

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

DANIELA TONIAL

**RESISTÊNCIA DE UNIÃO DE CIMENTOS
RESINOSOS AUTO-ADESIVOS À DENTINA**

Profa. Dra. Ana Maria Spohr
Orientadora

Porto Alegre

2008

DANIELA TONIAL

**RESISTÊNCIA DE UNIÃO DE CIMENTOS
RESINOSOS AUTO-ADESIVOS À DENTINA**

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

Orientadora: Profa. Dra. Ana Maria Spohr

Porto Alegre
2009

DANIELA TONIAL

**RESISTÊNCIA DE UNIÃO DE CIMENTOS
RESINOSOS AUTO-ADESIVOS À DENTINA**

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

BANCA EXAMINADORA:

Profa. Dra. Ana Maria Spohr – PUCRS

Prof. Dr. Cláudio Figueiró - UFSM

Prof. Dr. Hugo Mitsuo Silva Oshima - PUCRS

AGRADECIMENTOS

Agradeço a minha mãe, Neusa Terezinha Tonial, pelo amor, amizade e exemplo ao longo da minha vida, e por eu saber que sempre posso contar com você.

Ao meu filho Lucas Tonial, pela companhia, amor, compreensão e apoio durante os momentos mais difíceis dessa caminhada.

A minha orientadora professora Ana Maria Spohr, pela paciência e dedicação durante a orientação desse trabalho. Pelo conhecimento e ensinamento transmitido ao longo do curso e o exemplo de como ser um bom profissional. Obrigado pelo exemplo, amizade e convívio ao longo dessa caminhada.

Aos professores Eduardo Motta e Luiz Henrique Burnett Jr., pela amizade, disposição, dedicação e conhecimentos transmitidos no decorrer do curso. Obrigado Eduardo e Luiz.

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

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

À PUCRS que construiu a infra-estrutura necessária para que pudéssemos adquirir o conhecimento necessário para continuarmos a trajetória do saber.

Aos meus colegas de turma: Paula Cristina Ghiggi, Rosana Simões Simon, Guilherme, Rhuy Jacob Dall’Agnol, Marcelo Baptista, Patrícia H. Rodrigues, por serem pessoas fantásticas, pela amizade e pelo convívio nesses dois anos de curso. Por essa turma não ser apenas de colegas e sim de amigos.

Aos professores Hugo Oshima e Luciana Hirakata, por sua amizade, ajuda e troca de conhecimentos.

Aos colegas da turma do Doutorado em Dentística: Carolina e Maria Paula, a companhia de vocês foi fundamental nos momentos onde desistir parecia ser a coisa mais certa.

A todos que de forma direta ou indireta, fizeram parte dessa trajetória.

“Só desiste da luta quem desconhece o
sabor da vitória”.
Lema da Turma Érico Veríssimo do Colégio Militar - Porto Alegre – 1970-1976.

RESUMO

O objetivo desse estudo foi avaliar, *in vitro*, a resistência de união à microtração de cimentos resinosos auto-adesivos à dentina, assim como a influência do pré-tratamento com ácido poliacrílico nessa união. Em terceiros molares humanos extraídos foi obtida uma superfície oclusal plana em dentina, sendo a mesma regularizada com lixas de carbetto de silício de granulação 320, 400 e 600, respectivamente. Os dentes foram divididos aleatoriamente em cinco grupos: Grupo 1 – RelyX ARC (controle); Grupo 2 – RelyX Unicem; Grupo 3 – Maxcem; Grupo 4 – ácido poliacrílico 22,5% e RelyX Unicem; Grupo 5: ácido poliacrílico e Maxcem. Após a aplicação dos cimentos resinosos, foram construídos blocos de resina composta com 6 mm de altura. As amostras foram armazenadas em água destilada a 37^o C por 24 horas. Os conjuntos dente/resina foram cortados paralelamente ao longo eixo do dente, nos sentidos vestibulo-lingual e méso-distal, com secção de aproximadamente 0,7 mm. Foram obtidos 20 corpos-de-prova para cada grupo, sendo então submetidos ao teste de resistência à microtração em máquina de ensaio universal com velocidade de 0,5 mm/min. As falhas foram observadas em microscopia eletrônica de varredura. De acordo com a Análise de Variância e o teste de Tukey ($\alpha=0,05$), a maior média de resistência à microtração foi para o RelyX ARC (21,38 MPa), não diferindo estatisticamente do Maxcem associado ao ácido poliacrílico (19,22 MPa) e RelyX Unicem associado ao ácido poliacrílico (17,75 MPa) ($p>0,05$). Estes dois últimos grupos não diferiram estatisticamente do RelyX Unicem (16,98 MPa) ($p>0,05$). A menor média foi obtida para o Maxcem (6,43 MPa), diferindo estatisticamente dos outros grupos ($p<0,05$). No grupo do Maxcem, sem pré-tratamento com ácido poliacrílico, ocorreram somente falhas adesivas, e nos demais grupos as falhas foram predominantemente mistas. O cimento resinoso RelyX ARC proporcionou maior resistência de união à dentina em relação aos cimentos resinosos auto-adesivos, e o pré-tratamento com ácido poliacrílico foi efetivo no aumento da resistência de união para o Maxcem, não influenciando na resistência de união do RelyX Unicem.

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

ABSTRACT

The purpose of this study was to evaluate, *in vitro*, the microtensile bond strength of self-adhesive resin luting cements to dentin, and the influence of polyacrylic acid application on the bond strength. A flat occlusal surface was obtained in extracted third human molars being it regulated with 320, 400 and 600 grit silicon carbide sandpaper, respectively. Teeth were randomly divided in five groups: Group 1 – RelyX ARC (control); Group 2 – RelyX Unicem; Group 3 - Maxcem; Group 4 – 22,5% polyacrylic acid and RelyX Unicem; Group 5: polyacrylic acid and Maxcem After applying the resin cements, composite resin blocks with 6 mm height were built. Samples were stored in distilled water at 37° C for 24 hours. After storage period, groups of tooth/resin were cut in a parallel way along the tooth axis in buccal-lingual and mesio-distal directions with cut of approximately 0,7 mm. It was obtained 20 specimens for each group, being, then, submitted to microtensile bond strength on a universal testing machine at a crosshead speed of 0,5 mm/min. Failure modes were analyzed in scanning electron microscopy. According to ANOVA and Tukey test ($\alpha=0,05$), the highest mean bond strength was obtained with RelyX ARC (21.38 MPa), which did not differ statistically from Maxcem associated to polyacrylic acid (19.22 MPa) and RelyX Unicem associated to polyacrylic acid (17.75 MPa) ($p>0,05$). These two groups did not differ statistically from RelyX Unicem (16.98 MPa) ($p>0,05$). The lowest mean was obtained for Maxcem (6.43 MPa), which differed statistically from the other groups ($p<0,05$). All failures were adhesive for Maxcem without polyacrylic acid, and mixed failures were predominant in the other groups. RelyX ARC achieved the highest bond strength to dentin in comparison to the self-adhesive luting resin cements. Polyacrylic acid application was effective in improving the bond strength of Maxcem, but did not influence the bond strength for RelyX Unicem.

