

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

**AVALIAÇÃO DA APLICAÇÃO DE UMA SOLUÇÃO ÁCIDA EXPERIMENTAL NA
RESISTÊNCIA DE UNIÃO DE SISTEMAS ADESIVOS**

Rafael Melara

Dissertação apresentada como requisito parcial
à obtenção do título de Mestre em Odontologia, curso
de Pós-Graduação em Odontologia, área de
concentração em Dentística Restauradora, pela
Pontifícia Universidade Católica do Rio Grande do Sul.

Orientador: Prof. Dr. Luiz Henrique Burnett Jr.

Porto Alegre

2010

RESUMO

Este estudo teve por objetivo avaliar, *in vitro*, a resistência de união dos sistemas adesivos Adper Scotchbond SE (3M/ESPE) e Adper Scotchbond Multi-Usado (3M/ESPE) à superfície dentinária tratada ou não com uma solução ácida experimental. A superfície oclusal de vinte terceiros molares humanos hígidos foi removida para a obtenção de uma área plana de dentina. Os dentes foram divididos em 4 grupos, de acordo com o tipo de sistema adesivo usado e aplicação ou não da solução experimental. Nos grupos Adper Scotchbond SE Controle e Adper Scotchbond Multi-Usado Controle, o sistema adesivo foi aplicado de acordo com as instruções do fabricante. No grupo Adper Scotchbond SE Experimental foi aplicada a solução experimental previamente ao sistema adesivo, e no grupo Adper Scotchbond Multi-Usado Experimental, o condicionamento com ácido fosfórico a 37% foi substituído pela aplicação da solução experimental. Após a aplicação do sistema adesivo, um bloco de resina composta (Z350 - 3M/ESPE), com aproximadamente 6 mm de altura, foi confeccionado, sendo os dentes armazenados em água destilada por 24 h em uma estufa de cultura a 37°C. Decorrido este período, os dentes foram seccionados nos sentidos “x” e “y” a fim de obter palitos com área adesiva de aproximadamente 1,0 mm². Dezesesseis palitos por grupo foram submetidos ao teste de microtração em uma máquina de ensaios (EMIC DL-2000), a uma velocidade de 0,5 mm/min. Após o teste de microtração, os palitos foram avaliados em microscopia eletrônica de varredura, para estabelecimento do padrão predominante de falha, por meio de fractografia. De acordo com a análise de variância segundo duas vias não houve diferença estatisticamente significativa nos valores de resistência de união entre os quatro grupos, para os fatores adesivos e tratamentos de superfície. O tipo de falha predominante observado em MEV foi coesiva em adesivo, seguido de coesiva em camada híbrida. A análise em MEV mostrou que a solução experimental foi capaz de remover a smear layer expondo túbulos dentinários. Com base nos resultados encontrados é possível concluir que o uso da solução experimental contendo um inibidor de metaloproteinases, em associação aos sistemas adesivos estudados, foi capaz de promover valores de resistência de união

semelhantes à técnica de aplicação recomendada pelos fabricantes; e que essa solução ácida experimental foi capaz de obter um padrão de condicionamento de superfície dentinária semelhante ao obtido com o ácido fosfórico a 37%.

