Kg) não diferiu significativamente da resistência dos dentes restaurados com cerâmica (82,7 Kg). Nenhum dos materiais foi capaz de devolver a resistência à fratura original do dente (1338,4 Kg). Os autores concluíram que o preparo cavitário enfraquece significativamente a estrutura dentária, e que as restaurações do tipo *inlay* diretas e indiretas podem parcialmente reestruturar a resistência à fratura de dentes enfraquecidos pelo preparo cavitário.

Escribano e Macorra (2006) avaliaram a resistência de união de cimentos resinosos ao dente. O esmalte oclusal e as raízes de nove terceiros molares humanos foram removidos, e o remanescente dental foi fixado em cubos acrílicos que possuíam dois orifícios que receberam cateteres que estavam conectados a um aparelho de perfusão, criando, assim, condições de manter a umidade dentinária antes da realização dos procedimentos adesivos. Foram confeccionados discos cerâmicos (Empress II - Ivoclar Vivadent) de 2 mm de altura e 13 mm de diâmetro, os quais receberam condicionamento com ácido hidrofúorídrico a 5% e silanização. Três cimentos resinosos foram utilizados para a cimentação dos discos cerâmicos: Multilink System (Ivoclar Vivadent),

RelyX Unicem (3M /ESPE) e Panavia F light (Kuraray). Os produtos para cimentação foram aplicados de acordo com as instruções dos respectivos fabricantes. Os dentes permaneceram 30 minutos no aparelho de perfusão e após foram seccionados verticalmente, obtendo um total de 154 palitos com aproximadamente 1 mm<sup>2</sup>. Cada palito foi submetido ao teste de microtração em máquina de ensaio universal com velocidade de 1 mm/min. O Panavia F apresentou maiores valores de resistência de união, seguido do Multilink. Os autores concluíram que o RelyX Unicem, por não apresentar etapa de condicionamento dos tecidos dentais duros, apresentou os menores valores de resistência adesiva.

Gerth *et al.* (2006) avaliaram a composição dos cimentos resinosos Bifix (Voco) e RelyX Unicem (3M/ESPE), incluindo traços de elementos e sua determinante nas propriedades dos materiais. Também investigaram se a fase de resina orgânica polimeriza completamente após a aplicação de uma fase insolúvel, e a ainda avaliaram a interação química entre os dois diferentes materiais com hidroxiapatita sintética. Ambos os materiais apresentam características radiopacas e são de dupla polimerização, entretanto diferenças são encontradas no modo de utilização dos produtos. O Bifix necessita de um pré-tratamento com ácido fosfórico e aplicação de sistema adesivo, enquanto que o RelyX Unicem (3M/ESPE), por ser autoadesivo, não necessita de nenhum tipo de pré-tratamento para as estruturas dentais. Os resultados quantitativos para a composição de cada elemento da composição, revelados por XPS e EDX, demonstrou a presença de cálcio, alumínio, flúor, oxigênio e outros elementos em ambos os produtos. Houve um maior peso de cálcio e alumínio para o RelyX Unicem do que para o Bifix. Os autores concluíram que o RelyX Unicem apresentou maior interação química com cálcio e hidroxiapatita, o que poderia explicar as propriedades mecânicas do material.

Goracci *et al.* (2006) avaliaram a resistência de união e a interface adesiva de diferentes cimentos resinosos cimentados em dentina e esmalte, sob diferentes pressões de cimentação. Fragmentos de dentina e esmalte foram adquiridos de terceiros molares hígidos. Os fragmentos foram divididos

de acordo com o cimento utilizado e a pressão de cimentação (20g/mm<sup>2</sup> ou 40g/mm<sup>2</sup>). Os seguintes cimentos foram usados: RelyX Unicem (3M/ESPE), Maxcem (Kerr) e Panavia F 2.0 (Kuraray). Blocos de resina composta (Paradigman MZ100) foram confeccionados e unidos aos substratos dentais de acordo com as instruções dos fabricantes. Dez fragmentos de cada grupo experimental foram preparados para serem visualizados em microscopia eletrônica de varredura. O tipo de cimento e a pressão utilizada tiveram influencia significativa na resistência de união à dentina. Os valores médios de resistência de união para o Panavia F 2.0 e RelyX Unicem, em dentina, foram similares e significativamente superiores ao Maxcem. Quando foi usado 40g/mm<sup>2</sup> de pressão na cimentação, o RelyX Unicem e Panavia F 2.0 apresentaram maior resistência de união em dentina quando comparado com a pressão de 20g/mm<sup>2</sup>. A pressão de cimentação não influenciou o Maxcem. Panavia F 2.0 que apresentou resistência de união significativamente superior em esmalte que os outros cimentos, independente da pressão de cimentação. O Maxcem não apresentou sinais de retenção micromecânica, e o Maxcem e o RelyX Unicem não mostraram formação de camada híbrida. Os autores concluíram que uma pressão de cimentação deve ser realizada para o Panavia F 2.0 e RelyX Unicem, para melhores resultados na resistência de união.

Yang *et al.* (2006) avaliaram as características ultraestruturais, por meio de microscopia eletrônica de varredura e de transmissão, e a capacidade de união à dentina por meio do ensaio de microtração dos cimentos resinosos Super-Bond C&B (Sun Medical), Panavia F 2.0 (Kuraray) e RelyX Unicem (3M/ESPE), utilizados somente no modo autopolimerizável, com e sem condicionamento. Os materiais foram aplicados em amostras de dentina humana em diferentes profundidades: dentina superficial, profunda e cervical. Os resultados revelaram que a região dentinária e o tipo de cimento resinoso utilizado tiveram influência significativa nos valores de microtração. A média de resistência de união na dentina superficial, para os três cimentos testados, foi significativamente maior quando comparado com a dentina profunda e a cervical, que não apresentaram diferenças estatísticas entre si. A resistência de união do Super Bond C&B (31,9 N) e do Panavia F 2.0 (29,1 N), na dentina superficial, foram estatisticamente superiores ao RelyX Unicem (8,2 N) na

mesma região. Em comparação com os outros dois cimentos, o RelyX Unicem apresentou resistência de união estatisticamente inferior em todas as regiões analisadas. Em relação às falhas, 68% foram coesivas para o Super Bond C&B na dentina superficial, enquanto apenas 33% para o RelyX Unicem. De acordo com as análises em MEV, para os grupos do Super Bond e Panavia, os quais foram condicionados com ácido cítrico, houve a remoção da *smear plug* e abertura dos túbulos dentinários. O grupo do RelyX Unicem apresentou uma camada de *smear layer* sob a dentina, o que pode ser explicada pela ausência de uma camada híbrida. Os autores concluíram que diferentes formulações químicas e técnicas de aplicação produziram microestruturas morfológicamente diferentes nas diferentes regiões dentinárias

Al-Assaf *et al.* (2007) avaliaram as características interfaciais de cinco agentes de cimentação adesivos com a dentina, incluindo resistência à tração, modo de falha, extensão de desmineralização, alterações morfológicas e formação de camada híbrida. Os produtos testados foram Bistite II DC (BDC), C&B Super-Bond (CMB), M-Bond (MDB), Panavia-F (PAF) e RelyX Unicem (RXU). Os valores da resistência à tração do BDC (13,01 MPa), MBD (9,19 MPa) e PAF (7,07 MPa) foram significativamente diferente dos valores do CBM (4,79 MPa) e RXU (4,47 MPa). A extensão de desmineralização para o CBM foi 100%. Não encontraram diferença estatística entre o BDC (60,86%), MBD (60,22%) e PAF (51,99%). RXU (45,03%) apresentou o menor valor. CBM induziu o maior afunilamento dos túbulos e dissolução intertubular, seguido do PAF, BDC e MDB. RXU removeu parcialmente a *smear layer* sem abrir os túbulos. A camada híbrida mais espessa foi encontrada no CBM (4,17  $\mu\text{m}$ ), seguido do MBD (2,39  $\mu\text{m}$ ). Não constatarem diferença estatística entre o PAF (0,95  $\mu\text{m}$ ) e o BDC (1,12  $\mu\text{m}$ ), enquanto que não verificaram camada híbrida no RXU. Concluíram que as diferenças significativas encontradas na interface dos materiais podem levar à variação em seu comportamento clínico.

Camacho, Gonçalves e Nonaka (2007) avaliaram a resistência à fratura de pré-molares restaurados com diferentes materiais, sob carga axial. A resistência à fratura foi testada usando duas esferas de metal com 3 mm (para

aplicação de força na fossa central) e 9 mm de diâmetro (para aplicação de força nas cúspides). Cinco técnicas restauradoras foram escolhidas para preparos MOD em 50 dentes (n=10): resina composta direta, resina composta indireta, cerâmica, amálgama convencional, e amálgama aderido. Mais 10 dentes foram mantidos hígidos para grupo controle. As amostras foram submetidas à carga com velocidade de 0,5 mm/minuto, através de dois diâmetros de esferas (3 e 9 mm). As restaurações de cerâmica apresentaram os valores mais altos de resistência à fratura, e foram similares ao grupo controle. Os resultados dos grupos de resina composta (direta e indireta) foram similares, mas inferiores ao grupo controle. As restaurações de amálgama apresentaram os mais baixos valores, sem diferenças estatísticas entre eles. Os pré-molares apresentaram menor resistência quando a carga foi aplicada na fossa central quando comparada à carga aplicada no plano da cúspide. O tipo de fratura também foi analisado: tipo 1 – fratura vertical; tipo 2 – fratura de cúspide; tipo 3 – fratura de restauração; tipo 4 – ambas fraturas, dente e restauração. O diâmetro de esfera influenciou, positivamente ou negativamente, dependendo do tipo de restauração, isto é, de acordo com o material restaurador. O aumento no diâmetro da esfera causou fraturas mais ou menos catastróficas. Para os dentes restaurados com cerâmica, o aumento do diâmetro causou fraturas menos catastróficas, ao contrário de todos os outros grupos, cujo aumento do diâmetro causou fraturas mais catastróficas.