Key-words: dentin, bond strength, resin cements, polyacrylic acid.

LISTA DE FIGURAS, TABELAS E QUADRO

Figura 1: Superfície plana em dentina.....	31
Figura 2: Bloco de resina composta construído sobre o cimento resinoso....	33
Figura 3: Corpo-de-prova posicionado na matriz de microtração.....	35
Figura 4: Fotomicrografia de corpo-de-prova do RelyX ARC.....	37
Figura 5: Fotomicrografia de corpo-de-prova do RelyX Unicem.....	38
Figura 6: Fotomicrografia de corpo-de-prova do RelyX Unicem associado ao ácido poliacrílico.....	38
Figura 7: Fotomicrografia de corpo-de-prova do Maxcem.....	39
Figura 8: Fotomicrografia de corpo-de-prova do Maxcem associado ao ácido poliacrílico.....	39
Quadro 1: Composição, lote e fabricante dos materiais.....	30
Tabela 1: Médias de resistência de união à microtração (MPa).....	36
Tabela 2: Análise dos tipos de falhas ocorridos nos grupos experimentais..	37

LISTA DE ABREVIATURAS, SIGLAS E SÍMBOLOS

%	Porcentagem
±	Mais ou menos
μm	Micrometro
μTBS	Microtração
L	Microlitro
°C	Grau Celsius
4-META	4-Metacriloxietil trimetacrilato anidro
Bis-GMA	Bisfenol Glicidil Metacrilato A
Ca	Cálcio
cm	Centímetro
dines/cm	Dines por centímetro
EDTA	Ácido etilenodiaminotetra acético
et al.	Abreviatura de et alii (e outros)
h	Horas
min	Minutos
M	Molar
MDP	Metacriloxietil dihidrogênio fosfato
MEV	Microscopia eletrônica de varredura
mL	Mililitro
mm	Milímetro
mm/min	Milímetro por minuto
mm ²	Milímetro quadrado
MPa	Mega Pascal
msec	Milisegundo
mW/cm ²	Miliwatt por centímetro quadrado
N	Newton
n	Número de corpos-de-prova
nm	Nanômetro
nº	Número
pH	Potencial de Hidrogênio
ppm	Partes por milhão
pps	Pulsos por segundo

rpm	Rotações por minuto
s	Segundos
TEGMA	Trietileno glicol dimetacrilato
UDMA	Uretano dimetacrilato
MOD	Mésio-ocluso-distal

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO.....	12
2 OBJETIVOS.....	15
3 REVISÃO DA LITERATURA.....	16
4 MATERIAIS E MÉTODOS.....	30
4.1 MATERIAIS.....	30
4.2 MÉTODO.....	31
4.2.1 Obtenção dos dentes.....	31
4.2.2 Confeção dos corpos-de-prova.....	31
4.2.3 Ensaio de microtração.....	34
4.2.4 Análise dos tipos de falhas.....	35
4.3 ANÁLISE ESTATÍSTICA.....	35
5 RESULTADOS.....	36
6 DISCUSSÃO.....	40
7 CONCLUSÃO.....	44
8 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	45
ANEXOS.....	48

1 INTRODUÇÃO

As estruturas dentárias, em função normal, representam um componente biomecânico estável. Quando esmalte ou dentina são perdidos, é necessário que se introduza um material artificial para a reabilitação dessas estruturas, formando assim uma novo componente biomecânico.

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. Distintas técnicas de fixação podem ser empregadas, e a literatura tem mostrado que o emprego de técnicas adesivas para a fixação de restaurações 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.

Os cimentos resinosos ganharam grande popularidade nos últimos anos

devido às suas excelentes propriedades mecânicas (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).

Uma nova categoria de cimentos resinosos, os auto-adesivos, tem ganhado preferência do clínico, pela facilidade de uso e menor tempo empregado nos procedimentos de cimentação. Estes dispensam a utilização de condicionamento ácido prévio, lavagem, secagem e aplicação de sistema adesivo, eliminando assim parte da sensibilidade da técnica (WATZE *et al.*, 2008). No entanto, apesar da maior facilidade para aplicação, é importante que estes materiais auto-adesivos tenham a capacidade de unirem-se adequadamente tanto às estruturas dentárias como ao material restaurador.

Alguns estudos evidenciaram que cimentos resinosos auto-adesivos interagem superficialmente com o esmalte e com a dentina, havendo uma menor resistência de união destes materiais aos substratos dentários quando comparado 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 do esmalte. 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). Outros tratamentos sobre a dentina poderiam ser testados, como o emprego do ácido poliacrílico a 25%, que tem a capacidade de remover a *smear layer* sem condicionar a dentina de forma significativa (ARAÚJO *et al.*, 1998). No entanto, ainda não foram feitos estudos para verificar a efetividade deste tratamento na união de cimentos resinosos auto-adesivos à dentina.

O presente estudo foi realizado sob a hipótese nula de que não há diferença na resistência de união à dentina quando empregados diferentes cimentos resinosos.

2 OBJETIVOS

Objetivo geral: Avaliar, *in vitro*, a resistência de união de cimentos resinosos à dentina humana.

Objetivos específicos:

- Avaliar a resistência de união de um cimento resinoso convencional e de dois cimentos resinosos auto-adesivos à dentina por meio da metodologia de microtração;

- Avaliar a resistência de união de cimentos resinosos auto-adesivos à dentina condicionada com ácido poliacrílico 22,5% por meio da metodologia de microtração;

- Avaliar o tipo de falhas após ensaio de microtração.

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 levemente 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 carbeto 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.