Palavras-chave: microtração; sistemas adesivos; fractografia

ABSTRACT

This study aimed to evaluate, *in vitro*, the bond strength of adhesive systems Adper Scotchbond SE (3M/ESPE) and Adper Scotchbond Multi-Purpose (3M/ESPE) to dentin treated or not with an experimental acid solution. The occlusal surface of twenty sound human molars was removed to obtain a flat dentin area. The teeth were divided into four groups according to the type of adhesive system used and whether the experimental solution was used or not. In groups Adper Scotchbond SE Control and Scotchbond Multi-Purpose Control, the adhesive system was applied according to the manufacturer's instructions. In group Adper Scotchbond SE Experimental, an experimental solution was applied previously to the adhesive system, and in group Adper Scotchbond Multi-Purpose Experimental, the phosphoric acid 37% was replaced by the application of experimental solution. After applying the adhesive system, a block of composite resin (Z350 - 3M/ESPE), with approximately 6 mm in height was made. After, the teeth were stored in distilled water for 24 h in a culture oven at 37°C. Thereafter, the teeth were sectioned in the direction "x" and "y" to obtain sticks with adhesive area of approximately 1.0 mm². Sixteen sticks by group were tested in a microtensile testing machine (EMIC DL-2000) at a speed of 0.5 mm/min. After the microtensile test, the sticks were evaluated by SEM, to establish the predominant pattern of failure by fractography. According to the analysis of variance *two-way* there was no statistically significant difference in bond strength values among the four groups. The predominant type of failure observed in SEM was cohesive in the adhesive, followed by cohesive in the hybrid layer. SEM analysis showed that the experimental solution was able to remove the smear layer exposing dentin tubules. Based on these results we conclude that the use of experimental solution in combination with the adhesive systems was able to promote values of bond strength similar to the technique of application as recommended by the manufacturers, and this experimental acid solution was able to obtain a conditioning of dentin surface similar to that obtained with 37% phosphoric acid.

Key-words: microtensile; dental adhesive; fractography

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 1. Dente incluído em resina acrílica. Vista oclusal	50
Figura 2. Dentina oclusal exposta	51
Figura 3. Sistemas Adesivos utilizados. Adper Scotchbond SE (A) e Adper Scotchbond Multi-Uso (B)	53
Figura 4. Resina Composta utilizada – Z350	53
Figura 5. Inserção dos incrementos de resina composta	55
Figura 6. Corte dos dentes nos eixos x e y (A). Palitos de dente e resina após corte (B)	56
Figura 7. Palito fixado ao dispositivo para microtração	57
Figura 8. Palitos posicionados após fratura e metalização para avaliação em MEV	58
Figura 9. Grade posicionada sobre fotomicrografia para avaliação do tipo de falha	59
Figura 10. Gráfico dos valores médios de resistência de união (MPa) de todos os grupos	63
Figura 11. Gráfico percentual de distribuição de frequência de falhas coesivas predominantes por grupo	64

- Figura 12.** Fotomicrografia em MEV (aumento de 180x) de corpo de prova com presença predominante de falha coesiva em camada híbrida. (A) Falha coesiva em resina composta. (B) Falha coesiva em adesivo. (C) Falha coesiva em camada híbrida. Área demarcada presente em maior aumento na Figura 13 65
- Figura 13.** Fotomicrografia em MEV (aumento de 500x). (A) Falha coesiva em resina composta. (B) Falha coesiva em adesivo. (C) Falha coesiva em camada híbrida 65
- Figura 14.** Fotomicrografia em MEV (aumento de 180x) de corpo de prova com presença predominante de falha coesiva em dentina. (A) Falha coesiva em resina composta. (B) Falha coesiva em adesivo. (C) Falha coesiva em dentina. Área demarcada presente em maior aumento na Figura 15 66
- Figura 15.** Fotomicrografia em MEV (aumento de 500x). (B) Falha coesiva em adesivo. (C) Falha coesiva em dentina 66
- Figura 16.** Fotomicrografia em MEV (aumento de 180x) de corpo de prova com presença predominante de falha coesiva em camada híbrida. (A) Falha coesiva em resina composta. (B) Falha coesiva em adesivo. (C) Falha coesiva em camada híbrida. Área demarcada presente em maior aumento na Figura 17 67
- Figura 17.** Fotomicrografia em MEV (aumento de 500x). (A) Falha coesiva em resina composta. (B) Falha coesiva em adesivo. (C) Falha coesiva em camada híbrida 67

