

Influência da abertura repetida do frasco na resistência de união de adesivos de frasco único a base de etanol

Influence of repeated opening of bottle on the bond strength of ethanol-based one-step adhesives

Maria Cecília Gomes Beltrão*
Karina Becker Trápaga**
Fabiana O. Provenzi***
Ana Maria Spohr****

Resumo

O presente estudo avaliou a influência da abertura repetida do frasco de sistemas adesivos na resistência de união à dentina. Os produtos testados foram Excite (Ivoclar/Vivadent) (etanol) e Single Bond (3M/ESPE) (etanol e água). Foram utilizados noventa terceiros molares humanos extraídos. As raízes foram seccionadas e as coroas, incluídas em resina acrílica. Foram utilizados 15 dentes para cada grupo em cada período de teste: inicial, 60 e 120 dias. Para o teste de resistência de união, foram construídos na superfície dentinária cones de resina composta Tetric® Ceram (Ivoclar/Vivadent) e Z100 (3M/ESPE) sobre o adesivo da mesma marca comercial. Os corpos-de-prova foram colocados em estufa a 37 °C por 24 horas e então submetidos ao teste de tração em máquina de ensaio universal (EMIC DL – 2000) com velocidade de 0,5 mm/min. Os resultados (MPa) foram submetidos à análise de variância e ao teste de Tukey ($p = 0,01$). As médias dos valores obtidos nos períodos inicial, 60 e 120 dias, foram, respectivamente, 21,01 MPa, 23,13 MPa e 18,02 MPa, para o Excite, e 18,32 MPa, 22,99 MPa e 22,33 MPa, para o Single Bond. A média inicial para o Excite não diferiu significativamente

de daquelas obtidas em 60 e 120 dias. Para o Single Bond a média inicial diferiu significativamente daquela obtida no período de sessenta dias, contudo não apresentou diferença significativa para 120 dias. Conclui-se que, para os dois adesivos testados, a abertura repetida do frasco não influenciou na resistência de união à dentina quando comparado o período inicial com o período de 120 dias.

Palavras-chave: adesivos, dentina, resinas compostas, solvente, resistência à tração.

Introdução

Para a realização de um procedimento adesivo à estrutura dental necessita-se da observação rigorosa de uma seqüência de etapas clínicas. Com o objetivo de reduzir o número dos passos clínicos, como também a relação tempo/consumo, os adesivos de frasco único foram introduzidos no meio odontológico. Nesses materiais, o *primer* e a resina adesiva são acondicionados no mesmo frasco que a água ou os solventes orgânicos, como o etanol e a acetona. Alguns fabricantes também adicionam nessa composição micropartículas, buscando aumentar a resistência de união e as propriedades da película apenas com aplicação de uma única camada de sistema adesivo (GALLO et al., 2001).

Alguns trabalhos de pesquisa demonstram que os sistemas adesivos a base de acetona tendem a um desempenho melhor para a resistência de união à dentina. Atribui-se essa

* Mestre em Dentística pela FO/PUCRS; professora das disciplinas de Dentística e Clínica Integrada Infantil e Adolescente da FO/PUCRS.

** Cirurgiã-dentista pela FO/PUCRS; mestranda em Odontologia pela Faculdade de Odontologia São Leopoldo Mandic – Campinas/SP.

*** Cirurgiã-dentista pela FO/PUCRS.

**** Professora de Materiais Dentários da FO/PUCRS; mestre em Dentística Restauradora pela FO/PUCRS; Doutora em Materiais Dentários pela FOP/Unicamp.

Recebido: 12.01.2005 Aceito: 24.08.2005

qualidade à habilidade da acetona em “caçar” o excesso de água, bem como a sua capacidade de evaporação (KANKA III, 1992; JACOBSEN, SÖDERHOLM, 1995).