Erickson (1992) relatou as interações de superfície dos sistemas adesivos dentinários e uma das características da efetividade destes sistemas é o bom molhamento do agente de união como resultado do uso de *primers* apropriados. Os *primers* são essenciais para uma adequada união, suas moléculas possuem dois grupos funcionais diferentes: um com afinidade pela superfície e outro pelo material adesivo, chamadas de promotores de adesão. Muitos sistemas adesivos utilizam *primers* que contém moléculas com grupos funcionais hidrofílicos, que são compatíveis com a dentina e grupos hidrofóbicos que são compatíveis com o adesivo, podendo estar dissolvidos em água, acetona ou etanol. Os *primers* são aplicados na dentina e secos, presumivelmente levando junto grupos hidrofóbicos para criar uma superfície favorável ao agente de união. A dentina com *smear layer* possui uma energia livre de superfície em torno de 42 dines/cm, e com o condicionamento ácido essa energia é reduzida a valores próximos a 28 dines/cm. Como o adesivo tem uma energia livre de superfície em torno de 40 dines/cm, esse não consegue molhar a superfície adequadamente devido à baixa energia livre na dentina condicionada. É necessário que a energia livre da dentina seja aumentada, e isso é realizado com a aplicação do *primer*, pois este possui a capacidade de recuperar a energia livre de superfície da dentina, permitindo que o adesivo escoe e penetre adequadamente na superfície desmineralizada. A adequada formação da camada híbrida depende da penetração dos monômeros resinosos do sistema adesivo na dentina desmineralizada que, pelo condicionamento ácido, expõe o colágeno, obtendo-se assim um substrato com uma baixa energia de superfície. Sendo assim, é necessário que se aplique um material com a capacidade de elevar a energia de superfície. Os monômeros hidrofílicos presentes nos sistemas adesivos juntamente com

solventes orgânicos, como acetona ou etanol, possuem a capacidade de aumentar a energia livre da dentina desmineralizada, tornando-a favorável ao processo de adesão, permitindo com que os monômeros adesivos penetrem nas microretenções presentes na dentina após o condicionamento ácido.

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 de colágeno.

De acordo com Anusavice (1996), os cimentos resinosos apresentam propriedades mecânicas que superam a 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 (ANUSAVICE, 1996).

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 premolares superiores íntegros tiveram suas coroas seccionadas ao meio no sentido méso-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

cortada 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 µm 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 µm, 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.

Mak *et al.* (2002) avaliaram a resistência de união à microtração de cimentos resinosos utilizados em procedimentos indiretos e os compararam com restaurações diretas. Para isso, foram selecionados 18 terceiros molares

humanos que tiveram a superfície oclusal e radicular removidas. Os dentes foram polidos com discos de carbetto de silício com o objetivo de simular a *smear layer*. Após foram divididos em seis grupos com três amostras cada. Restaurações tipo *overlay* foram confeccionadas com uma resina composta dual experimental (Bisco). As restaurações foram cimentadas com quatro diferentes cimentos, somente utilizados no modo auto polimerizável: All Bond 2 + Choice (Bisco), Single Bond + RelyX ARC (3M /ESPE), Super-Bond C&B (Sun Medial) e Panavia F (Kuraray). As *overlays* foram condicionadas com ácido fosfórico a 32% (Uni-Etch, Bisco), lavadas, secadas e aplicado o silano (3M). Os produtos foram utilizados de acordo com as instruções dos fabricantes. A espessura formada pelo cimento resinoso foi avaliada com micrômetro. As restaurações diretas foram confeccionadas com a mesma resina composta experimental pela técnica incremental. Os dentes foram seccionados em palitos de aproximadamente 0,9 x 0,9 mm, fixados em uma máquina de ensaio universal e submetidos ao teste de resistência de união com velocidade de 1 mm/min. O modo de fratura foi avaliado em microscopia eletrônica de varredura. Os maiores valores de resistência de união foram obtidos com All Bond 2 + Choice e Single Bond + RelyX ARC, que não diferiram estatisticamente entre si. Houve diferenças significativas quando as restaurações diretas foram comparadas com as indiretas. Nos grupos All Bond e RelyX ARC uma porcentagem de 46,1 e 72,4, respectivamente, apresentaram falhas adesivas entre a interface cimento/*overlay*. Os autores concluíram que houve diferença na resistência de união e no modo de falha nos diferentes cimentos testados. As diferenças encontradas nos valores de resistência de união em restaurações diretas e indiretas pode ser explicado devido ao prolongado tempo de fotopolimerização da resina experimental.

De Munck *et al.* (2004) avaliaram a resistência à microtração do cimento resinoso auto-adesivo 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 ultra-morfológicamente 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 μm . 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.

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 (μT). 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 μT , variando entre 20-29 MPa. Para o esmalte coberto por *smear layer* não houve

efeito significativo na μ TBS, considerando que o uso do ácido polialcenóico 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 polialcenóico, 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 auto-adesivo 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 carbeto de silício para se obter superfícies de aproximadamente 4 mm de diâmetro, tanto para esmalte como 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 foram submetidos 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 não há uma pequena quantidade de esmalte remanescente.

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 hidrofluorídrico 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 mm². 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 auto-adesivo, 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 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.

Comparar a resistência à fratura de premolares 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.

Yang *et al.* (2006) avaliaram as características ultra-estruturais, 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 e 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.

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/mm² ou 40g/mm²). 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 teve 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/mm² 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/mm². A pressão de cimentação não influenciou o Maxcem. Panavia F 2.0 apresentou resistência de união significativamente superior em esmalte que os outros cimentos, independente da pressão de cimentação. O Maxcem não apresentou sinais de retenção micro-mecânica, 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.

Camacho, Gonçalves e Nonaka (2007) avaliaram a resistência à fratura de premolares 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 estatística entre eles. Os premolares 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.

Watzke *et al.* (2008) avaliaram a homogeneidade da interface adesiva dos pinos de fibra de vidro cimentados com uma nova técnica de aplicação comparado com o método de cimentação convencional através da microscopia óptica. Vinte canais radiculares artificiais (n=5) foram submetidos à condição experimental: Grupo I: RelyX Unicem - nova técnica de aplicação; Grupo II: RelyX Unicem - técnica convencional; Grupo III: Panavia F 2.0; Grupo IV: Variolink II – técnica convencional. Todos os espécimes foram observados em microscópio óptico. A interface de cimento foi descrita utilizando um *software* de análise de superfície, que descreveu tridimensionalmente a superfície da interface do cimento. A média de valores (%) das interfaces não homogêneas foi coletada no terço médio, cervical e apical. A aplicação da técnica convencional para cimentação endodôntica de pinos resultou em um grande número de bolhas e espaços vazios. A combinação da flexibilidade e forma do canal radicular ajuda a obter uma interface de cimento mais homogênea para os cimentos auto-adesivos e a redução de passos na aplicação desses materiais promove algumas vantagens. Para o cimento auto-adesivo RelyX Unicem houve uma melhora na homogeneidade de interface.