Han *et al.* (2007) avaliaram o pH, espessura de película, porcentagem de partículas de carga, e variação morfológicas de cimentos resinosos autoadesivos. Foram testados G-Cem, Maxcem, Smart Cem e RelyX Unicem. O pH dos cimentos foi mensurado com papel para teste de pH específico. A porcentagem de partículas de carga foram calculadas após as amostras de cimentos serem incineradas à 750°C. Para o teste da espessura de película uma quantidade dos cimentos era colocada entre dois pratos de vidro, e estes foram comprimidos com um dispositivo de carga. Para as alterações morfológicas, a superfície das amostras foi observada em MEV. Houve diferença significativa entre o pH dos cimentos mensurados após 20 segundos de fotopolimerização, após 90 segundos e após 48 horas. A porcentagem de

partículas de carga foi diretamente proporcional à espessura de película. A degradação da superfície dos cimentos também foi detectada após polimento e imersão em água, ácido acético e acetona. Concluíram que diferenças significativas foram encontradas nos materiais testados e essas diferenças podem levar a alguma diferença em seu comportamento clínico.

Hikita *et al.* (2007) verificou a efetividade de união de cinco agentes de cimentação adesiva ao esmalte e dentina, utilizando diferentes procedimentos de aplicação. Blocos de resina Paradigm (3M/ESPE) foram cimentados sobre a superfície de esmalte/dentina de terceiros molares com um dos cimentos: Linkmax (LM; GC), Nexus 2 (NX; Kerr), Panavia F (PN; Kuraray), RelyX Unicem (UN; 3M/ESPE) ou Variolink II (VL; Ivoclar-Vivadent). Para alguns agentes de cimentação o procedimento foi modificado resultando em mais quatro grupos: Prompt L-Pop + RelyX Unicem (PLP+UN; 3M/ESPE), Scotchbond Etchant+ RelyX Unicem (SE+UN; 3M/ESPE), Optibond Solo Plus Activator + Nexus 2 (ACT+NX; Kerr), e K-Etchant gel + Panavia F (KE+PN; Kuraray). A resistência de união foi testada através da microtração. Concluíram que alguns fatores influenciam negativamente a resistência de união: a) utilização do RelyX Unicem no esmalte sem aplicação prévia de ácido fosfórico; b) a aplicação de ácido fosfórico na dentina previamente ao RelyX Unicem; c) a aplicação do adesivo sem fotopolimerização antes da cimentação; d) uso de agente de cimentação dual com baixo potencial auto-polimerizável. Entretanto, se esses fatores forem levados em consideração, e se forem aplicados corretamente, tanto os cimentos resinosos autoadesivos como os que utilizam sistema adesivo autocondicionante ou com ácido fosfórico a 35%, são igualmente efetivos na união com esmalte e dentina.

Duarte *et al.* (2008) avaliaram a resistência adesiva de cimentos resinosos autoadesivos e autocondicionantes aplicados em esmalte, com e sem pré-tratamento com ácido fosfórico. Vinte terceiros molares foram selecionados. Em uma proximal o esmalte foi condicionado, enquanto que no lado oposto o cimento foi aplicado conforme instruções do fabricante. Os seguintes cimentos foram testados: RelyX Unicem (3M/ESPE), Multilink (Ivoclar-Vivadent) e RelyX

ARC (3M/ESPE). Blocos de resina composta Z250 (3M/ESPE) foram cimentados no esmalte. Um pré-tratamento foi realizado com óxido de alumínio e aplicação de silano. Amostras foram preparadas para serem observadas em microscopia. A maior média de resistência de união foi para o RelyX Unicem com condicionamento ácido (32,92 MPa), enquanto que a mais baixa foi para o Multilink com condicionamento (5,23 MPa) e sem este tratamento (5,38MPa). Diferenças significativas foram encontradas para os diferentes tratamentos no esmalte. As amostras condicionadas revelaram uma penetração mais profunda no esmalte interprismático em comparação com a ausência de condicionamento. Os autores concluíram que o condicionamento do esmalte com ácido fosfórico aumentou significativamente a resistência de união para o RelyX Unicem, mas não houve diferença para o Multilink.

Monticelli *et al.* (2008) realizaram uma comparação qualitativa da interface dentina/cimento de diferentes marcas comerciais de cimentos resinosos. Terceiros molares tiveram sua porção coronária seccionada e a dentina exposta foi polida com pontas de carbeto de silício. Discos de resina composta, com 2 mm de espessura, foram obtidos e cimentados, conforme as instruções do fabricante de cada cimento utilizado: Grupo 1: cimento dual com condicionamento ácido (Calibra, Dentsply); Grupo 2: Panavia F 2.0 (Kuraray); Grupo 3: Multilink (Ivoclar-Vivadent); Grupo 4: RelyX Unicem (3M/ESPE); Grupo 5: G-Cem (GC Corporation); Grupo 6: Bis-Cem (Bisco). Após a mistura, o valor do pH foi mensurado para todos os cimentos testados. Os grupos foram preparados para avaliação em microscopia eletrônica de varredura. Os resultados revelaram que, com o cimento convencional, formou-se uma camada híbrida e *tags* de resina. Para o Panavia, uma desmineralização da superfície de dentina foi detectada. Já para o Multilink Sprint foi observada uma camada descalcificada e não-infiltrada. Nenhuma desmineralização e infiltração foi observada para os cimentos RelyX Unicem, G-Cem e Bis-Cem, e nenhuma camada híbrida ou formação de *tags* foi observada para os cimentos autoadesivos. A taxa de pH variou de 2,1 a 4,2 após a mistura. Os autores concluíram que os cimentos autoadesivos não são capazes de dissolver completamente a *smear layer*, não havendo descalcificação e infiltração.

De acordo com informações obtidas na página virtual Espertise 3M/ESPE (2008), o fabricante do RelyX Unicem informa que este é um cimento autoadesivo que não necessita associação com sistema adesivo. Este material apresenta um conjunto de duas reações na sua química de presa: uma reação de redução de cura dual, para polimerizar a fase resinosa, e outra reação ácido-base, resultando na formação de fosfato de cálcio. A união com a dentina é estabelecida pelos ácidos fosfóricos metacrilatos ionizados da mistura do monômero. A ionização ocorre tanto a partir da água presente na dentina, como da água produzida durante a reação de neutralização dos monômeros fosfatados com partículas básicas.

Em estudo *in vitro*, Chaiyabutr e Kois (2008) avaliaram a resistência de união de cimentos resinosos autoadesivos após o uso de quatro diferentes técnicas de limpeza da superfície contaminada da dentina: instrumento manual (curetas), profilaxia com pedra pomes e água, abrasão com óxido de alumínio com partículas de 27 µm a 40 psi e abrasão com óxido de alumínio com partículas de 40 µm a 40 psi. Utilizaram 32 terceiros molares que foram preparados e receberam coroas provisórias cimentadas com cimento provisório contendo óxido de zinco e eugenol. Após a remoção das coroas provisórias e da limpeza da superfície dentinária, com cada um dos protocolos selecionados, coroas cerâmicas foram cimentadas com o RelyX Unicem (3M/ESPE). A utilização de abrasão com partículas de óxido de alumínio como pré-tratamento, da dentina, resultou em valores mais altos de resistência de união, enquanto limpeza com instrumentos manuais resultou em valores mais baixos ( $p < 0,05$ ). O tamanho das partículas de óxido de alumínio não teve influência significativa na resistência de união a 40 psi.

Lühns *et al.* (2010) compararam, *in vitro*, a resistência de união ao cisalhamento de cimentos resinosos autoadesivos ao esmalte e à dentina. Foram utilizados 60 molares, e amostras de cerâmica foram unidas à superfície dentária com os seguintes cimentos: Variolink/ Syntac Classic (VSC), Panavia F2.0 (PAF), RelyX Unicem (RLX), Maxcem Elite (MCE), iCem (IC), ou com cimento resinoso experimental (EXP). No esmalte, VSC teve a resistência de

união ao cisalhamento mais alta (42,9 MPa) e IC a mais baixa (10,5 MPa). Na dentina, a resistência de união mais alta também foi obtida para o VSC (39,2±8,9 MPa) e, a mais baixa, para o EXP (7,8±3,9 MPa). Os cimentos resinosos autoadesivos fraturaram principalmente entre resina e esmalte ou dentina. A resistência de união ao cisalhamento dos cimentos resinosos autoadesivos foi inferior a dos cimentos resinosos convencionais.

Mazzitelli *et al.* (2010) investigaram o efeito do tratamento da dentina na união de cimentos resinosos autoadesivos. Foram obtidas superfícies dentinárias a partir de terceiros molares e tratadas da seguinte forma: I- dentina sem tratamento; II- EDTA 0,1 M por 60 segundos; III- ácido poliacrílico 10% por 30 segundos. Três cimentos autoadesivos foram utilizados para cimentar *overlays* de compósito na presença de pressão pulpar simulada (15 cm de H<sub>2</sub>O). A resistência de união do RelyX Unicem à dentina, que é um cimento hidrofóbico e sem solvente, não foi afetada pelos tratamentos da dentina. O cimento resinoso Bis-Cem, que é baseado em 2-hidróxiethyl metacrilato (HEMA), piorou após o tratamento da dentina com EDTA e/ou ácido poliacrílico. E o cimento G-Cem, que é hidrofílico e contém água, atingiu maior resistência de união quando a dentina foi condicionada com ácido poliacrílico. Concluíram que a *smear layer*, a abertura dos túbulos dentinários e o teor de água na dentina influenciam de forma diferente a resistência de união e as características interfaciais dos cimentos autoadesivos.