Com relação aos solventes água e etanol, os adesivos baseados em água são menos sensíveis às variações de umidade em relação à superfície dentinária do que os a base de etanol ou acetona (PERDIGÃO e FRANKENBERGER, 2001). O uso do etanol como solvente propicia um adesivo de estabilidade intermediária entre aqueles que contêm acetona ou água em sua composição (ABATE, RODRIGUES, MACCHI, 2000).

De acordo com Beltrão (1998), Perdigão (1999) e Abate, Rodrigues e Macchi (2000), a abertura diária dos frascos para a realização dos procedimentos adesivos causa a evaporação dos solventes orgânicos e reduz a resistência de união à dentina após manipulações sucessivas, em relação àquela obtida quando o frasco é aberto pela primeira vez.

Portanto, o objetivo deste trabalho foi avaliar a influência da abertura repetida do frasco na resistência de união à tração sobre a dentina de adesivos de frasco único contendo etanol associado ou não a presença de água num período de quatro meses.

Materiais e método

Foram avaliados dois sistemas adesivos universais de frasco único: Single Bond (3M/ESPE, St. Paul, MN, USA), que contém o solvente etanol associado a água, e Excite (Ivoclar/Vivadent, Liechtenstein), que contém somente o etanol. As resinas compostas utilizadas foram da mesma marca comercial dos adesivos, respectivamente, Z100 (3M/ESPE, Saint Paul, Minnesota, USA) e Tetric® Ceram (Vivadent/Ivoclar, Liechtenstein).

Utilizaram-se noventa dentes terceiros molares humanos retidos, extraídos nas disciplinas de Cirurgia III e IV da Faculdade de Odontologia da PUCRS, mediante a assinatura prévia pelo paciente de um termo de doação e após a liberação pelo Comitê de Ética em pesquisa dessa entidade. Imediatamente após a extração, os den-

tes foram mantidos em solução de cloramina a 0,5% para desinfecção. Após a limpeza, foram armazenados em água destilada sob refrigeração a 4 °C até o momento da confecção dos corpos-de-prova, o que não excedeu a três meses.

Os períodos de testes foram em número de três: período inicial, a partir da abertura das embalagens dos sistemas adesivos, pela primeira vez, período de 60 e período de 120 dias.

A distribuição de 15 dentes para cada sistema adesivo em cada período de teste foi aleatória. Entre um período e outro de teste, os frascos foram abertos diariamente durante cinco dias da semana, permanecendo assim durante cinco minutos. Esse procedimento buscava simular a manipulação clínica, correspondendo a cinco restaurações/dia, supondo-se despendido o tempo de um minuto entre abrir o frasco, pingar o adesivo no casulo, fazer o procedimento adesivo no dente preparado, fotopolimerizá-lo e fechar o frasco novamente. O tempo foi cronometrado, a temperatura ambiente, mantida entre 22 °C e 24 °C e os produtos, mantidos ao abrigo da luz, conforme as recomendações dos fabricantes.

As raízes dos dentes foram reduzidas em dois terços com broca tronco-cônica diamantada nº 4130 em alta rotação, sob refrigeração de água e ar. A abertura dos canais radiculares foi vedada com cimento de ionômero de vidro fotopolimerizável Vitrebond (3M/ESPE, St. Paul, MN, USA). Os dentes foram incluídos em resina acrílica com auxílio de uma matriz metálica bipartida, ficando a face vestibular exteriorizada. Esta foi cortada com a máquina de corte laboratorial Labcut 1010 (Extec Corp. Londres, Inglaterra) até ficar exposta a dentina, que, após, recebeu acabamento manual com lixas d'água de granulação 220, 400 e 600; então, a superfície dentinária era esfregada sobre as lixas num único sentido e por uma distância de 15 cm, por quatro vezes, realizando-se um quarto de volta cada vez.