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 carvão 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 o cimento convencional apresentou uma zona sem colágeno abaixo da interface adesiva, e 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 auto-adesivos. A taxa de pH variou de 2.1 a 4.2 após a mistura. Os autores concluíram que os cimentos auto-adesivos não são capazes de dissolver completamente a *smear layer*, não havendo descalcificação e infiltração.

Duarte *et al.* (2008) avaliaram a resistência adesiva de cimentos resinosos auto-adesivos e auto-condicionantes 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.

De acordo com informações obtidas na página virtual Espertise 3M/ESPE (2008), o fabricante do RelyX Unicem informa que este é um cimento auto-adesivo 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.

Holderegger *et al.* (2008) verificaram *in vitro* a resistência de união do cimento universal RelyX Unicem sobre a dentina em comparação com os cimentos resinosos RelyX ARC, Multilink e Panavia. Também testaram a influência da termociclagem na resistência de união, assim como compararam os valores de resistência de união obtidos em dois diferentes centros de pesquisa. Terceiros molares não-cariados foram utilizados para obtenção dos corpos-de-prova. Todos os espécimes foram armazenados em água por 24 h e metade deles foram submetidos a 1500 ciclos, sendo então submetidos ao ensaio de resistência de união à tração. Após a estocagem em água, o RelyX Unicem exibiu o menores resultados de resistência de união. A termociclagem afetou o desempenho de todos os cimentos. Entretanto a resistência de união para o RelyX Unicem foi o menos afetado pela termociclagem. Concluíram que, embora a resistência de união do RelyX Unicem para a dentina foi muito baixa em comparação com o RelyX ARC, Multilink e Panavia 21, foi menos sensível às variações de termociclagem e operador.

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: Composição, lote e fabricante dos materiais.

Produto	Descrição	Lote	Composição Química	Fabricante
RelyX ARC	Cimento Resinoso	E UFY	Bis-GMA, TEGDMA, Sílica e Zircônia	3M/ESPE, St. Paul MN, EUA
RelyX U100	Cimento resinoso auto-adesivo	327358	Pó: Sílica, Hidróxido de Cálcio, Peróxido, Iniciador. Líquido: Dimetacrilato, Acetato, Iniciador, Estabilizador e Éster Fosfórico Metacrilato	3M/ESPE, St. Paul, MN, EUA
Maxcem	Cimento resinoso auto-adesivo	3011587	GPDM, Bário, Sílica, Fluoroalumíniosilicato.	Kerr, Orange, CA, EUA
ScotchBond Multi Purpose Plus	Sistema Adesivo	Ativador: GPL Primer: SAX Catalisador: LTD	Ativador: etanol, sal do ácido sulfínico, fotoiniciador Primer: HEMA, Ácido Poliácenóico, Água Catalisador: Bis-GMA, HEMA, peróxido de benzoíla	3M/ESPE, St. Paul, MN, EUA
Filtek Z250 cor A2	Compósito Híbrido	FG 563	Zircônio/Sílica, BIS-GMA, UDMA, BIS-EMA	3M/ESPE, St. Paul MN, EUA
Acid Gel	Condicionador Ácido Fosfórico 37%	220998	Ácido Fosfórico, Clorexidine, Espessante, Água, Corante	DentalVille do Brasil Ltda., Joinville, SC, BR
Vidrion	Ácido poliacrílico	665789	Ácido poliacrílico 22,5%	SS White, Rio de Janeiro, RJ, BR

4.2 Método

4.2.1 Obtenção dos dentes

Para o presente estudo foram utilizados 15 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 Confeção dos corpos-de-prova

Durante o tempo de armazenamento, 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 (Buehler, Lake Bluff, IL, Estados Unidos da América) montado em uma máquina de corte (Labcut 1010 – Extec, Londres, Inglaterra), sob refrigeração à água, expondo uma superfície plana de dentina oclusal (Figura 1). Após, as áreas de dentina foram regularizadas em uma politriz (Panambra, São Paulo, SP, Brasil) com lixas de carbeto de silício de granulação 600.



Figura 1: Superfície plana em dentina.

Os dentes foram divididos aleatoriamente em cinco grupos:

Grupo 1 (controle) – 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 papel absorvente. Foi aplicado o ativador, seguido de leve jato de ar por 5 segundos. Em seguida, foi aplicado o *primer*, seguido de leve jato de ar por 5 segundos. Após, foi aplicado o catalisador. 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, seguido de fotoativação por 20 segundos em cada lado da amostra (mesial, distal, vestibular, lingual e oclusal).

Grupo 2 – Cimento resinoso auto-adesivo RelyX Unicem: a cápsula do cimento resinoso foi ativada, sendo seu conteúdo interno 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 material foi fotoativado por 20 segundos em cada lado da amostra (mesial, distal, vestibular, lingual e oclusal).

Grupo 3 – Cimento resinoso auto-adesivo Maxcem Ellite: foi posicionada a ponta auto-misturadora do cimento resinoso Maxcem na seringa do produto, em seguida uma pressão digital foi aplicada sobre o êmbolo da seringa. Foi dispensado somente o necessário para ser aplicado sobre a dentina em uma espessura de aproximadamente 1 mm. O material foi fotoativado por 20 segundos em cada lado da amostra (mesial, distal, vestibular, lingual e oclusal).

Grupo 4 – ácido poliacrílico e cimento resinoso auto-adesivo RelyX Unicem: o ácido poliacrílico 22,5% foi aplicado ativamente sobre a dentina com *microbrush* por 10 segundos, seguido de lavagem com água. O excesso de umidade foi removido com papel absorvente, seguido da aplicação do cimento resinoso como descrito para o grupo 2.

Grupo 5 – ácido poliacrílico e cimento resinoso auto-adesivo Maxcem: o ácido poliacrílico 22,5% foi aplicado ativamente sobre a dentina com

microbrush por 10 segundos, seguido de lavagem com água. O excesso de umidade foi removido com papel absorvente, seguido da aplicação do cimento resinoso como descrito para o grupo 3.

Sobre os cimentos resinosos foi construído um bloco de resina composta Z250, cor A2, de aproximadamente 6 mm de altura (Figura 2). Esse bloco foi confeccionado em três incrementos de aproximadamente 2 mm cada, sendo cada incremento fotoativado por 40 segundos. A intensidade de luz do aparelho fotopolimerizador Optilux (Gnatus, Ribeirão Preto, SP, Brasil) foi monitorada com radiômetro (modelo 100, Demetron Inc, Saint Louis, MN, Estados Unidos da América), e permaneceu na intensidade de 450 a 500 mW/cm².

