

Influência da marca do condicionador ácido na resistência de união da resina composta à dentina

Influence of acid etchant brand on bond strength of composite resin to dentin

Laiane Maria Alves PASSOS^a, Silvando Vieira dos SANTOS^b, João Lima RODRIGUES^c,
Sandro GRIZA^d, André Luis FARIA-E-SILVA^a

^aDepartamento de Odontologia, UFS – Universidade Federal de Sergipe, 49060-100 Aracaju - SE, Brasil

^bPrograma de Ciências e Engenharia de Materiais, UFS – Universidade Federal de Sergipe,
49100-000 São Cristóvão - SE, Brasil

^cDepartamento de Odontologia, FUNORTE – Faculdades Unidas do Norte de Minas,
39404-006 Montes Claros - MG, Brasil

^dDepartamento de Engenharia de Materiais, UFS – Universidade Federal de Sergipe,
49100-000 São Cristóvão - SE, Brasil

Resumo

Introdução: Apesar da importância da etapa de condicionamento ácido nos procedimentos adesivos, pouco se sabe sobre o efeito da marca do condicionador ácido sobre a união do adesivo à dentina. **Objetivo:** Este estudo avaliou o efeito de diferentes condicionadores ácidos na união da resina composta à dentina. **Material e método:** Vinte e cinco incisivos bovinos tiveram a coroa dividida em duas hemisseções. As superfícies vestibulares foram desgastadas com lixa carbeto de silício (SiC) #180 até a exposição de dentina, seguida por lixas SiC #600 para padronização da *smear layer*. As amostras foram aleatoriamente alocadas em cinco grupos (n = 10), de acordo com marca do condicionador ácido: 3M ESPE, Ultradent, Dentsply, Villevie e DFL. Apenas um sistema de união convencional de dois passos (Ambar, FGM) foi utilizado. Matrizes de silicone foram utilizadas na confecção de três cilindros de resina composta em cada amostra. Após 24 horas, os cilindros foram testados sob carga de cisalhamento até a falha. Os dados foram analisados com ANOVA a um critério e teste de Tukey ($\alpha = 0,05$). O modo de falha foi avaliado em microscopia óptica e os dados submetidos ao Teste Qui-quadrado ($\alpha = 0,05$). **Resultado:** Não houve diferença estatística na resistência de união obtida entre os condicionadores ácidos avaliados. Houve predomínio de falhas adesivas, exceto para os condicionadores da Dentsply e DFL, que demonstraram similaridade entre falhas adesivas e mistas. **Conclusão:** As diferentes marcas de condicionadores ácidos avaliados não influenciaram a resistência de união de resina composta à dentina.

Descritores: Adesivos dentinários; resistência ao cisalhamento; ataque ácido dentário.

Abstract

Introduction: Despite the importance of the acid etching step on bonding procedures, little is known about the acid etchant brand effect on bond strength of adhesive to dentin. **Objective:** The aim of this study was to evaluate the effect of different acid etchants at the bond strength of composite resin to dentine. **Material and method:** Twenty five bovine incisors had their crown sectioned in two hemi-sections. The buccal surfaces were grounded with #180 silicon carbide (SiC) abrasive paper to exposure of dentin, followed by #600 SiC paper to standardize the smear layer. The samples were randomly allocated into five groups (n = 10) according to acid etchant brands: 3M ESPE, Ultradent, Dentsply, Villevie and DFL. Only a two-step etch-and-rinse adhesive system (Ambar, FGM) was used. Silicon molds were used to build-up three resin composite cylinder per sample. After 24 hours, cylinders were submitted to shear load until the failure. Data were analyzed by one way ANOVA and Tukey's test ($\alpha = 0.05$). The failure mode was evaluated under optical microscopy and the data were submitted to Chi-square test ($\alpha = 0.05$). **Result:** There was no statistical difference on bond strength obtained between the acid etchants evaluated. There was predominance of adhesive failures, except for etchants of Dentsply and DFL that showed similarity between mixed and adhesive failures. **Conclusion:** Different brands of acid etchants did not influence on the bond strength of composite resin to dentin.

Descriptors: Dental-bonding agents; shear strength; acid etching, dental.