Os sistemas adesivos foram aplicados na superfície dentinária seguindo as instruções de cada fabricante:

- Excite: gel de ácido fosfórico a 37% por 15s, remoção do gel com spray de água durante 15s, secagem do excesso de água com papel absorvente, pincelamento do adesivo com agitação por 10s, aplicação suave de jato de ar durante 1 a 3s a uma distância aproximada de 5,0 mm e fotopolimerização por 20s.
- Single Bond: gel de ácido fosfórico a 37% aplicado da mesma forma que o Excite, pincelamento de duas camadas consecutivas do adesivo, aplicação suave de jato de ar durante 2 a 5s, nova camada de adesivo, secagem suave com jato de ar e fotopolimerização por 20s.

A seguir, foram confeccionados cones de resina composta fotopolimerizável Tetric® Ceram e Z100, na cor A1, sobre a superfície do adesivo da mesma marca comercial, com as seguintes dimensões: 3 mm de diâmetro inferior, 5 mm de diâmetro superior e altura de 3 mm. Para tal, utilizaram-se dois dispositivos metálicos, um bipartido e um circular, para centralização do cone na superfície dentinária. A inserção da resina composta foi realizada em dois incrementos, sendo cada um fotopolimerizado por 40s, com o fotopolimerizador Optilux (Demetron Research Corporation) na intensidade entre 500 a 550 mW/cm². A área de união adesiva foi de 3 mm, localizada no nível correspondente à dentina mediana.

Os corpos-de-prova foram mantidos em soro fisiológico por 24 horas a 37 °C, em estufa de cultura Fanem modelo 002-CB e, após, submetidos ao teste de resistência de união à tração em máquina de ensaio universal Emic DL 2000, com célula de carga de 500 N e com velocidade de 0,5 mm/min. Os dados foram obtidos em MPa.

Os procedimentos de confecção dos corpos-de-prova e ensaio de tração foram repetidos a cada período de teste. Os valores médios obtidos para cada grupo foram submetidos à análise de variância, complementados pelo teste de comparação múltipla de Tukey, em nível de significância de 1%.

Resultados

Os resultados apresentados na Tabela 1 demonstram que o produto Excite obteve média inicial de 21,01 MPa, não diferindo significativamente das médias obtidas nos períodos de 60 dias (23,13 MPa) e de 120 dias (18,02 MPa). Porém, nos períodos de 60 a 120 dias, houve uma diferença significativa entre os seus valores.

Tabela 1 - Valores das médias da resistência de união à tração sobre a dentina dos sistemas adesivos nos diferentes períodos de teste (MPa) e seus desvios-padrão (DP)

Material	Período					
	Inicial		60 Dias		120 Dias	
	Média	D P	Média	DP	Média	D P
Excite	21,01 ^{ABa}	± 4,44	23,13 ^{Aa}	± 3,94	18,02 ^{Bb}	± 3,14
Single Bond	18,32 ^{Ba}	± 3,03	22,99 ^{Aa}	± 2,77	22,33 ^{ABa}	± 1,54

Médias seguidas de letras maiúsculas distintas na linha e letras minúsculas distintas na coluna diferem estatisticamente entre si em nível de 1%

Para o produto Single Bond, a média inicial foi de 18,32 MPa, diferindo significativamente do valor obtido aos 60 dias (22,99 MPa), mas não diferindo do valor obtido em 120 dias (22,33 MPa). Entre os períodos de 60 e 120 dias, não houve diferença significativa entre as médias.

Comparando os resultados obtidos dos produtos testados, observa-se que houve diferença significativa entre eles somente no período final de 120 dias.

Discussão

Os adesivos modernos, como os sistemas adesivos de frasco único, são elaborados para serem hidrofílicos e conterem monômeros resinosos dissolvidos em acetona, etanol e água e combinações desses solventes. Esses componentes desempenham um papel importante na adesão em ambientes aquosos, favorecendo a obtenção de valores altos para a resistência de união ao substrato dentinário (KANKA III, 1992; REIS et al., 2003a).