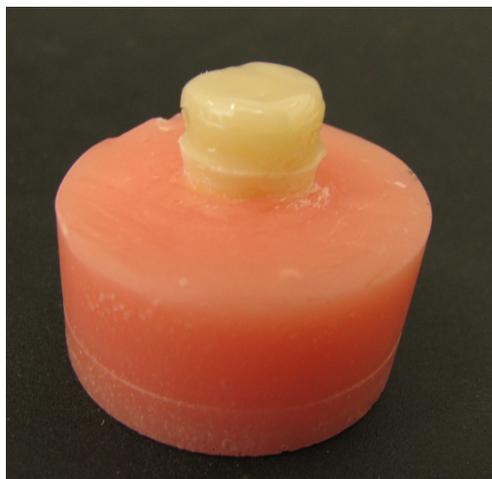


Figura 2: Bloco de resina composta construída sobre o cimento resinoso.

Os conjuntos dente/bloco de resina composta foram armazenados em água destilada por 24 horas a 37°C em estufa de cultura FANEM. Passado esse período, o conjunto foi seccionado para obtenção de palitos. Os cortes foram realizados 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, onde a metade superior era de resina composta e, a inferior, de dentina, com aproximadamente 0,7 mm nos sentidos vestibulo-lingual e méso-distal.

Os corpos-de-prova selecionados foram examinados com lupa em aumento de 10 vezes para análise da área adesiva, sendo descartados os que apresentaram defeitos como bolhas, falhas no processo adesivo, falta de material ou área irregular. Os corpos-de-prova aprovados tiveram a área adesiva mensurada em mm^2 com um paquímetro digital Mitutoyo (Mitutoyo Sul Americana Ltda, Suzano, SP, Brasil), com erro declarado máximo de 0,01 mm.

Vinte corpos-de-prova foram selecionados por grupo para serem então submetidos ao ensaio de microtração.

4.2.3 Ensaio de microtração

Os corpos-de-prova foram fixados individualmente ao dispositivo de microtração com adesivo a base de cianocrilato (Superbonder Gel – Loctite, São Paulo, SP, Brasil) associado a um acelerador (Zip Kicker, Pacer, Rancho Cucamonga, CA, Estados Unidos da América) 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.



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

4.2.4 Análise dos tipos de falha

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, Estados Unidos da América) para determinar o tipo de falha ocorrido. Para isso, a extremidade de cada dez corpos-de-prova de cada grupo foram selecionados aleatoriamente e fixados lado a lado em *stubs* com a interface de fratura voltada para cima, metalizada com ouro (Bal-Tec, Balzers, Liechtenstein) para observação no MEV com aumento de cerca de 250 vezes. Os padrões de falha foram classificados em cinco tipos: adesiva, coesiva em adesivo, coesiva em dentina, coesiva em cimento resinoso ou mista.

4.3 Análise estatística

Os valores obtidos no teste de microtração foram submetidos ao teste de Shapiro-Wilk, sendo constatado normalidade nos dados. Portanto, foi empregada a análise da variância (ANOVA) e o teste de Tukey ao nível de significância de 5%.

5 RESULTADOS

De acordo com Análise de Variância, houve diferença estatística entre os grupos ($p < 0,0001$). A maior média de resistência de união à microtração foi para o RelyX ARC (21,38 MPa), não diferindo estatisticamente do Maxcem associado ao ácido poliacrílico (19,22 MPa) e do RelyX Unicem associado ao ácido poliacrílico (17,75 MPa) ($p > 0,05$). Estes dois últimos grupos não diferiram estatisticamente do RelyX Unicem (16,98 MPa) ($p > 0,05$). A menor média foi obtida para o Maxcem (6,43 MPa), diferindo estatisticamente dos outros grupos ($p < 0,05$) (Tabela 1).

Tabela 1 – Médias de resistência de união à microtração (MPa).

Grupo	n	Média (MPa)	Desvio-padrão	Coefficiente de Variação (%)
RelyX ARC	20	21,38 ^A	6,41	29,99
Ácido poliacrílico + Maxcem	20	19,22 ^{AB}	5,33	27,72
Ácido poliacrílico + RelyX Unicem	20	17,75 ^{AB}	3,08	17,38
RelyX Unicem	20	16,98 ^B	3,86	22,73
Maxcem	20	6,43 ^C	1,81	28,17

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

Em relação às falhas, houve predominância de falhas mistas para o RelyX ARC (Figura 4) e RelyX Unicem (Figura 5). No Maxcem, todas as falhas foram adesivas (Figura 7). Quando os cimentos auto-adesivos foram associados ao ácido poliacrílico, todas as falhas foram mistas (Figuras 6 e 8). Não ocorreram falhas coesivas em dentina.

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

Tipo de falhas	Adesiva	Coesiva em adesivo	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	10					
Ácido poliacrílico + Maxcem						10

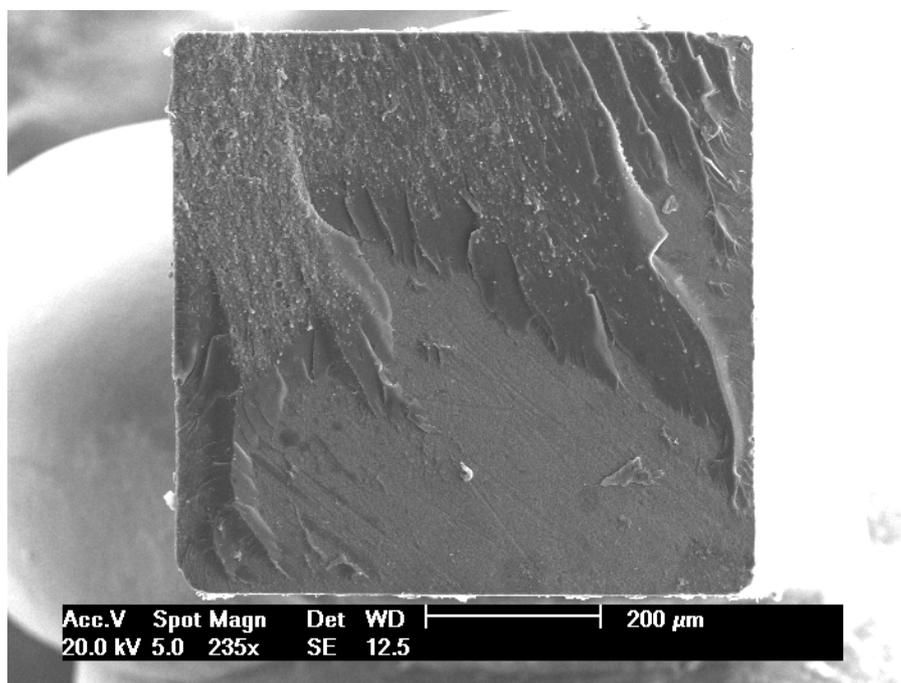


Figura 4: Fotomicrografia do corpo-de-prova do RelyX ARC.