INTRODUÇÃO

Na Odontologia adesiva, a união dos materiais restauradores ao substrato dental baseia-se na união micromecânica, em que a resina adesiva infiltra-se no esmalte e na dentina^{1,2}. Nesta abordagem, busca-se a criação de espaços no substrato dental, seguida pela penetração e pela polimerização da resina adesiva. O condicionamento ácido do esmalte causa a dissolução da periferia ou do centro do prisma de esmalte, criando porosidades e aumentando a energia de superfície desse substrato^{3,4}. Essas alterações possibilitam a penetração do adesivo nas porosidades do esmalte, formando a zona de interdifusão, responsável pela união^{1,2,5}. Diversamente, na dentina, o condicionamento remove a *smear layer* (formada durante o preparo cavitário), alarga a entrada dos túbulos dentinários e desmineraliza as dentinas peri e intertubular, expondo a rede de fibrilas colágenas^{6,7}. A penetração do adesivo por entre as fibrilas colágenas forma a camada híbrida responsável pela união do adesivo ao tecido dentinário^{2,6,8,9}.

Assim, o efetivo condicionamento ácido do substrato é o primeiro passo para uma união satisfatória. Tem sido demonstrado que concentrações de ácido fosfórico entre 30 e 40% são efetivas em produzir um substrato adequado para infiltração da resina adesiva e formação da camada híbrida^{10,11}. Em razão disso, os condicionadores disponibilizados comercialmente apresentam ácido fosfórico, comumente em forma de gel, com concentrações entre 30 e 40%. Entretanto, variações superiores a 5.400% podem ser encontradas entre os preços de alguns condicionadores ácidos. Apesar dessa diferença de preço, trabalhos que avaliam a eficácia nos procedimentos adesivos de diferentes condicionadores ácidos são escassos. Mais estudos poderiam apontar algum diferencial que justificasse essa variação de preço tão expressiva.

O objetivo deste estudo será, então, avaliar o efeito de diferentes condicionadores ácidos na união da resina composta à dentina. A hipótese nula testada é a de que não haveria diferenças entre condicionadores ácidos avaliados quanto à resistência de união do adesivo à dentina.

MATERIAL E MÉTODO

Vinte e cinco incisivos bovinos com coroas íntegras, livres de fissuras e defeitos, foram selecionados e armazenados em solução salina 0,9% até o uso. Depois da remoção dos detritos, a coroa foi separada da raiz por meio de um corte acima da junção amelocementária, com disco diamantado dupla face

(KG Sorensen, São Paulo-SP, Brasil), em baixa rotação, sob refrigeração com água. Em seguida, cada coroa foi seccionada ao centro, no sentido cérvico-incisal, ficando dividida em duas hemisseções. A face vestibular das hemisseções foi desgastada com lixas de carbetto de silício (SiC) e granulação 180 até a exposição de uma área de dentina plana, distando, aproximadamente, 2 mm da câmara pulpar, mensurados com espécimetro. A seguir, cada hemisseção foi incluída em resina de poliestireno, mantendo a face vestibular exposta.

Previamente aos procedimentos de união, as superfícies em dentina receberam acabamento por meio de lixas SiC com granulação 600, durante 15 segundos, padronizando, dessa forma, a espessura de *smear layer*. Para a realização do procedimento adesivo, foi utilizado o sistema de união convencional de dois passos Ambar (FGM, Joinville-SC, Brasil) e um dos condicionantes descritos na Tabela 1. Os condicionadores ácidos foram aplicados no substrato dental por meio da ponta da seringa, sendo deixados sobre o substrato dentinário por 15 segundos. Prosseguindo, o ácido foi removido com jato de ar/água pelo mesmo tempo de condicionamento e o excesso de umidade foi removido com papel absorvente, mantendo a dentina com aspecto brilhante. O adesivo Ambar foi colocado com um aplicador *microbrush*, seguido pela aplicação de um leve jato de ar, por 5 segundos, para auxiliar na volatilização do solvente. O adesivo foi fotoativado por 25 segundos (Radii Cal, SDI, Bayswater, Victoria, Australia).