A dentina necessita de um grau de umidade ideal, o que resulta numa técnica mais sensível se comparada à do esmalte. Perdigão e Frankenberger (2001) demonstraram que, em dentina úmida, os resultados são similares para a resistência de união independentemente do solvente presente – 26,2 MPa Prime e Bond NT (acetona), 29,5 MPa Single Bond (etanol e água), Excite (etanol) 26,3 MPa. Isso vem ao encontro dos resultados obtidos neste estudo, em que os valores de 21,01 MPa para o Excite (etanol) e 18,32

MPa para o Single Bond (etanol e água) não diferiram estatisticamente no período inicial. A inclusão simultânea de água e solvente orgânico pode resultar em alguma infiltração na dentina seca e desmineralizada, favorecendo a que as fibras colágenas colapsadas expandam a sua configuração original, resultando num produto menos sensível à técnica (FENINAT et al., 2001; PERDIGÃO e FRANKENBERGER, 2001; REIS et al., 2003b). Em virtude dessa sensibilidade técnica, os procedimentos adesivos na presente pesquisa seguiram as instruções de cada fabricante, visto que Swift et al. (1997) e Peutzfeldt e Asmussem (2002) demonstraram que alguns desvios no uso clínico dos protocolos propostos determinaram uma redução significativa na resistência de união à dentina.

Outro fator que também desempenha um papel importante na união ao substrato dentário é a manipulação dos frascos em uso clínico diário, em razão da sua abertura repetida, principalmente quando se trata de adesivos de frasco único cujos componentes químicos permanecem no mesmo recipiente. Beltrão (1998), testando os adesivos de frasco único, observou que os produtos contendo acetona apresentaram valores altos para a resistência de união à dentina no momento inicial de uso (One Step 21,64 MPa; Prime e Bond 2.1 22,98 MPa), porém após 120 dias de manipulação dos frascos houve uma diminuição significativa nos resultados (One Step 16,50 MPa; Prime e Bond 2.1 11,34 MPa).

Nesta pesquisa, foram testados somente os sistemas adesivos de frasco único contendo etanol, baseados ou não em água. Esses materiais apresentaram um comportamento similar e mais estável diante da manipulação, isto é, uma resistência inicial acima de 18 MPa, havendo um aumento em 60 dias e uma diminuição dos valores após 120 dias, os quais não diferiram significativamente de seu correspondente no período inicial.

Asmussen e Uno (1993), afirmam que a alta resistência de união à dentina depende do parâmetro de solubilidade e da fração de polaridade dos elementos químicos da fórmula dos sistemas adesivos, pois tais variáveis devem se igualar àquelas da superfície dentinária previamente condicionada para favorecer uma ótima eficácia de união. Qualquer alteração na combinação dos elementos químicos da fórmula original poderá modificar a relação dessas variáveis, determinando uma diminuição nos valores da resistência de união inicial. O etanol, embora menos volátil à manipulação, quando associado à água, promove de alguma maneira maior estabilidade química do que aqueles adesivos em que um único tipo de solvente orgânico está presente, proporcionando, assim, uma vida útil maior (BELTRÃO, 1998; PERDIGÃO, SWIFT, LOPES, 1999; ABATE, RODRIGUES, MACCHI, 2000; GIANNINI et al., 2003; YIU et al., 2005). Isso ficou demonstrado quando os valores de 22,33 MPa para o adesivo Single Bond (etanol e água) e de 18,02 MPa para o Excite (etanol), no período de 120 dias, apresentaram uma diferença significativa entre si.

Um outro fator importante é a adição de carga na composição de alguns desses adesivos de frasco único com o objetivo de reforçar a zona da camada híbrida e de reduzir a contração de polimerização. Esses adesivos necessitam de mais um cuidado técnico, que é a agitação de seus frascos previamente ao uso para manter o equilíbrio da proporção entre a parte sólida (carga) e a líquida. Esse procedimento técnico foi realizado ao ser usado o sistema adesivo Excite. Pode-se

também justificar o seu melhor comportamento inicial em relação aos valores obtidos para o sistema adesivo Single Bond, porque a presença da carga pode proporcionar valores mais altos para resistência de união à dentina do que aqueles adesivos que não possuem carga, porém isso não é um fator determinante (GALLO et al., 2001; KIM et al., 2005). No entanto, a manipulação diária pode contribuir para o aumento da viscosidade do adesivo pela evaporação do solvente e, assim, dificultar a efetividade do seu escoamento na superfície dentinária. A presença de carga após 120 dias pode ser mais um fator complicante na diminuição da resistência de união demonstrada pelo adesivo Excite em relação ao Single Bond.