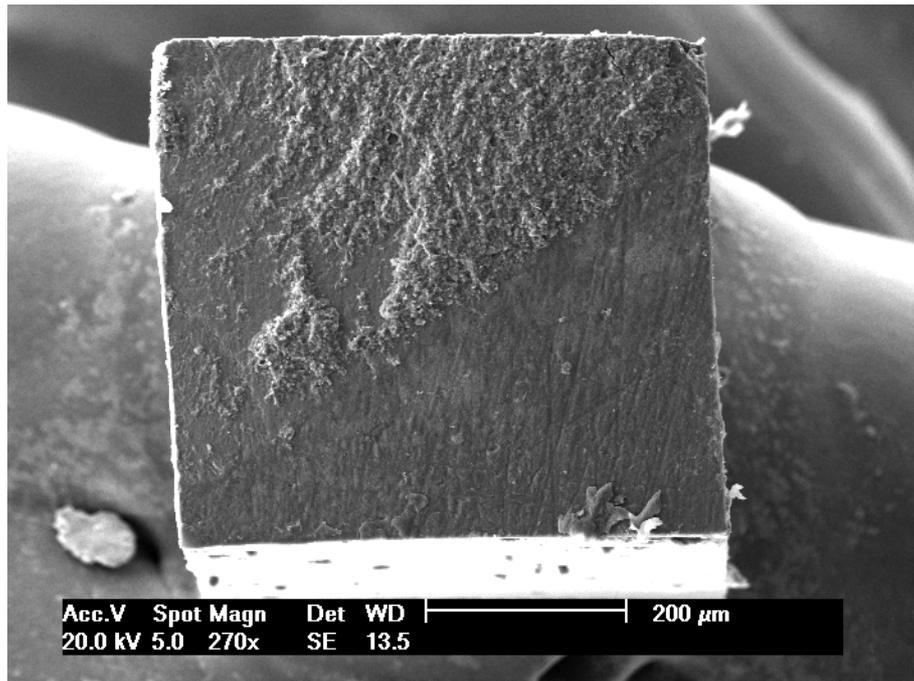


Figura 5: Fotomicrografia do corpo-de-prova do RelyX Unicem.

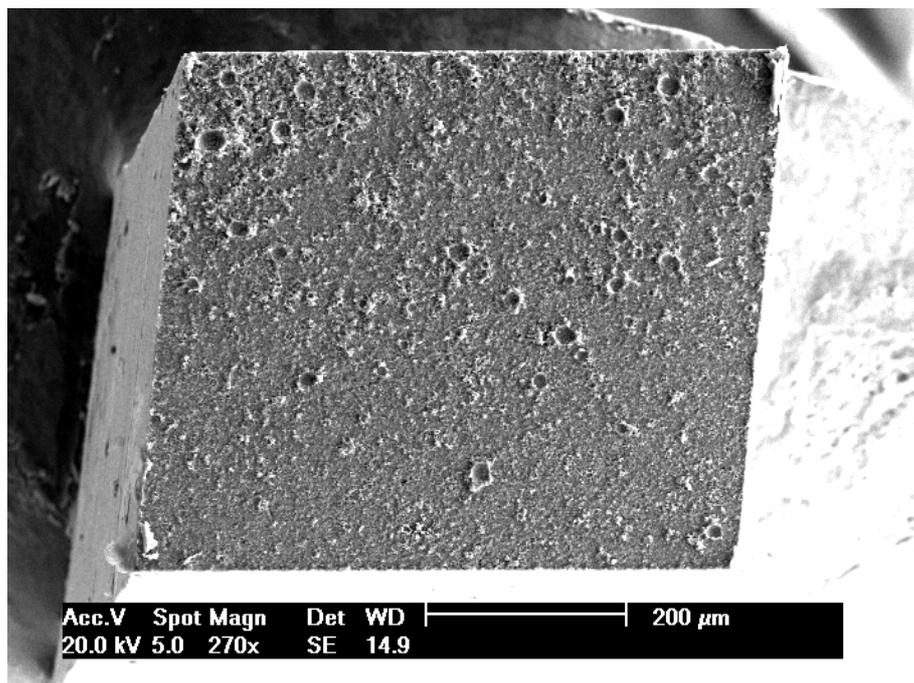


Figura 6: Fotomicrografia do corpo-de-prova do RelyX Unicem associado ao ácido poliacrílico.

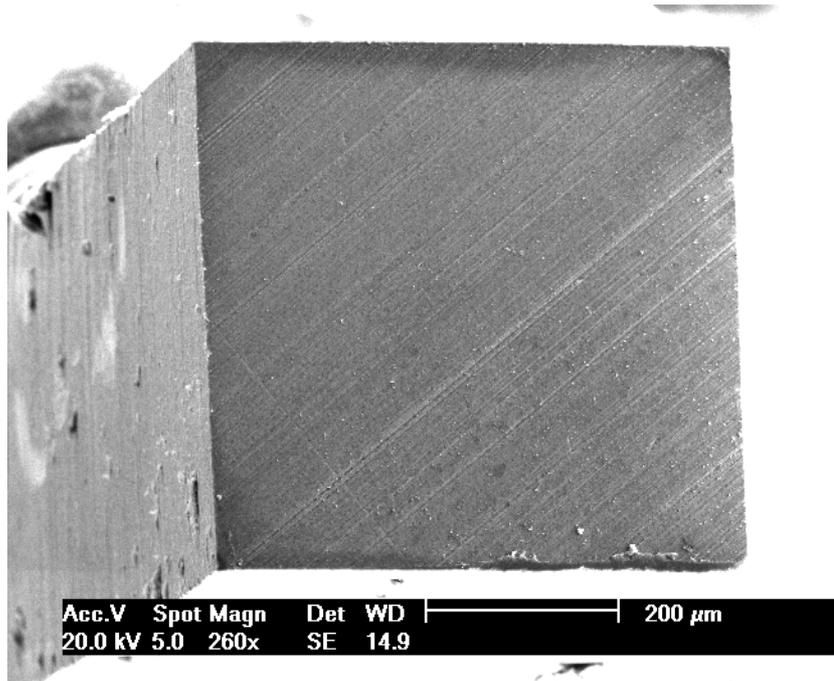


Figura 7: Fotomicrografia do corpo-de-prova do Maxcem.