- Figura 18.** Fotomicrografia em MEV (aumento de 3000x) do condicionamento dentinário promovido pelo ácido fosfórico a 37%. Observação da presença de túbulos dentinários abertos. (Grupo Adper SMP Controle) 68
- Figura 19.** Fotomicrografia em MEV da Figura 18 com aumento de 8000x 68
- Figura 20.** Fotomicrografia em MEV (aumento de 3000x) do condicionamento dentinário promovido pela solução ácida experimental. Observação da presença de túbulos dentinários abertos. (Grupo Adper SMP Experimental) 69
- Figura 21.** Fotomicrografia em MEV da Figura 20 com aumento de 8000x 69
- Figura 22.** Fotomicrografia em MEV (aumento de 3000x) do condicionamento dentinário promovido pelo adesivo autocondicionante. Observação da presença de túbulos dentinários parcialmente abertos. (Grupo Adper Scotchbond SE Controle) 70
- Figura 23.** Fotomicrografia em MEV da Figura 22 com aumento de 8000x 70
- Figura 24.** Fotomicrografia em MEV (aumento de 3000x) do condicionamento dentinário promovido pela solução ácida experimental associada ao adesivo autocondicionante. Observação da presença de túbulos dentinários abertos. (Grupo Adper Scotchbond SE Experimental) 71
- Figura 25.** Fotomicrografia em MEV da Figura 24 com aumento de 8000x 71

LISTA DE TABELAS

Tabela 1. Grupos e tratamentos realizados (n = 5 dentes por grupo).	51
Tabela 2. Resultados do teste de normalidade Shapiro-Wilk.	61
Tabela 3. Resultados da análise de Variância two-way.	62
Tabela 4. Valores médios de resistência de união (MPa) obtidos no ensaio de microtração.	62
Tabela 5. Valores percentuais de falhas e valores médios de resistência de união (MPa) por grupo.	64

LISTA DE QUADROS

Quadro 1. Descrição dos sistemas adesivos, resina composta e produto de tratamento de superfície utilizados.	52
---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------	----

LISTA DE ABREVIATURAS, SIGLAS E SIGNIFICADOS

%	Por cento
<	Menor que
>	Maior que
±	Mais ou menos
Bis-GMA	Bisfenol glicidil metacrilato-a
Bis-HEMA	Bisfenol 2-hidroxietil metacrilato
°C	Grau Celsius
µm	Micrometro
cm	Centímetro
cp	Corpo de prova
cv	Coeficiente de variação
DMA	Dimetacrilato
dp	Desvio padrão
g	Gramma
h	Hora
HEMA	2-hidroxietil metacrilato
kg	Quilograma
MET	Microscopia eletrônica de transmissão
MEV	Microscopia eletrônica de varredura
MHP	Fosfato de metacrilato
min	Minuto
ml	Mililitro
mm	Milímetro
mm/min	Milímetro por minuto
mm ²	Milímetro quadrado
MPa	Mega Pascal
mW/cm ²	MiliWatt por centímetro quadrado
N	Newton

n	Número de corpos de prova
n°	Número
O	Oxigênio
p	Probabilidade calculada
pH	Concentração hidrogeniônica
ppm	Parte por milhão
rpm	Rotações por minuto
s	Segundo
SEM	Scanning electron microscopy
sig.	Significância
TEGDMA	Trietileno glicol dimetacrilato
TMPTMA	Trimetacrilato hidrofóbico
UDMA	Uretano dimetacrilato
vol.	Volume
W	Watt
x	Indica o número de vezes. Ex. 200x

SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO	17
2. REVISÃO DE LITERATURA	20
2.1 Substrato Dentinário e sua Interação com Materiais Adesivos	20
2.2 Utilização de Inibidores de Metaloproteinases da Matriz (MMP)	28
2.3 Metodologia	42
3. PROPOSIÇÃO	49
4. MATERIAIS E MÉTODOS.....	50
4.1 Obtenção dos corpos de prova	50
4.2 Tratamentos realizados	51
4.2.1 Aplicação dos sistemas adesivos e resina composta	51
4.3 Obtenção dos palitos para o ensaio de microtração	56
4.4 Ensaio de microtração	57
4.5 Análise estatística	58
4.6 Preparo das amostras para análise em MEV	58
4.7 Análise do tipo de fratura - Fractografia	59
4.8 Análise estatística do tipo de fratura	60
4.9 Microscopia Eletrônica de Superfície	60
5. RESULTADOS	61
5.1 Análise de Resistência de União à Microtração	61
5.2 Análise do Padrão de Fratura	63
5.3 Análise de Superfície Dentinária	68
6. DISCUSSÃO	72
6.1 Aplicação Convencional dos Sistemas Adesivos à Dentina	72
6.2 Associação da Solução Experimental aos Sistemas Adesivos	74
6.3 Ensaio de Microtração e Fractografia	78
7. CONCLUSÕES	82
8. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	83
9. ANEXOS	87