Os sistemas adesivos devem preencher certos requisitos para serem considerados um produto aprovado pela sua qualidade e função (BURKE e Mc CAUGHEY, 1995), como possuir um bom tempo de vida útil e apresentar valores altos para força de união à dentina, que devem estar presentes no momento inicial de seu uso e serem de caráter permanente (AW et al., 2004; AW et al., 2005). Os dois sistemas adesivos testados preencheram os requisitos de qualidade e função durante os quatro meses de manipulação. Os valores de 18,32 MPa para Single Bond e de 21,01 MPa para o Excite, no período inicial, e de 23,33 MPa e 18,02 MPa, respectivamente, no período final (120 dias), encontram-se próximos dos valores de 20-25 MPa relatados na literatura como ideais para resistência de união à dentina (PASHLEY, CARVALHO, 1997). Quanto a ser de caráter permanente, mais pesquisas deverão ser realizadas envolvendo o período total de validade do produto determinado pelo fabricante.

Conclusão

Pelos resultados obtidos com a metodologia empregada nesta pesquisa, conclui-se que:

- para os sistemas adesivos de frasco único testados (Excite e Single Bond), contendo etanol associado ou não à presença da água, a re-

sistência de união à tração sobre a dentina, obtida no período inicial, não apresentou diferença significativa da obtida no período de 120 dias, após a abertura repetida de seus frascos;

- a resistência de união à tração sobre a dentina dos sistemas adesivos de frasco único testados ficou acima de 18 MPa após a abertura repetida de seus frascos, porém o sistema adesivo contendo etanol associado a água (Single Bond) apresentou uma média mais alta ao final de 120 dias, com diferença significativa em relação ao produto contendo somente etanol (Excite).

Abstract

The present study evaluated the influence of repetitive opening of two one-bottle bonding systems on tensile bond strength to dentin. The products tested were Excite (Ivoclar/Vivadent) (ethanol) and Single Bond (3M/ESPE) (ethanol and water). Ninety extracted human third molars were used. The roots were removed and the crowns were invested in acrylic resin. A group of 15 teeth was separated for each bonding system and each test periods: initial, 60 and 120 days. For the tensile bond strength test, specimens of composite resins Tetric®Ceram (Ivoclar/Vivadent) and Z100 (3M/ESPE) were built on the dentin surface of the same brand of the tested adhesives. The specimens were stored in 37 °C saline solution for 24 hours and submitted to tensile bond tests on a universal testing machine (EMIC DL-2000) with a crosshead speed of 0.5 mm/min. The results (MPa) were analyzed by the analysis of variance ANOVA and Tukey test ($p=0.01$). The means obtained in the initial period, 60 and 120 days were respectively: 21.01 MPa; 23.13 MPa; 18.02 MPa, for Excite and 18.32 MPa; 22.99 MPa; 22.33 MPa for Single Bond. The initial means for Excite did not indicate significant difference from the ones obtained during 60 and 120 days. The initial means for Single Bond indicated a significant difference for the period of 60 days, but did not indicate a significant di-

ference for 120 days. The tensile bond strength to dentin after the repetitive opening of the bottle of adhesive during 120 days did not indicate a statistically significant difference for both adhesives in relation to the initial period.

Key words: adhesives, dentin, composite resins, solvent, tensile strength.