Matrizes de silicone de condensação foram preparadas para possibilitar a confecção dos cilindros de resina composta. Para isso, brocas com 1 mm de diâmetro foram moldadas com o silicone de condensação Silon APS (Denstply, Petrópolis-RJ, Brasil), de consistência leve. A resina flow Opallis (FGM, Joinville-SC, Brasil) foi inserida, com o auxílio de sua própria ponta aplicadora, no interior dos cilindros de silicone, sendo, em seguida, fotoativada por 20 segundos. Em próximo passo, a matriz foi removida, expondo o cilindro de resina composta. Foram confeccionados três cilindros para cada amostra. As amostras foram armazenadas por 24 horas, em umidade relativa 100% a 37 °C, previamente ao ensaio de cisalhamento.

Decorrido este período, as amostras foram fixadas no dispositivo específico para o ensaio de microcisalhamento, acoplado a uma máquina de ensaios (Modelo 3367, Instron Corp., Canton, MA, USA). Os cilindros de compósito foram envolvidos, proximamente à área de união, com fio ortodôntico de 0,2 mm de diâmetro. O ensaio foi conduzido com uma célula de carga de 5 kg, a uma velocidade de 0,5 mm/min, até a ruptura

Tabela 1. Condicionadores ácidos utilizados no experimento

| Condicionador | Fabricante | Concentração (%) |
|--------------------------|--------------------------------------------|------------------|
| ScotchbondEtchant | 3M ESPE, St Paul, MN, EUA | 35 |
| Ultra-etch | Ultradent do Brasil, Indaiatuba-SP, Brasil | 34 |
| Condicionador dental gel | Dentsply, Petrópolis-RJ, Brasil | 37 |
| Alfa etch | DFL, Rio de Janeiro-RJ, Brasil | 37 |
| Acid gel Dentalville | Villevie, Joinville-SC, Brasil | 37 |

das amostras. Os valores de resistência máxima fornecidos pela máquina em kgf foram convertidos em MPa por meio da seguinte fórmula: $MPa = kgf * 9,8/0,785$, sendo esse valor a área de união do cilindro com base de 1 mm de diâmetro. A média dos valores dos cilindros da amostra foi considerada como valor amostral na análise estatística. Os dados foram submetidos à ANOVA a um critério e ao teste de Tukey ($\alpha = 0,05$). Após o ensaio de cisalhamento, as superfícies de dentina foram avaliadas em microscopia óptica (Leica DFC 280, Leica microsystems, Wetzlar, Germany) sob 40x de aumento, sendo os modos de falha classificados como adesiva, mista e coesiva em dentina. O efeito do condicionador no modo de falha foi analisado pelo Teste Qui-quadrado ($\alpha = 0,05$).

RESULTADO

A Análise da Variância (ANOVA) mostrou ausência de efeito significativo de tratamento ($P = 0,238$), não evidenciando diferença estatística significativa entre os condicionadores ácidos. Os resultados estão descritos na Tabela 2. O Teste Qui-quadrado mostrou que a marca do condicionador teve significativo efeito nos modos de falhas observados no ensaio de cisalhamento ($P = 0,024$). O modo de falha das amostras está ilustrado na Figura 1. Houve grande predomínio de falhas adesivas para todos os condicionadores, exceto para Dentsply e DFL, que demonstraram similaridade entre falhas adesivas e mistas.

DISCUSSÃO

Neste estudo, cinco marcas comerciais de condicionadores ácidos foram avaliadas, não tendo sido encontrada diferença entre os valores de união obtidos pelo adesivo nos substratos condicionados. Assim, a hipótese nula do estudo foi aceita. Considerando-se que o adesivo utilizado neste estudo foi o mesmo em todas as condições experimentais, é plausível explicar os resultados com base apenas em um comportamento similar dos condicionadores.