Ao avaliarem o efeito do pré-tratamento da dentina na resistência à microtração de cimentos resinosos autoadesivos, Pavan *et al.* (2010) relataram que o ácido poliacrílico pode ser incorporado como uma etapa de limpeza, afim de melhorar a união durante o processo de cimentação com cimentos autoadesivos. Foram usados 18 molares divididos em grupos de acordo com o pré-tratamento utilizado na dentina: (1) controle, sem tratamento de superfície; (2) solução de ácido poliacrílico 25%; (3) ácido tânico 20%. Blocos de resina composta (Tescera- Bisco) foram cimentadas sobre a superfície dentinária com dois cimentos autoadesivos (RelyX Unicem ou Maxcem Elite). O ácido poliacrílico melhorou significativamente a resistência de união à microtração do RelyX Unicem (14,92 MPa) quando comparado ao grupo controle (8,35 MPa) e

ao ácido tânico (8,38 MPa). O tratamento de superfície dentinária não afetou de forma significativa a resistência de união nos grupos do Maxcem Elite (controle, 8,45 MPa; ácido poliacrílico, 9,53 MPa; ácido tânico, 6,89 MPa).

## 4 MATERIAIS E MÉTODOS

### 4.1 MATERIAIS

Os materiais empregados no presente estudo estão dispostos no Quadro 1, assim como a composição, número do lote e fabricantes.

Quadro 1: Materiais empregados no estudo.

Produto	Descrição	Lote	Composição Química	Fabricante
RelyX ARC	Cimento resinoso convencional	GW9JJ	Bis-GMA, TEGDMA, sílica e zircônia.	3M/ESPE, St. Paul, MN, EUA
RelyX Unicem	Cimento resinoso autoadesivo	395667	Pó: Partículas de vidro, sílica, hidróxido de cálcio, pigmentos, iniciadores de polimerização química e por luz. Líquido: Éster fosfórico metacrilato, dimetacrilato, acetato, iniciador, estabilizador.	3M/ESPE, St. Paul, MN, EUA
Maxcem Elite	Cimento resinoso autoadesivo	3200650	Pasta base: Uretanodimetacrilato, caforoquinona, fluoraminosilicato e outros. Pasta catalisadora: GPDM, Bis-GMA co-monomeros (mono-, di- e tri-funcional monômeros metacrilato), elementos de ativação redox.	Kerr, Orange, CA, EUA
Set	Cimento resinoso auto-condicionante e autoadesivo	S0907083	Monômero ácido, canforoquinona, vidro de fluorossilicato, uretano dimetacrilato.	SDI, Bayswater, Victoria, Austrália
Adper Single Bond 2	Sistema adesivo	9YXBR	Etanol, Bis-GMA, silano tratado com partículas de sílica, 2-hidroxietilmetacrilato, glicerol 1, 3 dimetacrilato, copolímero do ácido acrílico e ácido itacônico e diuretano dimetacrilato.	3M/ESPE, St. Paul, MN, EUA
Amelogen Plus TG	Resina composta	01600	Bis-GMA, partículas de tamanho médio de 0,7µm, 76% do peso e 61% do volume em carga.	Ultradent, South Jordan, UT, EUA
Acid Gel	Condicionador ácido fosfórico 37%	280	Ácido Fosfórico, clorexidina, espessante, água, corante.	DentalVille do Brasil Ltda., Joinville, SC, BR
Vidrion	Ácido poliacrílico	0050808	Ácido poliacrílico 11,5%	SS White, Rio de Janeiro, RJ, BR

## 4.2 MÉTODO

### 4.2.1 Obtenção do dentes

Para o presente estudo foram utilizados 56 terceiros molares humanos hígidos inclusos, extraídos por razões terapêuticas, e obtidos no Banco de Dentes da Faculdade de Odontologia da PUCRS. Os dentes foram limpos com curetas periodontais, desinfetados em cloramina a 0,5% por 24 horas e então armazenados em água destilada à 4°C por um período de, no máximo, 6 meses, sendo a água trocada semanalmente.

### 4.2.2 Procedimento de cimentação sobre a dentina

Os dentes foram incluídos em resina acrílica quimicamente ativada Jet (Clássico, São Paulo, SP, Brasil) com auxílio de uma matriz cilíndrica de tal forma que a coroa do dente ficou exposta e a superfície oclusal paralela à base da resina acrílica. A superfície oclusal de esmalte foi removida com disco diamantado de dupla face (Extec, Londres, Inglaterra) montado em uma máquina de corte (Labcut 1010 – Extec, Londres, Inglaterra), sob refrigeração à água, expondo uma superfície plana de dentina oclusal. Após, as áreas de dentina foram regularizadas em uma polítriz (Panambra, São Paulo, SP, Brasil) com lixas de carbetto de silício de granulação 400 e 600 (Figura 1).



Figura 1: Superfície plana em dentina.

Os dentes foram divididos aleatoriamente em sete grupos. Em cada grupo foram utilizados seis dentes para a metodologia de microtração, e dois dentes para a metodologia de análise das interfaces de união.

Grupo 1– Cimento resinoso RelyX ARC: foi realizado condicionamento da superfície dentinária com ácido fosfórico 37% por 15 segundos, seguido de lavagem com *spray* de água por 30 segundos e remoção do excesso de água com bolinha de algodão esterilizada. Foram aplicadas duas camadas consecutivas do adesivo Adper Single Bond 2, seguido de leve jato de ar por 5 segundos e fotoativação por 20 segundos com o aparelho XL 3000 (3M/ESPE, Saint Louis, MN, EUA). Comprimentos iguais da pasta base e pasta catalisadora do cimento resinoso RelyX ARC foram misturados pelo tempo de 15 segundos e aplicados sobre a dentina em uma espessura de aproximadamente 1 mm. Para cada dente foi confeccionado um bloco de resina composta Amelogen Plus TG empregando uma matriz de silicone com 5 mm de espessura e 10 mm de diâmetro. A superfície do bloco de resina composta foi jateada com partículas de óxido de alumínio de 50  $\mu\text{m}$  pelo tempo de 5 segundos, sendo o mesmo posicionado sobre o cimento com carga de 1Kg, pelo tempo de 2 minutos, empregando um dispositivo específico para este fim (Figura 2a e 2b). Excessos do cimento foram removidos, seguido de fotoativação por 40 segundos em cada face. A intensidade de luz do aparelho fotopolimerizador foi monitorada com radiômetro (modelo 100, Demetron Inc, Saint Louis, MN, EUA), permanecendo na intensidade de 450 a 500  $\text{mW}/\text{cm}^2$ .

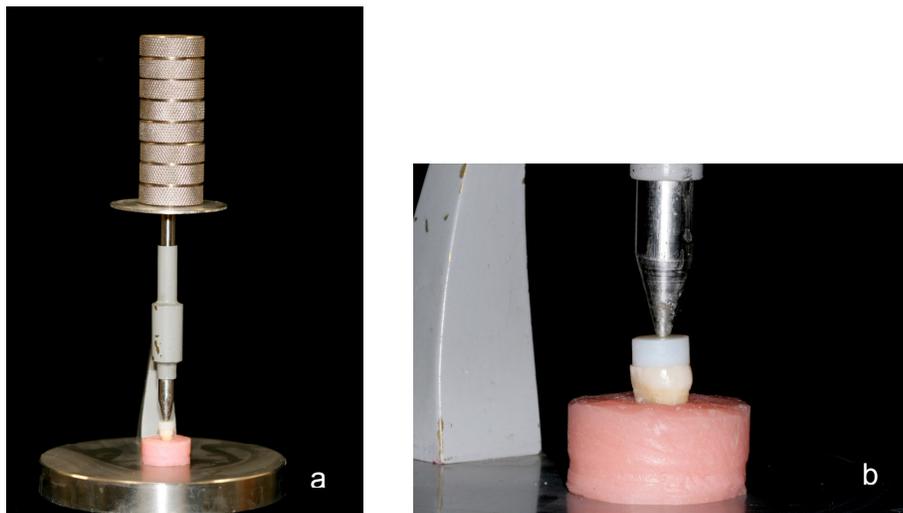


Figura 2: a) Procedimento de cimentação do bloco de resina composta com o dispositivo específico para este procedimento; b) Vista aproximada da cimentação do bloco de resina composta.

Grupo 2 – Cimento resinoso autoadesivo RelyX Unicem (Clicker): comprimentos iguais da pasta base e pasta catalisadora do cimento resinoso RelyX Unicem foram misturados pelo tempo de 15 segundos e aplicados sobre a dentina em uma espessura de aproximadamente 1 mm. O bloco de resina composta foi aplicado como descrito para o grupo 1.

Grupo 3 – Cimento resinoso autoadesivo Maxcem Elite: comprimentos iguais da pasta base e pasta catalisadora do cimento resinoso Maxcem Elite foram misturados pelo tempo de 15 segundos e aplicados sobre a dentina em uma espessura de aproximadamente 1 mm. O bloco de resina composta foi aplicado como descrito para o grupo 1.

Grupo 4- Cimento resinoso autoadesivo Set: a cápsula do cimento foi ativada e seu conteúdo misturado em oscilador de alta frequência por 10 segundos. O material foi extruído da cápsula por meio de dispositivo próprio e aplicado sobre a dentina em uma espessura de aproximadamente 1 mm. O bloco de resina composta foi aplicado como descrito para o grupo 1.

Grupo 5 – ácido poliacrílico e cimento resinoso autoadesivo RelyX Unicem: o ácido poliacrílico a 11,5% foi aplicado sobre a dentina com bolinha de algodão por 15 segundos, seguido de lavagem com água. O excesso de umidade foi removido com bolinhas de algodão, seguido da aplicação do cimento resinoso como descrito para o grupo 2.

Grupo 6 – ácido poliacrílico e cimento resinoso autoadesivo Maxcem Elite: o ácido poliacrílico a 11,5% foi aplicado sobre a dentina como descrito para o grupo 5, seguido da aplicação do cimento resinoso como descrito para o grupo 3.