Referências

- ABATE, P. F.; RODRIGUES, V. I.; MACCHI, R. L. Evaporation of solvent in one-bottle adhesive. *J Dent*, v. 28, n. 6, p. 437- 440, 2000.
- ASMUSSEN, E.; UNO, S. Solubility parameters, fractional polarities, and bond strength of some intermediary resins used in dentin bonding. *J Den. Res*, v. 72, n. 3, p. 558-565, 1993.
- AW, T. C. et al. One year clinical evaluation of an ethanol-based and a solvent-free dentin adhesive. *Am J Dent*, v. 17, n. 6, p. 451- 456, 2004.
- AW, T. C. et al. A three-year clinical evaluation of two-bottle dentin adhesives. *J Am Den. Assoc* v. 136, n. 3, p. 311-322, 2005.
- BELTRÃO, M. C. *Influência da manipulação diária na resistência de união à dentina de sistemas adesivos de frasco único*. 1998. Dissertação (Mestrado) – Faculdade de Odontologia, PUCRS, Porto Alegre, 1998.
- BURKE, F. J. T.; McCAUGHEY, A. D. The four generation of dentin bonding. *Am J Dent*, v. 8, n. 2, p. 88-92, 1995.
- FENINAT, F. E. L. et al. Atapping mode AFM study of collapse and denaturation in dentinal collagen. *Dent Mater*, v. 17, p. 284 - 288, 2001.
- GALLO, J. R. et al. Shear bond strength of four filled dentin bonding systems. *Oper Dent*, v. 6, n. 1, p. 44- 47, Jan./Feb. 2001.
- GIANNINI, M. et al. Six-month storage-time evaluation of one-bottle adhesive systems to dentin. *J Esthe Restor Den* v. 15, n. 1, p. 43 - 48, 2003.
- JACOBSEN, T.; SÖDERHOLM, K.J. Some effects of water on dentin bonding. *Dent Mater*, v. 11, n. 2, p. 132-136, 1995.
- KANKA III, J. Resin bonding to wet substrate I. Bonding to dentin. *Quintessence Int.*, v. 23, n. 1, p. 9-41, 1992.
- KIM, J. S. et al. Effect of hydrophilic nanofiller loading on the mechanical properties and the microtensile bond strength of an ethanol-based one-bottle dentin adhesive. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater* v. 72, n. 2, p. 284 - 291, 2005.
- PASHLEY, D. H.; CARVALHO, R. M. Dentin permeability and dentine adhesion. *J Dent*, v. 25, n. 5, p. 355 -372, 1997.
- PERDIGÃO, J.; SWIFT JR, E. J.; LOPES, G. C. Effects of repeated use on bond strengths of one-bottle adhesives. *Quintessence Int*, v. 30, n. 12, p. 819-823, 1999.
- PERDIGÃO, J.; FRANKENBERGER, R. Effect of solvent and rewetting time on dentin adhesion. *Quintessence Int*, v. 32, n. 5, p. 385 - 390, 2001.
- PEUTZFELDT, A.; ASMUSSEN, E. Adhesive systems: effect on bond strength of incorrect use. *J Adhesive Dent*, v. 4, p. 233 - 242, 2002.

REIS, A. F. et al. The effect of organic solvents on one-bottle adhesives bond strength to enamel and dentin. *Oper Dent* v. 28, p. 700 - 706, 2003a.

REIS, A. et al. Moisture spectrum of demineralized dentin for adhesive systems with different solvent bases. *J Adhes Dent* v. 5, n. 3, p. 183 - 192, 2003b.

SWIFT JUNIOR, E. J. et al. Shear bond strengths of one-bottle dentin adhesives using multiple applications. *Oper Dent*, v. 22, n. 5, p. 194-199, Sep./Oct. 1997.

YIU, C. K. et al. Solvent and water retention in dental adhesive blends after evaporation. *Biomaterials*, n. 17, 2005. [Epub ahead of print – no prelo].

Endereço para correspondência

Maria Cecília Gomes Beltrão
Rua Felipe de Oliveira, 987 / 701
90630-000 – PORTO ALEGRE – RS
E-mail: disbeltrao@uol.com.br