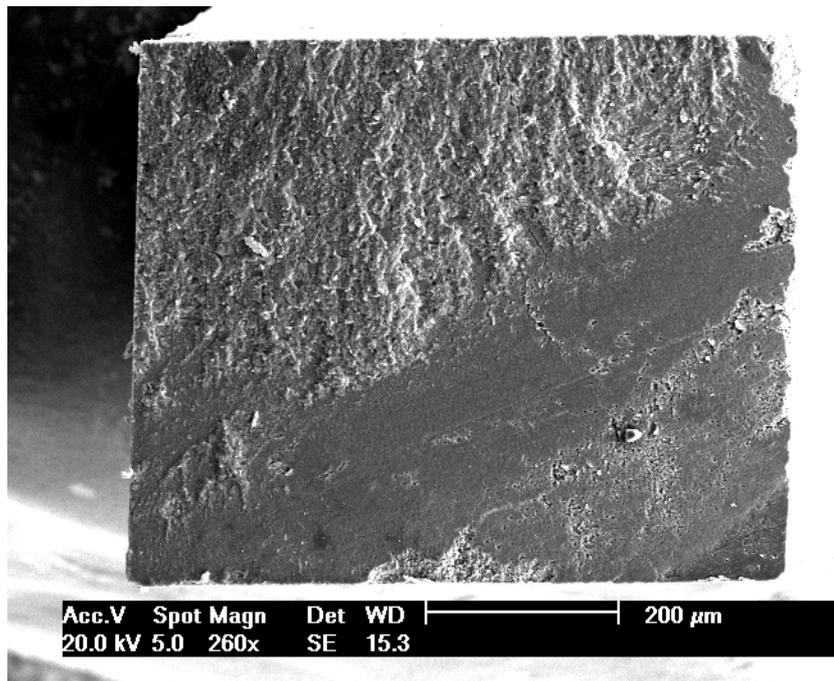


Figura 8: Fotomicrografia do corpo-de-prova do Maxcem associado ao ácido poliacrílico.

6 DISCUSSÃO

A hipótese nula do presente estudo foi rejeitada, pois houve diferença estatística na resistência de união entre os diferentes cimentos resinosos.

O RelyX ARC forneceu resistência de união estatisticamente superior aos cimentos resinosos auto-adesivos RelyX Unicem e Maxcem quando empregados de acordo com as instruções do fabricante, ou seja, sem o condicionamento prévio com ácido poliacrílico. O RelyX ARC é um cimento resinoso que utiliza a técnica do condicionamento ácido total do esmalte com ácido fosfórico a 37%, seguido da aplicação de um agente adesivo (MAK *et al.*, 2002). Isto resulta na remoção total da *smear layer* (ARAÚJO *et al.*, 1998), havendo a desmineralização da dentina superficial, exposição das fibras colágenas e impregnação de monômeros resinosos, formando a camada híbrida (ERICKSON, 1992). Portanto, uma das explicações para que o grupo do RelyX ARC tenha tido melhor resultado é o fato da técnica de aplicação desse cimento favorecer a formação da camada híbrida e retenção micro-mecânica.

Comparando as médias de ambos cimentos resinosos auto-adesivos, o RelyX Unicem forneceu mais que o dobro de resistência de união do que o Maxcem. Na análise das falhas, o RelyX Unicem apresentou falhas mistas, enquanto que o Maxcem somente falhas adesivas, evidenciando a menor interação do Maxcem com o substrato dentinário. Goracci *et al.* (2006) também encontraram menor resistência de união para o Maxcem em comparação ao RelyX Unicem.

Em estudo de microscopia eletrônica de varredura, o RelyX Unicem não proporcionou a formação da camada híbrida ou *tags* de resina, mas apenas uma pequena interação irregular com profundidade de 2 μm (DE MUNCK *et al.*, 2004; YANG *et al.*, 2006). Nenhuma evidência de desmineralização da dentina superficial foi observada para os cimentos auto-adesivos RelyX Unicem, G-

Cem e Bis-Cem (MONTICELLI *et al.*, 2008). Portanto, os cimentos resinosos auto-adesivos não são capazes de eliminar a *smear layer* e infiltrar a dentina para a formação de uma camada híbrida e *tags* de resina (GORACCI *et al.*, 2006; MONTICELLI *et al.*, 2008). Algumas hipóteses podem ser propostas para a limitada descalcificação das estruturas duras e incapacidade de permeabilização dentro da *smear layer*: (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). Apesar do RelyX Unicem não formar camada híbrida, estudos evidenciaram que este material tem uma interação química com o cálcio da hidroxiapatita (GERTH *et al.*, 2006), o que poderia explicar sua união à dentina.

A união do RelyX Unicem 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 relação à presa, este material apresenta duas reações: uma reação de redução de cura dual, para polimerizar a fase resinosa, e outra reação ácido-base, resultando na formação de fosfato de cálcio (3M/ESPE).

Estudos confirmaram a baixa resistência de união do RelyX Unicem ao esmalte (ABO-HAMAR *et al.* 2005). Sobre a dentina, os estudos são contraditórios. Na pesquisa de Abo-Hamar (2005), o RelyX Unicem apresentou valores de resistência de união similar aqueles cimentos que utilizam a técnica do condicionamento ácido total. No entanto, nos estudos de Escribano e Macorra (2006), Gerth *et al.* (2006) e Holderegger *et al.* (2008), os menores resultados de resistência de união foram encontrados para o RelyX Unicem. Portanto, com os cimentos resinosos auto-adesivos, não há uma união tão eficiente como aquela promovida pela formação da camada híbrida com o RelyX ARC.

Uma alternativa encontrada para aumentar a resistência de união do RelyX Unicem foi a aplicação de condicionamento com ácido fosfórico no esmalte (SOARES *et al.*, 2008). Porém, quando realizado o condicionamento com ácido fosfórico em dentina, ocorreu uma diminuição dos valores médios de resistência de união (DE MUNCK *et al.*, 2004). Escribano 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 podem estar relacionadas à falta do condicionamento ácido das estruturas remanescentes.

O presente estudo verificou o efeito da aplicação do ácido poliacrílico 22,5% sobre a dentina previamente à aplicação dos cimentos resinosos auto-adesivos. 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).

Para o Maxcem, a aplicação prévia do ácido poliacrílico foi benéfica, pois os valores de resistência de união aumentaram consideravelmente. Os tipos de falhas corroboram com os achados de resistência de união, pois houve ocorrência de falhas mistas quando aplicado o ácido poliacrílico, e não somente falhas adesivas como observado no grupo do Maxcem sem ácido poliacrílico. No entanto, para o RelyX Unicem, com aplicação prévia do ácido poliacrílico, houve uma maior interação do cimento com a dentina, pois as falhas foram todas mistas, e houve pequeno aumento na resistência de união, apesar deste aumento não ser estatisticamente significativo com o grupo do RelyX Unicem sem aplicação do ácido poliacrílico.