Grupo 7 – ácido poliacrílico e cimento resinoso autoadesivo Set: o ácido poliacrílico a 11,5% foi aplicado como descrito para o grupo 5, seguido da aplicação do cimento resinoso como descrito para o grupo 4.

Os conjuntos dente/bloco de resina composta foram armazenados em água destilada por 24 horas a 37°C em estufa de cultura (FANEM Ltda, São Paulo, SP, Brasil). Passado esse período, seis conjuntos foram designados para a metodologia de microtração, e dois para a metodologia de microscopia eletrônica de varredura.

### 4.2.3 Metodologia de microtração

Os conjuntos dente/bloco foram seccionados paralelamente ao longo eixo do dente nos eixos x e y, em uma máquina de corte Labcut 1010 (Extec Corp., Londres, Inglaterra) com um disco diamantado de dupla face em uma velocidade de 500 rpm sob refrigeração com água. Dessa forma foram obtidos corpos de prova em forma de palitos com aproximadamente  $0,80 \text{ mm}^2$ , onde a metade superior era constituída de resina composta e, a inferior, de dentina. Foram utilizados os quatro palitos da região central de cada dente, totalizando 24 corpos de prova por grupo. Esses palitos foram examinados em microscópio óptico com aumento de 25 vezes para análise da área adesiva, sendo descartados os que apresentassem defeitos como bolhas, falhas no processo adesivo, falta de material ou área irregular.

A área adesiva foi mensurada em  $\text{mm}^2$  com um paquímetro digital Mitutoyo (Mitutoyo Sul Americana Ltda, Suzano, SP, Brasil), com erro declarado máximo de 0,01mm, sendo então submetidos ao ensaio de microtração.

Os corpos de prova foram fixados individualmente ao dispositivo de microtração com adesivo à base de cianocrilato (Superbond Gel – Loctite, São Paulo, SP, Brasil) associado a um acelerador (Zip Kicker, Pacer, Rancho Cucamonga, CA, EUA) pelas suas extremidades, de forma a posicionar a área adesiva perpendicularmente ao longo eixo da força de tração (Figura 3). O teste foi realizado na máquina de ensaio universal EMIC DL-2000 (São José dos Pinhais, PR, Brasil), operada por computador através do software MTest a uma velocidade de 0,5 mm/minuto e com célula de carga de 50N até ocorrer a fratura. O valor de força máxima (N) foi dividido pela área ( $\text{mm}^2$ ), obtendo-se os valores de resistência de união em MPa.



Figura 3: Corpo de prova posicionado na matriz de microtração.

#### **4.2.4 Metodologia de análise das falhas**

Após o teste de microtração, a porção correspondente à dentina foi visualizada em microscópio eletrônico de varredura (MEV) Phillips XL30 (Phillips Electronic Instruments Inc., Mahwah, NJ, EUA) para determinar o tipo de falha ocorrido. Para isso, a extremidade de 10 corpos de prova de cada grupo, escolhidos aleatoriamente, foi fixada lado a lado em *stubs* com a interface de fratura voltada para cima, metalizada com ouro (Bal-Tec, Balzers, Liechtenstein) para observação em MEV com aumento que variou de 160 a 270 vezes. Os padrões de falha foram classificados em quatro tipos: adesiva, coesiva em cimento resinoso, coesiva em dentina e mista.

#### **4.2.5 Metodologia de análise das interfaces de união**

Dois conjuntos dente/bloco de resina composta de cada grupo foram seccionados no sentido méso-distal no longo eixo em máquina de corte Labcut 1010 (Extec Corp., Londres, Inglaterra) com um disco diamantado de dupla face. Dessa forma foram obtidas duas porções de cada dente.

As superfícies da interface de união de todas as secções foram polidas com lixas de carbo de silício de granulação decrescente (400, 600, 1.200), seguido de polimento em discos de feltro e pastas diamantadas (Metadi II –

Buehler, Lake Bluff, IL, EUA) com 6, 3, 1 e  $\frac{1}{4}$   $\mu\text{m}$  de granulação, respectivamente. Entre cada granulação da pasta diamantada, as secções foram submetidas à limpeza com água destilada em ultrassom durante 5 minutos. Após o polimento com a pasta de menor granulação, foi realizada limpeza final das secções com água destilada em ultrassom durante 20 minutos. Posteriormente as secções foram desmineralizadas com ácido clorídrico (HCl) a 6N por 30 segundos, lavadas em água corrente, e desproteinizadas em hipoclorito de sódio (NaOCl) a 1% por 10 minutos, seguido de lavagem com água destilada. As secções foram secas em temperatura ambiente por 24 horas. Passado este período, as interfaces de união foram moldadas com silicone por adição de consistência fluida Express (3M/ESPE, Saint Louis, MN, EUA), seguido de vazamento dos moldes de silicone com resina Epóxi Embed 812-Kit (Electron Microscopy Sciences-EMS, Hatfield, PA, EUA) para obtenção de réplicas da interface de união. As réplicas foram dispostas individualmente em *stubs*, cobertas com fina camada de liga de ouro e levados para observação em MEV em aumento de 4.000 vezes.

Foram selecionadas imagens representativas de cada grupo, sendo realizada uma análise descritiva das interfaces.

### **4.3 ANÁLISE ESTATÍSTICA**

Os resultados obtidos no teste de microtração foram submetidos à análise de variância (ANOVA) seguido do teste de Tukey com nível de significância de 5%.

## 5 RESULTADOS

De acordo com Análise de Variância, houve diferença estatística entre os grupos ( $p < 0,0001$ ). Segundo Tukey, a média de resistência de união à microtração do RelyX ARC (24,19 MPa) e do RelyX Unicem associado ao ácido poliacrílico (23,12 MPa) não diferiram estatisticamente entre si e foram estatisticamente superiores aos outros grupos ( $p < 0,05$ ). A média de resistência de união à microtração do Maxcem Elite associado ao ácido poliacrílico (13,09 MPa) foi estatisticamente superior ao Maxcem Elite sem aplicação do ácido poliacrílico (8,14 MPa). O RelyX Unicem sem ácido poliacrílico (10,23 MPa) não diferiu estatisticamente do Maxcem Elite sem e com ácido poliacrílico (Tabela 1). Nos grupos do cimento resinoso autoadesivo Set, com e sem ácido poliacrílico, não foi possível obter os valores de resistência de união à microtração, pois todos os corpos de prova foram perdidos durante a etapa de corte na máquina. Desta forma, estes grupos não foram incluídos na análise estatística e na análise das falhas.

Tabela 1– Médias de resistência de união à microtração (MPa), desvio-padrão e coeficiente de variação (%) dos grupos experimentais (MPa).

Grupo	n	Média (MPa)	Desvio-padrão	Coeficiente de Variação (%)
RelyX ARC (Controle)	24	24,19 <sup>a</sup>	6,90	25,13
Ácido poliacrílico + RelyX Unicem	24	23,12 <sup>a</sup>	6,18	22,64
Ácido poliacrílico + Maxcem Elite	24	13,09 <sup>b</sup>	5,87	22,99
RelyX Unicem	24	10,23 <sup>b,c</sup>	2,88	9,96
Maxcem Elite	24	8,14 <sup>c</sup>	4,63	14,42

Médias seguidas de mesma letra não apresentam diferença estatística significativa entre si pelo teste de Tukey ao nível de significância de 5%.

A maioria das falhas foram do tipo mista para o cimento resinoso convencional RelyX ARC (Figura 4). Para os cimentos resinosos autoadesivos RelyX Unicem sem ácido poliacrílico (Figura 5) e Maxcem Elite sem ácido

poliacrílico(Figura 6), houve a ocorrência de falhas adesivas, sendo que a maioria foi falha mista. O RelyX Unicem com ácido poliacrílico (Figura 7) e o Maxcem Elite com ácido poliacrílico (Figura 8) tiveram 100% de falhas mistas (Tabela 2).

Tabela 2: Análise dos tipos de falha ocorridos nos grupos experimentais.

Tipo de falhas	Adesiva	Coesiva em cimento resinoso	Coesiva em dentina	Mista (adesiva, coesiva no adesivo e no cimento resinoso)	Mista (adesiva e coesiva em cimento resinoso)
RelyX ARC		1		9	
RelyX Unicem	4				6
Ácido poliacrílico + RelyX Unicem					10
Maxcem Elite	4				6
Ácido poliacrílico + Maxcem Elite					10

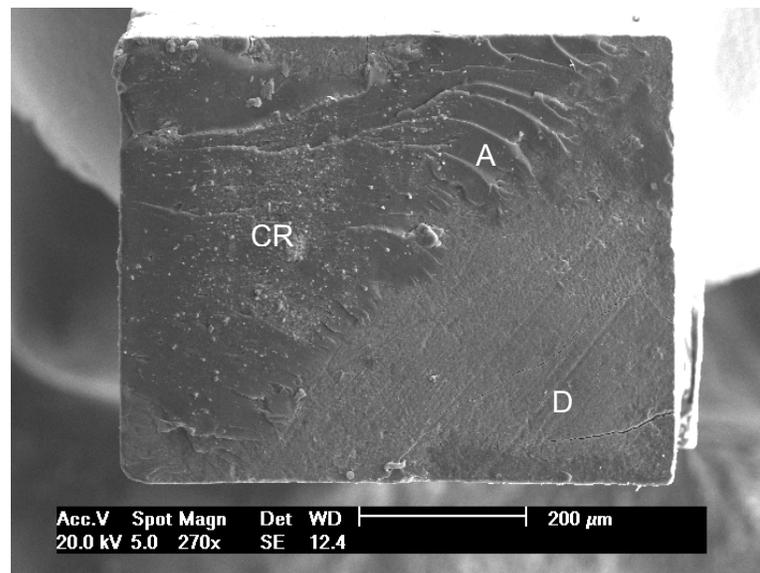


Figura 4:Fotomicrografia do corpo de prova do RelyX ARC evidenciando falha mista: CR – cimento resinoso; A – adesivo; D - dentina.