Um fator importante para a efetividade dos condicionadores ácidos é a concentração do ácido fosfórico, que, em última análise, também influencia o seu pH¹². Todos os condicionadores ácidos utilizados apresentaram ácido fosfórico em concentrações que variavam de 30 a 40%, quantidade que se tem demonstrado efetiva na produção de padrão adequado de condicionamento da dentina^{6,13,14}. Além da concentração do condicionador ácido, o tempo de condicionamento também teve importante papel sobre o padrão de condicionamento da dentina¹⁵, sendo que o tempo de 15 segundos parece ser o ideal^{13,16}. Assim, uma vez que o tempo de condicionamento foi similar (15 segundos), poder-se-iam esperar resultados semelhantes em padrões de condicionamento, se apenas esses parâmetros (concentração e tempo) fossem observados.

Outro fator importante relacionado ao condicionamento do substrato dentinário é a viscosidade do condicionador ácido. Em relação a essa propriedade, os condicionadores ácidos apresentam-se geralmente na forma de gel, uma vez

Tabela 2. Resultados de resistência de união em MPa (n = 10)

| Condicionador ácido | Média* (Desvio padrão) |
|--------------------------|------------------------|
| Condicionador dental gel | 19,2 (4,7) |
| Ultra-etch | 16,9 (4,5) |
| ScotchbondEtchant | 16,5 (5,7) |
| Alfa etch | 15,2 (4,1) |
| Acid gel Dentalville | 14,1 (6,3) |

*Não houve diferença estatística entre as médias ($\alpha = 0,05$).

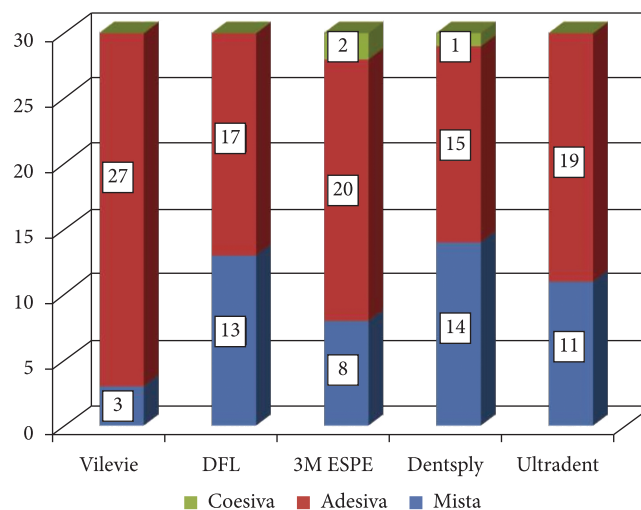


Figura 1. Modo de falha das amostras.

que a viscosidade proporciona melhor controle na área de aplicação pelo clínico, em virtude do reduzido escoamento. A viscosidade do condicionador é fornecida pela adição de agentes espessantes. A adição de sílica coloidal (5 ou 10%) ou esferas poliméricas tem sido indicada por esta não interferir na resistência de união^{17,18}. Concentrações semelhantes de ácido fosfórico contendo espessantes distintos resultam em diferentes profundidades de desmineralização, bem como em morfologia diferente de condicionamento da dentina¹⁸. Adicionalmente, a sílica, usada como espessante em alguns condicionadores, pode ficar acumulada na entrada dos túbulos dentinários, em razão da dificuldade em ser removida na lavagem, e interferir no procedimento adesivo¹⁷. Entretanto, apesar de possíveis diferenças no agente espessante entre os condicionadores utilizados, qualquer discussão a respeito dessas características é imprecisa, uma vez que a composição destes é pobremente fornecida pelos fabricantes.

Em relação à viscosidade dos condicionadores ácidos, tem sido demonstrado que a utilização da ponta da seringa aplicadora é fundamental para um efetivo condicionamento dentinário no tempo preconizado de 15 segundos^{13,19}. A pressão exercida pelo êmbolo da seringa contra a entrada, de menor área, da ponta aplicadora provoca uma redução da viscosidade do condicionador (efeito *shear thinning*)¹³. Isso resulta em maior molhamento da dentina pelo condicionador e mais efetivo condicionamento. Mesmo com possíveis diferenças na viscosidade dos condicionadores utilizados, a etapa de aplicação

de condicionamento foi realizada com a ponta da seringa para todos os procedimentos adesivos. Desse modo, espera-se que o condicionamento tenha sido efetivo com todos os procedimentos de união.