9.1 ANEXO 1 - Carta de aprovação do CEP	87
9.2 ANEXO 2 - Tabelas dos testes estatísticos	88
9.3 ANEXO 3 - Medida da área adesiva dos corpos de prova	89
9.4 ANEXO 4 - Valores de resistência de união e tipo de falha	93

1. INTRODUÇÃO

A obtenção de restaurações adesivas de resina composta com desempenho clínico satisfatório está diretamente relacionada à qualidade da união adesiva obtida. Entretanto, a obtenção de uma união efetiva pode ser dificultada pelas diferenças morfológicas dos substratos dentais. Enquanto o esmalte é composto basicamente por conteúdo inorgânico, a dentina apresenta uma maior riqueza estrutural, apresentando um maior componente orgânico e maior umidade (MARSHALL Jr. *et al.*, 1997).

A interação dos polímeros odontológicos com os substratos dentários tem se mostrado suscetível aos efeitos higroscópicos e hidrolíticos, variando de acordo com sua química e estrutura (FERRACANE, 2006). A importância desses efeitos na performance clínica dos polímeros restauradores é desconhecida, apesar de vários pesquisadores terem mencionado uma potencial degradação ao longo do tempo (FERRACANE, 2006; HASHIMOTO *et al.*, 2000). Apesar do fato dos adesivos serem sensíveis à fadiga mecânica, o principal fator que afeta a sua durabilidade, *in vivo*, é a hidrólise dos componentes da interface e sua posterior eluição. Assim sendo, a estabilidade hidrolítica dos adesivos é de crucial importância (DE MUNCK *et al.*, 2005). Os adesivos mais hidrofílicos, como os que empregam a técnica de condicionamento ácido total de frasco único e os autocondicionantes também de frasco único, são os mais críticos, pois devido a sua natureza hidrofílica, se comportam como membranas semi-permeáveis, atraindo água e degradando mais rapidamente que os adesivos hidrofóbicos, onde o primer e o adesivo estão em frascos separados (DE MUNCK *et al.*, 2005; BRESCHI *et al.*, 2008).

O impacto mais profundo deste processo de degradação é sobre uma estrutura chamada camada híbrida, a qual é responsável por fazer a transição entre sistema adesivo e estrutura dentinária. Esta estrutura, formada por fibras colágenas impregnadas de resina, apesar de ser ácido resistente, pode sofrer degradação ao longo do tempo. Este processo de deterioração está intimamente relacionado a fatores como a impregnação deficiente da dentina pelo adesivo, alta permeabilidade da interface adesiva, subpolimerização do adesivo e ativação de enzimas endógenas

colagenolíticas (BRESCHI *et al.*, 2008). Essa degradação que ocorre com o passar do tempo pode ser verificada por trabalhos *in vitro*, onde os valores de resistência de união imediatos mostram-se estatisticamente superiores àqueles após armazenagem das amostras (LOGUERCIO *et al.*, 2005). As enzimas colagenolíticas (metaloproteinases da matriz – MMPs), por sua vez, na presença de fibras colágenas incompletamente infiltradas, podem degradar as mesmas (PASHLEY *et al.*, 2004; CARRILHO *et al.*, 2007^a). As metaloproteinases da matriz (MMPs) constituem-se em um grupo de enzimas (endopeptidases) responsáveis pela degradação dos componentes da matriz extracelular (MEC) e das membranas basais (NAVARRO *et al.*, 2006). O resultado deste processo é formação de zonas de infiltração que podem levar a um processo cariioso e até mesmo ao descolamento da restauração de resina composta (BRESCHI *et al.*, 2008).