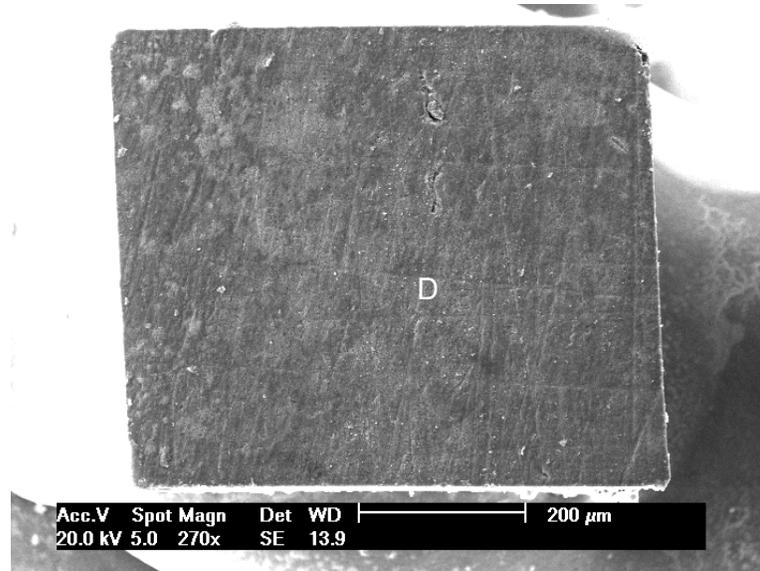


Figura 5: Fotomicrografia do corpo de prova do RelyX Unicem sem ácido poliacrílico evidenciando falha adesiva: D – dentina.

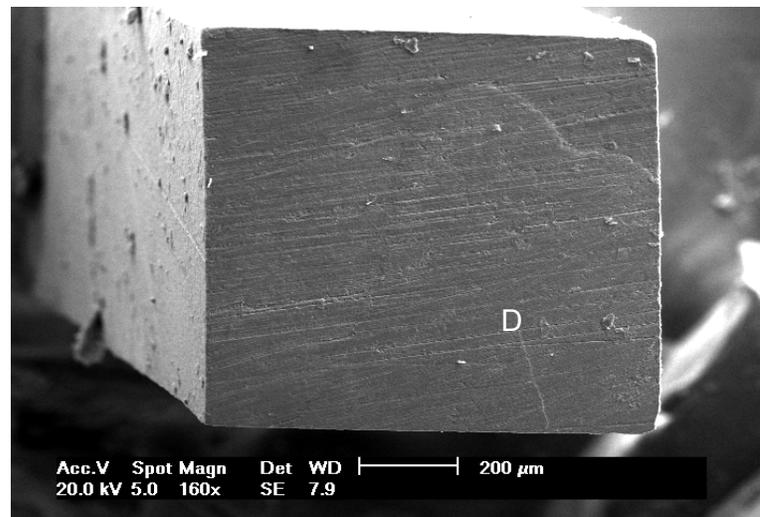


Figura 6: Fotomicrografia do corpo de prova do Maxcem Elite sem ácido poliacrílico evidenciando falha adesiva: D – dentina.

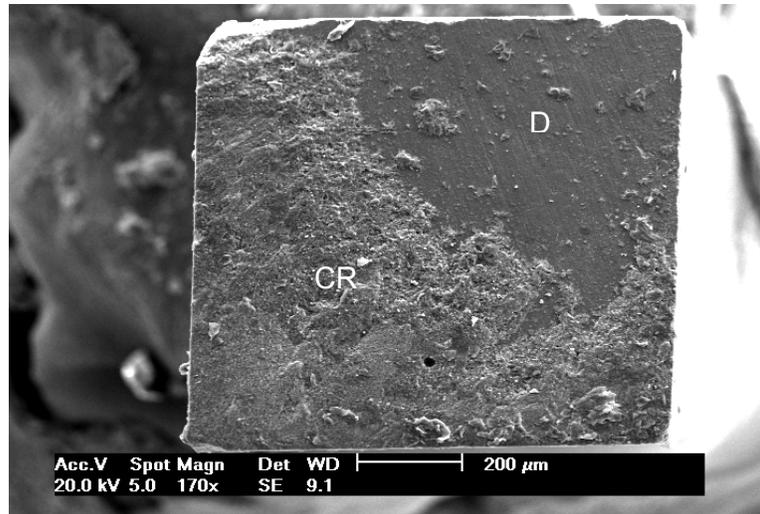


Figura 7: Fotomicrografia do corpo de prova do RelyX Unicem associado ao ácido poliacrílico evidenciando falha mista: CR – cimento resinoso; D – dentina.

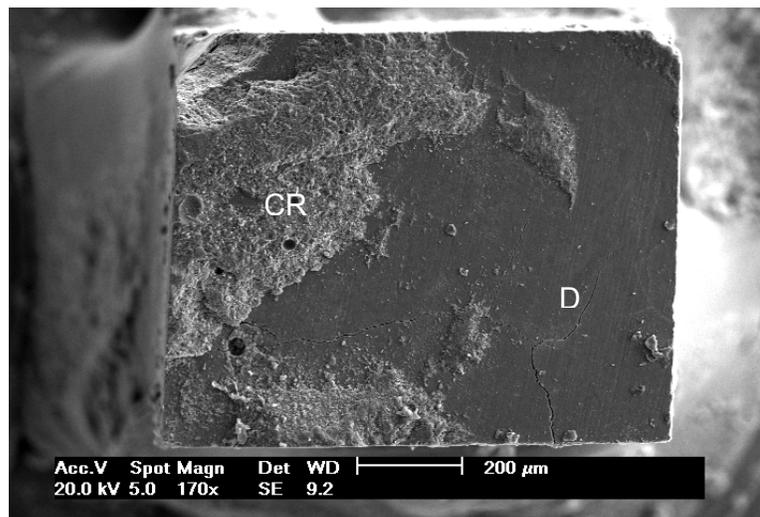


Figura 8: Fotomicrografia do corpo de prova do Maxcem Elite associado ao ácido poliacrílico evidenciando falha mista: CR – cimento resinoso; D – dentina.

Em relação à análise das interfaces de união em MEV, houve formação de nítida camada híbrida e de vários *tags* de resina para o RelyX ARC (Figura 9). Para o RelyX Unicem sem ácido poliacrílico não houve formação de camada híbrida, mas poucos e curtos *tags* de resina foram observados (Figura

10). No RelyX Unicem com ácido poliacrílico, também não houve formação de camada híbrida, mas um maior número de *tags* de resina foram observados (Figura 11). Para o Maxcem Elite sem ácido poliacrílico não houve formação de camada híbrida e nem de *tags* de resina (Figura 12). No Maxcem Elite associado ao ácido poliacrílico observou-se apenas a formação de poucos e curtos *tags* de resina (Figura 13). Para o cimento resinoso autoadesivo Set, com e sem ácido poliacrílico, não houve formação de camada híbrida nem *tags* de resina (Figura 14 e 15).

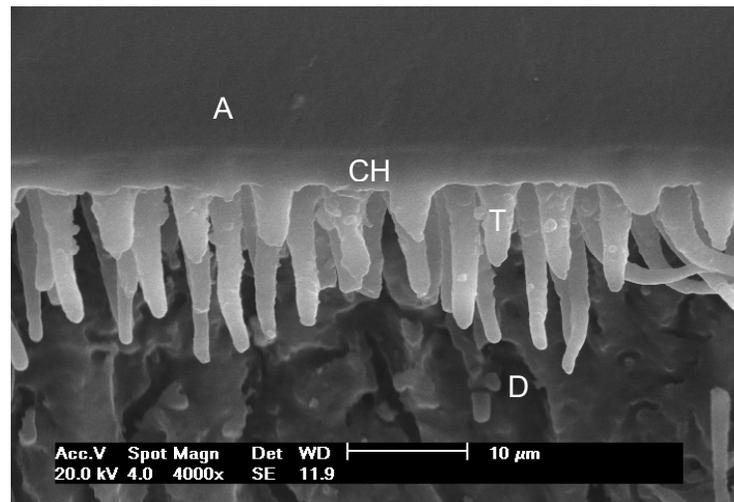


Figura 9: Fotomicrografia da interface de união do RelyX ARC com a dentina: A – adesivo; CH – camada híbrida; T – *tag* de resina; D – dentina.

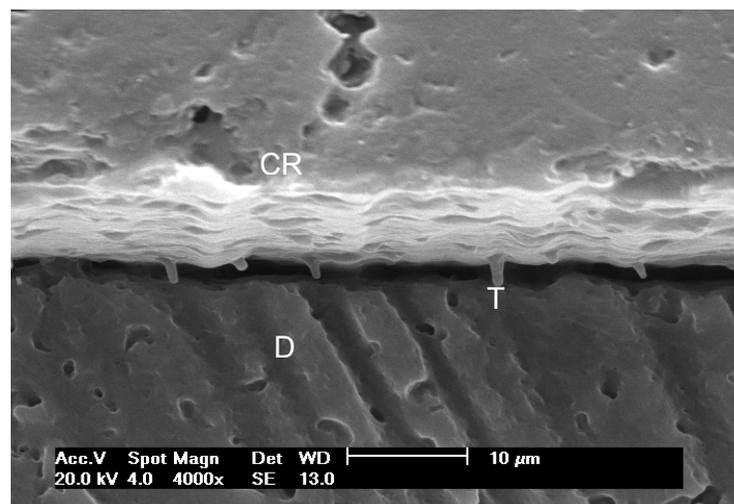


Figura 10: Fotomicrografia da interface de união do RelyX Unicem sem ácido poliacrílico: CR – cimento resinoso; T – *tag* de resina; D – dentina.