Apesar da similaridade na resistência de união encontrada neste estudo, os resultados devem ser interpretados com muita cautela. Apenas a resistência de união após 24 horas do procedimento de união foi avaliada. Tem sido demonstrado que a estabilidade da união é mais importante do que a união imediata obtida. Nos procedimentos de união utilizando adesivos convencionais, o adesivo, comumente, não penetra em toda a extensão do condicionamento, resultando em fibrilas colágenas expostas na base da camada híbrida^{14,20}. Essa camada de fibrilas colágenas desprotegidas pode ser hidrolisada ou degradada

por enzimas endógenas da dentina, reduzindo a resistência da união^{21,22}. Assim, apesar de os diferentes condicionadores avaliados neste estudo terem proporcionado resistência de união imediata semelhante, diferenças em longo prazo podem ser observadas. É preciso considerar ainda que a utilização de apenas um sistema de união também limita a extrapolação dos resultados.

CONCLUSÃO

Diante do proposto e dentro das limitações deste estudo, pode-se concluir que as diferentes marcas de condicionadores ácidos não influenciaram a resistência de união da resina composta à dentina com o sistema adesivo testado.

REFERÊNCIAS

1. Van Meerbeek B, De Munck J, Yoshida Y, Inoue S, Vargas M, Vijav P, et al. Buonocore memorial lecture. Adhesion to enamel and dentin: current status and future challenges. *Oper Dent*. 2003; 28: 215-35. PMID:12760693.
2. Marshall SJ, Bayne SC, Baier R, Tomsia AP, Marshall GW. A review of adhesion science. *Dent Mater*. 2010; 26:e11-6. PMID:20018362. <http://dx.doi.org/10.1016/j.dental.2009.11.157>
3. Montes MA, de Goes MF, Sinhorette MA. The in vitro morphological effects of some current pre-treatments on dentin surface: a SEM evaluation. *Oper Dent*. 2005; 30:201-12. PMID:15853106.
4. Torres-Gallegos I, Zavala-Alonso V, Patiño-Marín N, Martínez-Castañón G, Anusavice K, Loyola-Rodríguez J. Enamel roughness and depth profile after phosphoric acid etching of healthy and fluorotic enamel. *Aust Dent J*. 2012; 57:151-6. PMID:22624754. <http://dx.doi.org/10.1111/j.1834-7819.2012.01677.x>
5. D'Alpino PH, Pereira JC, Svizero NR, Rueggeberg FA, Carvalho RM, Pashley DH. A new technique for assessing hybrid layer interfacial micromorphology and integrity: two-photon laser microscopy. *J Adhes Dent*. 2006; 8:279-84. PMID:17080874.
6. Pelin IM, Piednoir A, Machon D, Farge P, Pirat C, Ramos SM. Adhesion forces between AFM tips and superficial dentin surfaces. *J Colloid Interface Sci*. 2012; 376:262-8. PMID:22472512. <http://dx.doi.org/10.1016/j.jcis.2012.03.013>
7. Brackett MG, Li N, Brackett WW, Sword RJ, Qi YP, Niu LN, et al. The critical barrier to progress in dentine bonding with the etch-and-rinse technique. *J Dent*. 2011; 39:238-48. PMID:21215788 PMID:3143366. <http://dx.doi.org/10.1016/j.jdent.2010.12.009>
8. Nakabayashi N, Kojima K, Masuhara E. The promotion of adhesion by infiltration of monomers into tooth substrates. *J Biomed Mater Res*. 1982; 16: 265-73. PMID:7085687. <http://dx.doi.org/10.1002/jbm.820160307>
9. Lafuente D. SEM analysis of hybrid layer and bonding interface after chlorhexidine use. *Oper Dent*. 2012; 37:172-80. PMID:22166111. <http://dx.doi.org/10.2341/10-251-L>
10. Tarçın B, Günday M, Overçoğlu HS, Türkmen C, Overçoğlu ML, Oksüz M, Ay M. Tensile bond strength of dentin adhesives on acid- and laser-etched dentin surfaces. *Quintessence Int*. 2009; 40(10):865-74. PMID:19898719.
11. Mahmoud SH, Ahmed ME, Mahmoud KM, Grawish Mel-A, Zaher AR. Effects of phosphoric acid concentration and etching duration on enamel and dentin tissues of uremic acid concentration and etching duration on enamel and dentin. An AFM study. *J Adhes Dent*. 2012; 14:215-21. PMID:22282744.
12. Marshall GW Jr, Inai N, Wu-Magidi IC, Balooch M, Kinney JH, Tagami J, Marshall SJ. Dentin demineralization: effects of dentin depth, pH and different acids. *Dent Mater*. 1997;13:338-43. [http://dx.doi.org/10.1016/S0109-5641\(97\)80104-2](http://dx.doi.org/10.1016/S0109-5641(97)80104-2)
13. Wang Y, Spencer P. Effect of acid etching time and technique on interfacial characteristics of the adhesive-dentin bond using differential staining. *Eur J Oral Sci*. 2004; 112:293-9. PMID:15154930. <http://dx.doi.org/10.1111/j.1600-0722.2004.00127.x>
14. Pashley DH, Tay FR, Breschi L, Tjäderhane L, Carvalho RM, Carrilho M, et al. State of the art etch-and-rinse adhesives. *Dent Mater*. 2011; 27:1-16. PMID:21112620. <http://dx.doi.org/10.1016/j.dental.2010.10.016>
15. Pedigão J, Lopes M. The effect of etching time on dentin demineralization. *Quintessence Int*. 2001; 32:19-26.
16. Hashimoto M, Ohno H, Kaga M, Sano H, Tay FR, Oguchi H, et al. Over-etching effects on micro-tensile bond strength and failure patterns for two dentin bonding systems. *J Dent*. 2002; 30:99-105. [http://dx.doi.org/10.1016/S0300-5712\(02\)00004-0](http://dx.doi.org/10.1016/S0300-5712(02)00004-0)
17. Pedigão J, Denehy GE, Swift EJ Jr. Silica contamination of etched dentin and enamel surfaces: a scanning electron microscopic and bond strength study. *Quintessence Int*. 1994; 25:327-33. PMID:7938417.
18. Pedigão J, May KN Jr, Wilder AD Jr, Lopes M. The effect of depth of dentin demineralization on bond strengths and morphology of the hybrid layer. *Oper Dent*. 2000; 25:186-94. PMID:11203815.
19. Faria-e-Silva AL, Silva JL, Almeida TG, Veloso FB, Ribeiro SM, Andrade TD, et al. Effect of acid etching time and technique on bond strength of an etch-and-rinse adhesive. *Acta Odontol Latinoam*. 2011; 24:75-80. PMID:22010410.