Para tentar diminuir o efeito das MMPs, vários estudos têm sido realizados com inibidores dessas enzimas com o objetivo de frear a degradação das fibrilas colágenas presentes na camada híbrida. Dentre esses inibidores, o mais pesquisado é a clorexidina. Estudos *in vivo* comparando o comportamento de restaurações de resina composta em dentes hígidos, com posterior indicação de extração, realizadas com e sem a aplicação de digluconato de clorexidina 2%, demonstraram que as amostras que receberam tratamento com clorexidina após o condicionamento com ácido fosfórico, mantiveram sua resistência de união após 14 meses, bem como a integridade estrutural da rede colágena sob análise por microscopia eletrônica de transmissão (CARRILHO *et al.*, 2007^b). Estudos *in vitro* também têm demonstrado a diminuição da perda dos valores de resistência de união em amostras tratadas com clorexidina após 6 meses, em comparação com aquelas não tratadas (CARRILHO *et al.*, 2007^a; CAMPOS *et al.*, 2009; KOMORI *et al.*, 2009; STANISLAWCZUK *et al.*, 2009; LOGUERCIO *et al.*, 2009) e também após 12 meses (BRESCHI *et al.*, 2009; ZHOU *et al.*, 2009). Os estudos *in vitro* também têm demonstrado que a aplicação de clorexidina antes ou após o condicionamento ácido não altera os valores imediatos de resistência de união à microtração em comparação com as amostras não tratadas com clorexidina (KOMORI *et al.*, 2009; DE CASTRO *et al.*, 2003).

Os inibidores de metaloproteinases, por sua vez, têm sido amplamente estudados na periodontia. Por serem capazes de remover a *smear layer* radicular formada após a raspagem periodontal a fim de expor as fibras colágenas, facilitam a inserção do tecido conjuntivo e a adesão dos fibroblastos à estrutura radicular (SAMPAIO *et al.*, 2007; WANG *et al.*, 2005). Em endodontia, eles são utilizados após instrumentação do canal, também para remoção da *smear layer*, a fim de expor os túbulos dentinários, permitindo uma melhor desinfecção do canal e de possíveis canais colaterais e um melhor contato do material obturador com o canal radicular (TORABINEJAD *et al.*, 2003). Alguns antibióticos apresentam também, além do seu poder antibiótico e de remover *smear layer*, a capacidade de inibição de collagenase tecidual (LLAVANERAS *et al.*, 2001). Em medicina alguns antibióticos tem sido estudados como inibidores das MMPs, as quais estão relacionadas com a progressão do câncer (ACHARYA *et al.*, 2004) e com a degradação do colágeno em doenças inflamatórias (BEZERRA *et al.*, 2002). Na odontologia, alguns trabalhos têm associado o uso de antibióticos a uma supressão da destruição periodontal devido ao seu potencial inibidor da atividade das collagenases (LLAVANERAS *et al.*, 2001; NAVARRO *et al.*, 2006). O estudo da resistência de união de sistemas adesivos de última geração à dentina tratados previamente com o inibidor de metaloproteinase estudado ainda é desconhecido.

Assim sendo, este estudo testou a seguinte hipótese de nulidade:

O uso de uma solução inibidora de metaloproteinase para condicionamento da superfície dentinária previamente à aplicação de um sistema adesivo autocondicionante ou de um sistema adesivo tradicional, ambos de dois frascos, promoveria valores de resistência de união imediatos similares à técnica convencional recomendada pelos fabricantes.

7. CONCLUSÕES

1. Os adesivos Adper SMP e Adper Scotchbond SE apresentaram desempenho similar em dentina nos grupos controle e experimentais, à medida que seus valores de resistência de união não diferiram estatisticamente entre si.
2. A substituição do condicionamento ácido fosfórico a 37% pela solução ácida experimental, produziu valores de resistência de união à dentina que não diferiram daqueles onde foi aplicada a técnica convencional, para o sistema adesivo Adper SMP.
3. A associação da solução ácida experimental ao sistema adesivo Adper Scotchbond SE teve desempenho semelhante à técnica convencional de aplicação deste sistema adesivo.
4. O padrão de falha predominante após o teste de resistência de união à microtração foi coesiva em adesivo, seguido por falha coesiva em camada híbrida.
5. A solução ácida experimental foi capaz de promover um padrão de condicionamento de superfície dentinária semelhante ao ácido fosfórico a 37%, ao passo que conseguiu remover completamente a smear layer, deixando túbulos dentinários abertos.