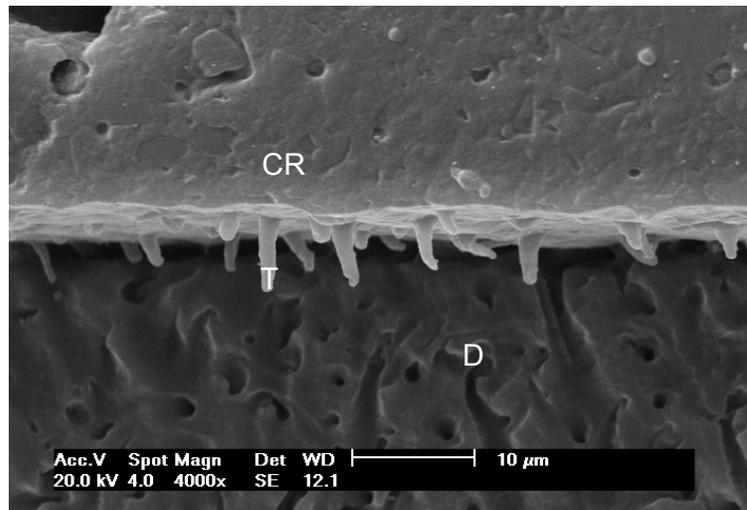


Figura 11: Fotomicrografia da interface de união do RelyX Unicem associado ao ácido poliacrílico: CR – cimento resinoso; T – tag de resina; D – dentina.

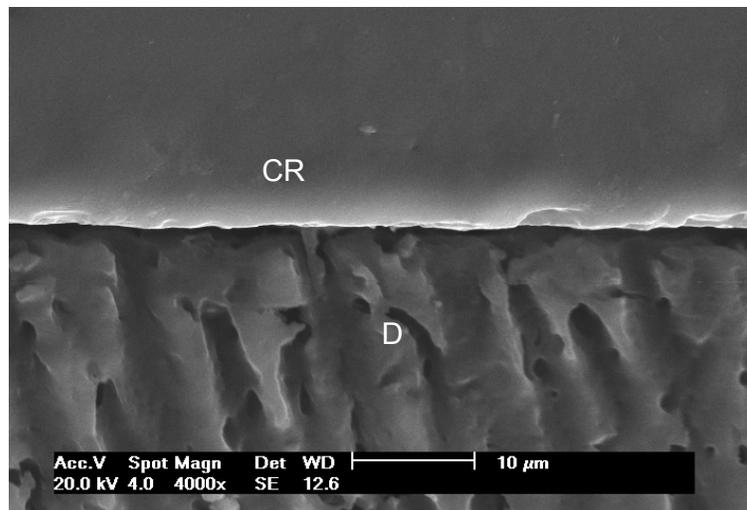


Figura 12: Fotomicrografia da interface de união do Maxcem Elite sem ácido poliacrílico: CR – cimento resinoso; D – dentina.

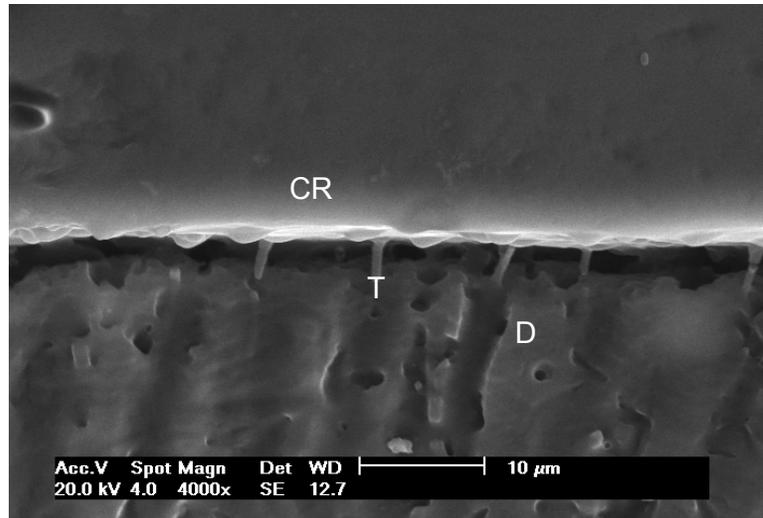


Figura 13: Fotomicrografia da interface de união do Maxcem Elite associado ao ácido poliacrílico: CR – cimento resinoso. T – tag de resina; D – dentina.

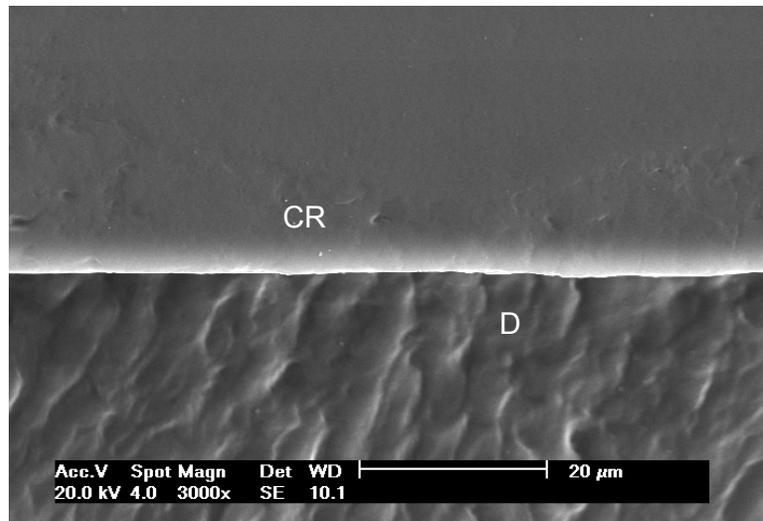


Figura 14: Fotomicrografia da interface de união do Set sem ácido poliacrílico: CR – cimento resinoso; D – dentina.

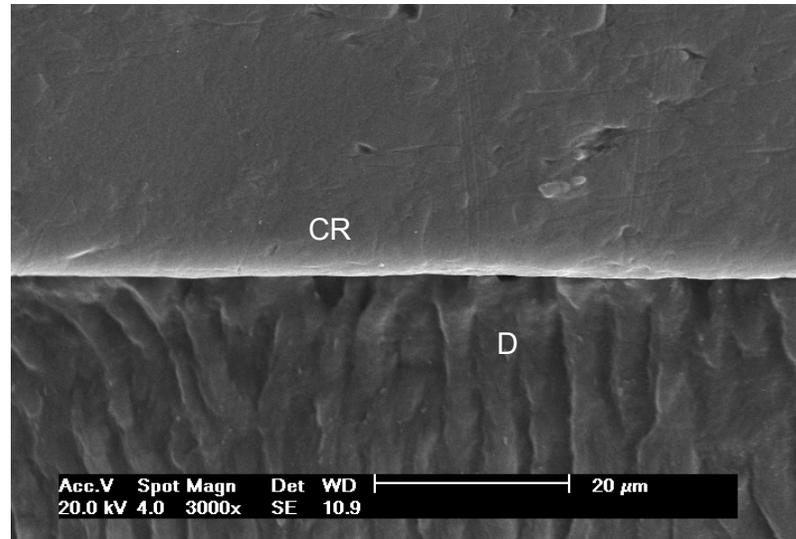


Figura 15: Fotomicrografia da interface de união do Set associado ao ácido poliacrílico: CR – cimento resinoso; D - dentina

## 6 DISCUSSÃO

No presente estudo, o cimento resinoso RelyX ARC serviu como grupo controle, pois o mesmo é um cimento resinoso convencional em que se utiliza a aplicação de um sistema adesivo previamente ao cimento resinoso. Este material forneceu resistência de união estatisticamente superior aos cimentos resinosos autoadesivos RelyX Unicem e Maxcem Elite quando empregados de acordo com as instruções do fabricante, ou seja, sem o condicionamento prévio com ácido poliacrílico. Possivelmente, este alto valor de resistência de união esteja relacionado com a aplicação do ácido fosfórico a 37%, que resulta na remoção total da *smear layer*, desmineralização da dentina superficial, exposição das fibras colágenas e impregnação de monômeros resinosos, formando a camada híbrida (NAKABAYASHI; KOJIMA; MASUHARA, 1982) e, desta forma, obtendo retenção micromecânica. A imagem em microscopia eletrônica de varredura (MEV) evidencia a formação da camada híbrida e de vários longos *tags* de resina.

Sem aplicação prévia do ácido poliacrílico, o cimento resinoso autoadesivo RelyX Unicem (10,23 MPa) teve resistência de união superior ao cimento resinoso autoadesivo Maxcem Elite (8,14 MPa), porém sem diferença estatística. Além disso, ambos os materiais também tiveram um comportamento semelhante em relação ao padrão de falhas, sendo a maioria do tipo mista. Já o cimento resinoso Set não pode ser avaliado, pois todos os corpos-de-prova foram perdidos durante o corte, evidenciando uma menor interação deste cimento resinoso com o substrato dentinário em relação aos outros materiais. Portanto, nenhum dos cimentos resinosos autoadesivos, quando aplicados de acordo com as recomendações do fabricante, obteve resistência de união comparável ao RelyX ARC.

As imagens em MEV da interface de união evidenciam que estes cimentos resinosos autoadesivos não causam desmineralização da dentina superficial e formação da camada híbrida. Estudos avaliando microscopicamente a interface de união do RelyX Unicem encapsulado, também não observaram a formação de camada híbrida ou *tags* de resina (DE MUNCK *et al.*, 2004; YANG *et al.*, 2006; AL-ASSAF *et al.*, 2007). No entanto, no

presente estudo, pode-se observar alguns *tags* de resina para o RelyX Unicem Clicker sem aplicação do ácido poliacrílico, sendo que o mesmo não foi observado para o Maxcem Elite e Set. Esta diferença de achado nas imagens de MEV entre os estudos pode estar relacionada com a menor viscosidade do RelyX Unicem Clicker em relação ao RelyX Unicem encapsulado, associado à pressão de cimentação utilizada no presente estudo, que pode ter favorecido uma pequena infiltração do material nos túbulos dentinários.

