

ESTUDO DA PENETRAÇÃO DE AGENTES ÁCIDOS PARA O CONDICIONAMENTO DO ESMALTE DENTAL EM CIMENTOS À BASE DE HIDRÓXIDO DE CÁLCIO

Carlos Alberto dos Santos CRUZ*

Gelson Luis ADABO*

William Celso RETTONDINI*

Deiwes Nogueira de SÁ*

Francisco Pedro Monteiro da SILVA FILHO*

RESUMO: No presente trabalho foi verificada a penetração do ácido fosfórico em 3 cimentos à base de hidróxido de cálcio (Life, Renew e Prisma VLC Dycal). O método colorimétrico empregado permitiu a identificação da quantidade de fósforo presente em amostras representativas de 6 camadas sucessivas de cada material, com 0,1 mm de espessura cada uma. Os agentes condicionadores empregados foram os produtos comerciais "Scotchbond Etching Gel" - 3 M a 36,114% peso/peso e "Solução Condicionadora" - Johnson & Johnson a 36,054% peso/peso. O tempo de contato foi de 60 segundos. Os resultados mostraram que camadas de 0,1 mm de espessura para os cimentos Life e Prisma VLC Dycal e de 0,2 mm, para o cimento Renew, foram suficientes para bloquear a penetração do ácido em solução aquosa e que camadas de 0,1 mm, para os três cimentos estudados, foram suficientes para bloquear a referida penetração quando da aplicação do agente condicionador sob a forma de gel.

UNITERMOS: Hidróxido de cálcio; condicionamento ácido; proteção pulpar.

INTRODUÇÃO

A proteção do complexo dentina-polpa constitui etapa importante nos procedimentos odontológicos. Dentre os materiais atualmente disponíveis para esta finalidade destacam-se os cimentos à base de hidróxido de cálcio.

Tais produtos possuem ação bacteriostática e indutora de mineralização, favorecendo a recuperação pulpar especialmente em cavidades profundas onde é maior a agressão proporcionada pela lesão de cárie^{4,5,10}.

* Departamento de Materiais Odontológicos e Prótese - Faculdade de Odontologia - UNESP - 14800 - Araraquara - SP.

Pode-se evidenciar ainda sua capacidade de neutralizar substâncias ácidas constituindo, desta forma, efetiva barreira físico-química contra a ação irritante desenvolvida por alguns materiais posteriormente utilizados^{2,3,9,10}.

Com o advento da técnica de condicionamento ácido do esmalte dental, tornou-se de particular importância o comportamento dos cimentos à base de hidróxido de cálcio quando submetidos à ação de agentes condicionadores.

Embora o condicionamento não seja efetuado diretamente sobre o protetor pulpar, o contato de agentes ácidos com a dentina através de possíveis porosidades ou permeabilidade do mesmo poderia provocar reações e alterações pulpares, quer pela própria ação irritante do agente condicionador, quer por favorecer a posterior penetração dos componentes da resina composta^{3,7,11}.

PHILLIPS *et alii*⁷ alertam ainda que o cimento à base de hidróxido de cálcio pode amolecer ou mesmo deslocar-se da cavidade após o contato com agentes ácidos condicionadores, devendo, por isso, ser substituído após o condicionamento.

Realmente, trabalhos como os de HWAS & SANDRIK⁴, McCOMB⁵ e STEAGALL & SCHARFSTEIN¹¹ têm demonstrado elevados percentuais de solubilidade em ácido fosfórico para diversas marcas comerciais de cimentos à base de hidróxido de cálcio. Todavia, testes convencionais de solubilidade por imersão e perda de peso, embora úteis do ponto de vista comparativo, não traduzem, a nosso ver, a efetiva capacidade desses cimentos em bloquear a penetração de agentes ácidos condicionadores empregados na técnica de restauração com resinas compostas.

Assim sendo, decidimos verificar a penetração do ácido fosfórico através da determinação da quantidade de fósforo presente em amostras representativas de camadas sucessivas de $0,1 \pm 0,01$ mm de espessura dos referidos cimentos, a partir da superfície de contato com os agentes condicionadores.

MATERIAL E MÉTODOS

Material e Método de Análise

Na presente investigação, utilizamos metodologia semelhante à empregada por FREITAS *et alii*², que nos permitiu a identificação da quantidade de fósforo presente em amostras de três cimentos à base de hidróxido de cálcio (Quadro 1), a partir da superfície de contato com dois agentes para o condicionamento do esmalte dental (Quadro 2).

A análise das amostras foi realizada através do método colorimétrico originalmente proposto por AMMON & HINSBERG¹, e ligeiramente modificado por MORRISON⁶, que se baseia na formação de um composto de coloração azul cuja intensidade, proporcional à quantidade de fósforo presente na amostra, é determinada em unidades de absorbância.