20. Breschi L, Prati C, Gobbi P, Pashley D, Mazzotti G, Teti G, et al. Immunohistochemical analysis of collagen fibrils within the hybrid layer: a FEISEM study. *Oper Dent.* 2004; 29:538-46. PMID:15470876.
21. Liu Y, Tjäderhane L, Breschi L, Mazzoni A, Li N, Mao J, et al. Limitations in bonding to dentin and experimental strategies to prevent bond degradation. *J Dent Res.* 2011; 90:953-68. PMID:21220360 PMCid:3148178. <http://dx.doi.org/10.1177/0022034510391799>
22. Mazzoni A, Carrilho M, Papa V, Tjäderhane L, Gobbi P, Nucci C, et al. MMP-2 assay within the hybrid layer created by a two-step etch-and-rinse adhesive: biochemical and immunohistochemical analysis. *J Dent.* 2011; 39:470-7. PMID:21554921. <http://dx.doi.org/10.1016/j.jdent.2011.04.004>

CONFLITOS DE INTERESSE

Os autores declaram não haver conflitos de interesse.

AUTOR PARA CORRESPONDÊNCIA

André Luis Faria-e-Silva

Departamento de Odontologia, UFS – Universidade Federal de Sergipe, Campus da Saúde, Rua Cláudio Batista, s/n, Sanatório, 49060-100 Aracaju - SE, Brasil
e-mail: fariaesilva.andre@gmail.com

Recebido: 01/11/2012

Aprovado: 06/12/2012