Em geral, os cimentos resinosos autoadesivos têm limitada capacidade de descalcificar as estruturas duras e baixa capacidade de infiltrar dentro da *smear layer*, sendo que existem algumas hipóteses para estes achados: (1) o pH desses cimentos, aproximadamente 2,1 (MONTICELLI *et al.*, 2008), não é suficientemente baixo, (2) alta viscosidade do cimento (DE MUNCK *et al.*, 2004), (3) um efeito de neutralização pode ocorrer durante a mistura devido à reação química que libera água ou partículas alcalinas que podem aumentar o pH (MONTICELLI *et al.*, 2008).

Estudos confirmaram a baixa resistência de união do RelyX Unicem ao esmalte. Porém, na dentina, este material possui melhores resultados (ABO-HAMAR *et al.* 2005; HIKITA *et al.*, 2007). Uma alternativa encontrada para aumentar a resistência de união do RelyX Unicem foi a aplicação de condicionamento com ácido fosfórico no esmalte (DE MUNK *et al.*, 2004; HIKITA *et al.*, 2007; DUARTE *et al.*, 2008). Porém, quando realizado o condicionamento com ácido fosfórico em dentina, ocorreu uma diminuição dos valores de resistência de união (DE MUNCK *et al.*, 2004; HIKITA *et al.*, 2007). Escríbano e Macorra (2006) relataram diferenças estatísticas nas médias de resistência de união quando compararam o cimento Panavia F e Multilink com o RelyX Unicem, tendo como conclusão que as menores médias de resistência de união apresentadas pelo RelyX Unicem poderiam estar relacionadas à falta do condicionamento ácido das estruturas remanescentes.

O presente estudo verificou o efeito da aplicação do ácido poliacrílico a 11,5% sobre a dentina previamente à aplicação dos cimentos resinosos autoadesivos. Esse ácido tem sido usado em associação com os cimentos de ionômero de vidro visando maior interação do cimento com o substrato dentário (INOUE *et al.*, 2001; INOUE *et al.*, 2004). O ácido poliacrílico, quando aplicado pelo tempo de 10 segundos, tem a capacidade de remover a *smear layer* sem

haver uma desobstrução dos túbulos dentinários. Portanto, esse tipo de condicionamento é mais brando do que aquele realizado com o ácido fosfórico (ARAÚJO *et al.*, 1998). O uso de condicionamento da dentina com ácidos mais fracos também foi utilizado por outros autores (MAZZITELLI *et al.*, 2010; PAVAN *et al.*, 2010) a fim de realizar uma limpeza pela remoção da *smear layer* sem demineralizar excessivamente a superfície dentinária.

Para o RelyX Unicem e Maxcem Elite, a aplicação prévia do ácido poliacrílico foi benéfica, pois os valores de resistência de união aumentaram. Desta forma, a hipótese nula do trabalho foi rejeitada. Possível explicação para este achado é que, sem aplicação do ácido poliacrílico, a interação destes cimentos ocorre basicamente com a *smear layer*, a qual apresenta uma baixa resistência coesiva (GWINNETT, 1993). Ao remover a *smear layer*, o material interage diretamente com a superfície da dentina. Os tipos de falhas obtidos corroboram com os achados de resistência de união, pois todas as falhas foram do tipo mista quando aplicado o ácido poliacrílico, evidenciando maior interação do cimento resinoso com a dentina.

Para o RelyX Unicem, a aplicação prévia do ácido poliacrílico aumentou consideravelmente a resistência de união à dentina (23,12 MPa), de forma a não ter diferença estatística com o RelyX ARC (24,19 MPa). O mecanismo de união do RelyX Unicem com a dentina parece ser mais químico que micromecânico (DUARTE *et al.*, 2008), sendo esta união estabelecida pelo monômero ácido éster fosfórico metacrilato que é ionizado no momento da mistura e que reage com a hidroxiapatita dos tecidos minerais do dente (GERTH *et al.*, 2006; 3M/ESPE, 2008). Isto poderia explicar sua união à dentina e o maior valor numérico de resistência de união em comparação ao Maxcem Elite.

De acordo com informações do fabricante, o Maxcem Elite também contém monômero ácido em sua composição, que é o éster fosfórico glicerol dimetacrilato (GPDM), sendo responsável, em parte, pelo efeito de condicionamento e de adesão à estrutura dentária (Kerr, Sybron Dental, 2007). Portanto, ao ser removida a *smear layer* com o ácido poliacrílico, este material interagiu diretamente com a dentina, favorecendo maiores valores de resistência de união.

Os resultados obtidos para o RelyX Unicem no presente estudo corrobora com Pavan *et al.* (2010), que também verificaram melhora significativa na resistência de união deste cimento resinoso ao realizar condicionamento prévio com ácido poliacrílico. Já para o Maxcem Elite, estes autores verificaram que a associação do ácido poliacrílico não aumentou de forma significativa a resistência de união. De forma diferente, Mazzitelli *et al.* (2010) não encontraram diferença na resistência de união ao utilizar o ácido poliacrílico associada ao RelyX Unicem, e este achado pode estar relacionado com o fato de ter sido simulada a pressão pulpar.

As imagens em MEV do cimento resinoso RelyX Unicem mostram mais *tags* de resina quando o ácido poliacrílico foi aplicado. O mesmo foi observado para o Maxcem Elite. Este achado evidencia que a *smear layer*, independente da sua espessura, pode ser considerada como uma barreira que os materiais precisam atravessar para chegar efetivamente na dentina mineralizada subjacente. No momento que a *smear layer* foi removida pela ação do ácido poliacrílico, o material teve contato direto com a dentina mineralizada, permitindo até mesmo sua penetração nos túbulos dentinários. Mazzitelli *et al.* (2010) verificaram remoção da *smear layer*, abertura de túbulos dentinários e presença de alguns *tags* após associar ácido poliacrílico ao RelyX Unicem.

Vários fatores podem influenciar a capacidade de união e adesão dos cimentos resinosos à dentina, como a composição química, a viscosidade e o próprio pH. O Maxcem Elite tende a manter seu pH baixo (2,2), enquanto o RelyX Unicem tem elevação de seu pH após 48 horas (2,8 para 7,0). Embora o baixo pH seja necessário para adequado condicionamento da dentina, especula-se que, se o pH for mantido por muito tempo, como no caso do Maxcem Elite, poderia haver efeito adverso na união entre o cimento e a estrutura dentária (HAN *et al.*, 2007). Portanto, esta característica do pH do Maxcem Elite pode ser um dos fatores que faz com que este material tenha tido resistência de união inferior ao RelyX Unicem, principalmente quando associado ao ácido poliacrílico.

O cimento resinoso autoadesivo Set apresenta um monômero ácido em sua composição, que é o responsável pelo condicionamento da superfície dentária. No entanto, não se sabe, especificamente, qual tipo de monômero ácido é utilizado e nem se o mesmo tem interação química com o dente. A

união/adesão do Set não resistiu à metodologia de corte para obtenção dos corpos de prova (palitos), não sendo encontrados estudos avaliando este material. Desta forma, não foi possível verificar se o ácido poliacrílico influencia na resistência do Set. Possivelmente seja necessário empregar a metodologia tradicional de resistência de união, em que áreas maiores são utilizadas, não havendo necessidade de submeter o material às tensões da máquina de corte. No entanto, o simples fato deste cimento resinoso não ter resistido ao procedimento de corte, evidencia que este material apresenta menor interação com a dentina em comparação ao RelyX Unicem e Maxcem Elite. Em relação às imagens em MEV, o emprego do ácido poliacrílico não alterou o padrão morfológico da interface de união, não sendo observado nenhum *tag* de resina, diferente do que aconteceu com o RelyX Unicem e o Maxcem Elite. Outra evidência de menor interação do Set com a dentina foi a perda de uma amostra não condicionada com ácido poliacrílico no momento de seccionar o dente para obter as duas hemifaces na metodologia de análise das interfaces, enquanto não se verificou perda nas amostras para os outros cimentos resinosos. Observou-se que esse cimento apresenta uma alta viscosidade e, segundo De Munck *et al.* (2004), a alta viscosidade do material pode dificultar o adequado umedecimento e contato do material com a dentina, mesmo que ela esteja tratada de forma adequada para receber estes materiais.

Os cimentos resinosos autoadesivos são indicados para a fixação de *inlays*, *onlays*, *overlays*, coroas totais e pinos intrarradiculares. Frente a estas indicações e aos resultados do presente estudo, seria oportuno ter cautela na utilização e indicação destes materiais. No caso de cimentação de restaurações, duas situações distintas podem ser identificadas: os preparos em que os princípios de retenção e estabilidade mecânica são preservados, podendo ser utilizados os cimentos convencionais, como o fosfato de zinco e o ionômero de vidro, e os preparos expulsivos, ou seja, com menor retenção friccional, em que a fixação da peça à estrutura dentária ocorre à custa da capacidade de união/adesão do material de cimentação ao dente, devendo ser usado, por exemplo, o RelyX ARC. Até o momento, a literatura não estipulou qual a resistência de união mínima que um material deve ter ao substrato dentário para garantir sucesso e longevidade no procedimento de cimentação. Além disto, a transferência dos resultados de estudos laboratoriais para a

clínica deve ser feita com cautela, uma vez que os estudos *in vitro* não conseguem reproduzir a real situação da cavidade oral. No entanto, de acordo com os resultados obtidos, pode-se sugerir que o Set não seja utilizado na cimentação de restaurações em que os preparos são muito expulsivos e sem retenção friccional, visto que o mesmo apresentou interação química e/ou física muito baixa com a dentina. Em contrapartida, o RelyX Unicem, associado ao ácido poliacrílico, poderia ser indicado no caso de preparos sem retenção friccional, visto que o valor de resistência de união foi próximo ao obtido pelo RelyX ARC. No entanto, estudos *in vivo* longitudinais são fundamentais para avaliação clínica destes materiais.