Uma das diferenças observadas entre os dois cimentos, no momento da manipulação, foi a viscosidade, sendo o RelyX Unicem mais viscoso do que o

Maxcem. Frente a isto, pode-se supor que a remoção da *smear layer* pelo ácido poliacrílico tornou a superfície dentinária mais irregular, e que o Maxcem, por ter menor viscosidade, pode penetrar com maior efetividade nestas irregularidades, promovendo maior retenção micromecânica. No entanto, o mesmo não ocorreu com o RelyX Unicem pelo fato de ser mais viscoso. Portanto, a presença ou não da *smear layer* não influenciou nos valores de resistência de união para o RelyX Unicem. Resultado semelhante foi encontrado no estudo de Inoue *et al.* (2004), que verificaram que a resistência de união foi semelhante quando o cimento de ionômero de vidro foi aplicado na dentina com ou sem aplicação prévia do ácido poliacrílico.

No momento da aplicação dos cimentos resinosos, não foi empregado pressão nos materiais, mas simplesmente uma acomodação dos mesmos sobre a dentina. De acordo com De Munck *et al.*, (2004) e Goracci *et al.* (2006), a pressão sobre o cimento resinoso RelyX Unicem é importante durante a cimentação devido a sua alta viscosidade. O mesmo não foi observado para o Maxcem, ou seja, a pressão no momento da aplicação não foi importante para os resultados de resistência de união (GORACCI *et al.*, 2006). Possivelmente uma pressão sobre o RelyX Unicem, durante sua aplicação sobre a dentina, poderia favorecer a melhores resultados na resistência de união.

Não encontra-se na literatura estudo da análise química do Maxcem para poder comparar com a reação química do RelyX Unicem e, desta forma, encontrar possíveis razões de porque dois materiais da mesma categoria, ou seja, cimentos resinosos auto-adesivos, apresentam comportamentos tão distintos frente ao condicionamento com ácido poliacrílico.

Sugere-se mais estudos laboratoriais para avaliar a análise química e reação de união do cimento resinoso auto-adesivo Maxcem ao dente, assim como estudos longitudinais verificando a estabilidade da união destes cimentos aos substratos dentários com o passar do tempo.

7 CONCLUSÕES

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

- o cimento resinoso RelyX ARC proporcionou maior resistência de união á dentina em relação aos cimentos resinosos auto-adesivo RelyX Unicem e Maxcem;
- o pré-tratamento com ácido poliacrílico foi efetivo no aumento da resistência de união para o Maxcem, não influenciando na resistência de união do RelyX Unicem;
- as falhas foram predominantemente mistas, havendo falhas adesivas somente para o Maxcem sem pré-tratamento com ácido poliacrílico.

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 Invest***, Heidelberg, v.9, n.3, p.161-167, Sept. 2005.

ANUSAVICE, K. ***Materiais Dentários***, 10 ed., Guanabara-Koogan Press. Rio de Janeiro, 1996, 412 p.

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.

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

DUARTE, S. *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.

ERICKSON, R.L. Surface interaction of dentin adhesive materials. ***Oper Dent***, Seattle, suppl. 5, p. 81-94, July. 1992.

ESCRIBANO, N.; MACORRA, J.C. Microtensile bond strength of self-adhesive luting cements to ceramic. ***J Adhes Dent***, v.8, n.5, p. 337-341, Oct., 2006.

GERTH, H. U. V. *et al.* Chemical analyses and bonding reaction of RelyX Unicem and Bifix composites - A comparative study. **Dent Mater**, Dallas, 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**, v.8, n.5, p.327-335, Oct. 2006.

HOLDEREGGER, C. *et al.* Shear bond strength of resin cements to human dentin. **Dent Mat.**, Dallas, v. 24, p. 944–950, Jul. 2008

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**, Dallas, v. 17, 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**, v. 29, p. 685-92, Nov-Dec. 2004.

MAK, Y. F. *et al.* Micro-tensile bond testing of resin cements to dentin and an indirect resin composite. **Dent Mat**, Dallas, v.18, n.8, p. 609-21, Dec. 2002.

MONTICELLI, F. *et al.* Limited decalcification/diffusion of self-adhesive cements into dentin. **J Dent. Res**, Washinton, v.87, n.10, p.974-979, Oct. 2008.

NAKABAYASHI, N.; KOJIMA, K.; MASUHARA, E. The promotion of adhesion by the infiltration of monomers into tooth substrates. **J Biomed Mat Res**, New York, v.16, n.2, p. 265-273, Apr., 1982.

NAKABAYASHI, N.; WATANABE, A.; IKEDA, W. Intra-oral bonding of 4-META/ MMA - TBB resin to vital human dentin. **Am J Dent**, San Antonio, v.8, n.1, p.37-42, Feb. 1995.

SANTOS, M. J. M. C.; BEZERRA, R. B. Fracture resisntence os maxillary premolars restored with direct and indirect adhesive techniques. **J Can Dent Assoc**, v.71, n.8, p.585a-d, 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**, v.26, n. 2, p. 95-110, Feb. 1995.

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

WATZE, R. *et al.* Interface homogeneity of adhesively luted glass fiber posts. **Dent Mater**, In Press 2008.

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

ANEXO



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

Porto Alegre 14 de maio de 2008

O Projeto de: Dissertação

Protocolado sob n°: 0026/08
Intitulado: Resistência de união à dentina de cimentos resinosos auto-adesivos
Pesquisador Responsável: Profa. Dra. Ana Maria Spohr
Pesquisadores Associados Daniela Tonial
Nível: Mestrado

Foi **aprovado** pela Comissão Científica e de Ética da Faculdade de Odontologia da PUCRS em 14 de maio de 2008.

Este projeto deverá ser imediatamente encaminhado ao CEP/PUCRS

Prof. Dr. Eraldo Luiz Batista Júnior
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-831/08

Porto Alegre, 08 de agosto de 2008.

Senhora Pesquisadora,

O Comitê de Ética em Pesquisa da PUCRS apreciou e aprovou seu protocolo de pesquisa registro CEP 08/04284, intitulado: **“Resistência de união à dentina de cimentos resinosos auto-adesivos”**.

Salientamos que sua investigação está autorizada a partir da presente data.

Os relatórios do andamento do protocolo devem ser encaminhados a este CEP.

Atenciosamente,

Prof. Dr. José Roberto Goldim
Coordenador do CEP-PUCRS

Ilma. Sra.
Profa. Ana Maria Spohr
Faculdade de Odontologia
N/Universidade

PUCRS

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