## 7 CONCLUSÕES

Por meio da metodologia empregada, pode-se concluir que:

- o tratamento da dentina com ácido poliacrílico a 11,5% aumentou os valores de resistência de união do RelyX Unicem e Maxcem Elite, de forma que o RelyX Unicem não diferiu estatisticamente do RelyX ARC;
- as falhas foram predominantemente mistas quando aplicado o ácido poliacrílico;
- o cimento resinoso Set não pode ser avaliado na metodologia de microtração, devido à menor interação deste material à dentina em relação aos outros cimentos resinosos;
- não houve formação de camada híbrida com os cimentos resinosos autoadesivos, independente da aplicação ou não do ácido poliacrílico;
- o tratamento da dentina com o ácido poliacrílico permitiu a formação de maior número de *tags* de resina para o RelyX Unicem e Maxcem Elite, não havendo alteração na interface de união para o Set.

## 8 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ABO-HAMAR, S.E. *et al.* Bond strength of a new universal self-adhesive resin luting cement to dentin and enamel. *Clin Oral Investig*, Berlin, v. 9, n. 3, p. 161-7, Sep 2005.

AL-ASSAF, K. *et al.* Interfacial characteristics of adhesive luting resins and composites with dentine. *Dent Mater*, Kidlington, v. 23, n. 7, p. 829-39, Jul 2007.

ANUSAVICE, K. *Materiais Dentários*. 10<sup>a</sup> ed. Guanabara-Koogan. Rio de Janeiro, 1996, p. 412.

ARAÚJO, M.A.J. *et al.* Avaliação qualitativa do efeito de agentes de limpeza na camada de lama dentinária: Estudo ultra-estrutural em microscopia eletrônica de varredura. *Rev Odontol. USP*. São Paulo, v. 12, n. 2, p. 99-104, Abr/Jun 1998.

CAMACHO, G.B.; GONÇALVES, M.; NONAKA, T. Fracture strength of restored premolars. *Am J Dent.*, San Antonio, v. 20, n. 2, p. 121-124, Apr. 2007.

CHAIYABUTR, Y.; KOIS, J.C. The effects of tooth preparation cleansing protocols on the bond strength of self-adhesive resin luting cement to contaminated dentin. *Oper Dent*, Seattle, [v. 33](#), n. 5, p. 556-63, Sep-Oct 2008.

DE MUNCK, J. *et al.* Bonding of auto-adhesive luting material to enamel and dentin. *Dent Mater*, Kidlington, v. 20, n. 10, p. 963-971, Dec. 2004.

DUARTE, S.Jr. *et al.* [Microtensile bond strengths and scanning electron microscopic evaluation of self-adhesive and self-etch resin cements to intact and etched enamel](#). *J Prosthet Dent*, St. Louis, v. 100, n. 3, p. 203-210, Sept. 2008.

ESCRIBANO N; MACORRA J.C. Microtensile bond strength of self-adhesive luting cements to ceramic. *J Adhes Dent*, New Malden, v. 8, n. 5, p. 337-41, Oct 2006.

FUSAYAMA, T. *et al.* Non-pressure adhesion of a new adhesive restorative resin. *J. Dent. Res*, Thousand Oaks, v. 58, n. 4, p. 1364-70, Apr 1979.

GERTH H.U.V. *et al.* Chemical analysis and bonding reaction of RelyX Unicem and Bifix composites--a comparative study. *Dent Mater*, Kidlington , v. 22, n. 10, p. 934-941, Oct. 2006.

GORACCI C. *et al.* Microtensile bond strenght and interfacial properties of self-etching and self-adhesive resin cements used to lute composite onlays under different seating forces. *J Adhes Dent*, New Malden, v. 8, n. 5, p. 327-335, Oct. 2006.

GWINNETT, A.J. Quantitative contribution of resin infiltration/hybridization to dentin bonding. *Am J Dent*, San Antonio, v.6, n.1, p.7-9, Feb., 1993.

HAN, L. *et al.* Evaluation of physical properties and surface degradation of self adhesive resin cements. *Dent Mater J*, Tokyo, v. 26, n. 6, p. 906-14, Nov 2007.

HIKITA, K. *et al.* Bonding effectiveness of adhesive luting agents to enamel and dentin. *Dent Mater*, Kidlington, v. 23, n. 1, p. 71-80, Jan 2007.

INOUE, S. *et al.* Effect of remaining dentin thickness and the use of conditioner on micro-tensile bond strength of glass-ionomer adhesive. *Dent Mater*, Kidlington, v. 17, n. 5, p. 445-55, Sep 2001.

INOUE S. *et al.* Effect of conditioner on bond strength of glass-ionomer adhesive to dentin/enamel with and without smear layer interposition. *Oper Dent*, Seattle, v. 29, n. 6, p. 685-92, Nov-Dec 2004.

LÜRS, A.K. *et al.* Shear bond strength of self-adhesive resins compared to resin cements with etch and rinse adhesives to enamel and dentin in vitro. [Clin Oral Investig](#), Berlin, v. 14, n. 2, p. 193-9, [Apr 2010](#).

MAZZITELLI, C. *et al.* Dentin treatment effects on the bonding performance of self-adhesive resin cements. *Eur J Oral Sci*, Copenhagen, v. 118, n. 1, p. 80-6, Feb 2010.

MONTICELLI, F. *et al.* Limited decalcification/diffusion of self-adhesive cements into dentin. *J Dent Res*, Thousand Oaks, v. 87, n. 10, p. 974-9, Oct 2008.

NAKABAYASHI, N.; KOJIMA, K.; MASUHARA, E. The promotion of adhesion by the infiltration of monomers into tooth substrates. *J Biomed Mater Res*, Hoboken, v. 16, n. 3, p. 265-73, May 1982.

PAVAN, S. *et al.* The effect of dentin pretreatment on the microtensile bond strength of self-adhesive resin cements. *J Prosthet Dent*, St. Louis, v. 104, n. 4, p. 258-64, Oct 2010.

SANTOS, M.J.; BEZERRA, R.B. Fracture resistance of maxillary premolars restored with direct and indirect adhesive techniques. *J Can Dent Assoc*, Ottawa, v. 71, n. 8, p. 585, Sept 2005.

SWIFT, E.J.Jr.; PERDIGÃO, J.; HEYMANN, H.O. Bonding to enamel and dentin: a brief history and state of the art, 1995. *Quintessence Int*, Berlin, v. 26, n. 2, p. 95-110, Feb 1995.

Technical data sheet (2008) Expertise; RelyX Unicem. 3M ESPE Dental Products, Seefeld, Germany; Retrieved online July 10, 2008 from: <http://multimedia.mmm.com/mws/mediawebsserver.dyn?666666Zjc61V6iFCOrrrrQ->

VAN MEERBEEK, B. *et al.* Morphological aspects of the resin-dentin interdiffusion zone with different dentin adhesive. *J Dent Res*, Thousand Oaks, v. 71, n. 8, p. 1530-40, Aug 1992.

YANG, B. *et al.* Micro-tensile bond strenght of three luting resins to human regional dentin. *Dent Mater*, Kidlington, v. 22, n. 1, p. 45-56, Jan 2006.

## **ANEXOS**



*Comissão Científica e de Ética  
Faculdade da Odontologia da PUCRS*

---

Porto Alegre 15 de abril de 2010

**O Projeto de: Dissertação**

**Protocolado sob n°:** 0072/09  
**Intitulado:** Influência do ácido poliacrílico na união de cimentos resinosos auto-adesivo à dentina: estudo da morfologia e da resistência de união  
**Pesquisador Responsável:** Profa. Dra. Ana Maria Spohr  
**Pesquisadores Associados:** Priscila Stona; João Batista Blessmann Weber  
**Nível:** Mestrado

Foi **aprovado** pela Comissão Científica e de Ética da Faculdade de Odontologia da PUCRS em 15 de abril de 2010.

*Este projeto deverá ser imediatamente encaminhado ao CEP/PUCRS*

**Profa. Dra. Ana Maria Spohr**  
Presidente da Comissão Científica e de Ética da  
Faculdade de Odontologia da PUCRS



Pontifícia Universidade Católica do Rio Grande do Sul  
PRÓ-REITORIA DE PESQUISA E PÓS-GRADUAÇÃO  
COMITÊ DE ÉTICA EM PESQUISA

OF.CEP-825/10

Porto Alegre, 23 de agosto de 2010.

Senhora Pesquisadora,

O Comitê de Ética em Pesquisa da PUCRS apreciou e aprovou seu protocolo de pesquisa registro CEP 10/05046 intitulado "**Influência do ácido poliacrílico na união de cimentos resinosos autoadesivos à dentina: estudo da morfologia e da resistência da união**".

Salientamos que seu estudo pode ser iniciado a partir desta data.

Os relatórios parciais e finais deverão ser encaminhados a este CEP.

Atenciosamente,

Prof. Dr. Rodolfo Herberto Schneider  
Coordenador do CEP-PUCRS

Ilma. Sra.  
Profa. Ana Maria Spohr  
FO  
Nesta Universidade

**PUCRS** | **Campus Central**  
Av. Ipiranga, 6690 - 3º andar - CEP: 90610-000  
Sala 314 - Fone Fax: (51) 3320-3345  
E-mail: [cep@pucrs.br](mailto:cep@pucrs.br)  
[www.pucrs.br/prppg/cep](http://www.pucrs.br/prppg/cep)