QUADRO 1 – Cimentos utilizados

Código	Material	Fabricante	Reação de presa
M ₁	"LIFE"	SYBRON-KERR Ind. e Com. Ltda.	química
M ₂	"RENEW"	S.S. WHITE Artigos Dentários Ltda.	química
M ₃	"PRISMA VLC DYCAL"	CAULK-DENTSPLY Ind. e Com. Ltda.	foto-química

QUADRO 2 – Agentes condicionadores utilizados

Código	Material	Fabricante	Concentração (por peso)
A ₁	"SCOTCHBOND ETCHING GEL"	3M do Brasil Ltda.	36,114%
A ₂	"SOLUÇÃO CONDICIONADORA"	JOHNSON & JOHNSON S.A.	36,054%

As amostras foram sistematicamente colocadas em tubos de ensaio graduados e com capacidade para 15 ml. Em cada tubo foram pipetados, inicialmente, 0,3 ml de ácido sulfúrico concentrado p. a e 3,7 ml de água deionizada. A seguir, foram incorporados os reagentes principais: 1,0 ml de solução de molibdato de amônio a 2,5% e 0,01 g de ácido ascórbico sólido. Cada amostra foi então homogeneizada com bastão de vidro e levada ao banho-maria a 100°C, por 10 minutos. Após o aquecimento, os tubos de ensaio permaneceram em repouso por 30 minutos e, a seguir, as amostras tiveram seu volume final ajustado para 5,0 ml. Finalmente, os tubos foram levados à centrífuga por 10 minutos, regulada para 3.000 rotações por minuto e, por meio de espectrofotômetro digitam Modelo B-382, Micronal, ajustado no comprimento de onda de 822 nanômetros, foram realizadas as leituras da absorbância do sobrenadante, a partir de "brancos" obtidos apenas com os reagentes nas mesmas proporções.

Para a determinação da quantidade de fósforo presente em cada amostra, a partir da respectiva absorbância, foram calculadas equações de regressão linear através da análise de soluções de fosfato de sódio com concentrações conhecidas e predeterminadas de 2, 4, 6, 8 e 10 µg de fósforo por ml, adicionadas a 2,0 mg de cada

produto. Desta forma, a quantidade de fósforo presente nas amostras de cada cimento à base de hidróxido de cálcio foi determinada pela aplicação de equação específica para cada material.

Obtenção dos corpos-de-prova e respectivas amostras

Para a confecção dos corpos-de-prova, utilizamos matriz metálica cilíndrica de aço inoxidável (Fig. 1,A), na qual se encaixou um êmbolo cilíndrico, também de aço inoxidável (Fig. 1,B).

O conjunto matriz/êmbolo foi apoiado em base metálica (Fig. 1,C') com rebaixo circular central (Fig. 1,C'), no qual se apoiou o êmbolo configurado, na face superior da matriz, uma cavidade com 5 mm de diâmetro e 2 mm de profundidade (Fig. 1,E).

Este mesmo rebaixo (Fig. 1,C') permitiu posteriormente, a colocação sucessiva de 6 lâminas de aço de forma circular $0,1 \pm 0,001$ mm de espessura cada uma, as quais progressivamente deslocando o êmbolo para cima e, conseqüentemente, projetando o corpo de prova para fora da cavidade, o correspondente à espessura de cada lâmina colocada.

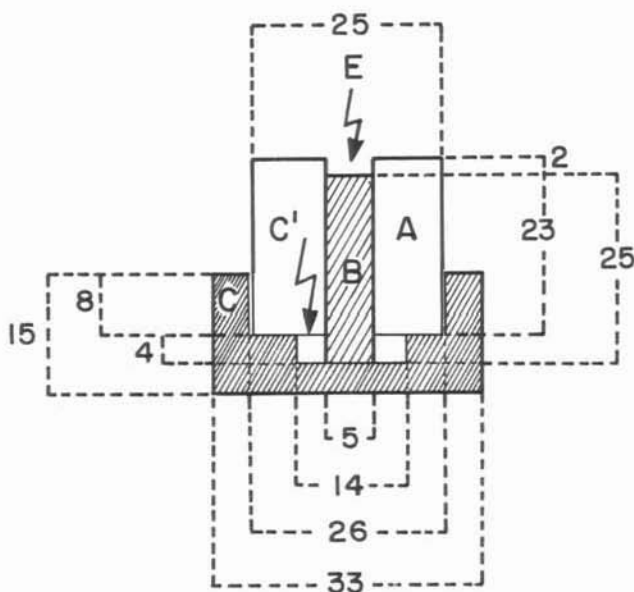


FIG. 1 - Corte esquemático do conjunto montado e respectivas dimensões (mm): A - matriz; B - êmbolo; C - base; C' - rebaixo para apoio do êmbolo e posicionamento das lâminas circulares de aço; E - cavidade para o corpo-de-prova.

Os cimentos ativados quimicamente (M_1 e M_2) foram proporcionados na relação 1:1, em peso, misturados durante 20 segundos e inseridos na cavidade da matriz. O cimento foto-ativado (M_3) foi diretamente aplicado à matriz em 3 incrementos, polimerizados por 40 segundos cada um com aparelho fotopolimerizador Heliomat (Vivadent).

Em seguida, o conjunto base/matriz/corpo-de-prova foi armazenado em estufa a 37°C e umidade de aproximadamente 100% por 10 minutos.

De cada corpo-de-prova foram retiradas seis amostras representativas de 6 camadas consecutivas, designadas por C_0 , C_1 , C_2 , C_3 , C_4 e C_5 . Cada amostra, com peso constante de 2,0 mg foi obtida por meio de cuidadosa raspagem, sistematicamente após a colocação de cada lâmina circular de aço sob o êmbolo e extrusão do corpo-de-prova.

A amostra representativa da camada inicial (C_0) foi considerada como controle. A aplicação dos agentes condicionadores (A_1 e A_2) foi efetuada somente sobre a superfície da camada seguinte (C_1), cuidadosamente e de modo a não atingir a interface do corpo-de-prova com a matriz. O tempo de contato foi de 1 minuto, seguido de abundante lavagem com água deionizada por 20 segundos e secagem com papel filtro. A seguir, foram obtidas as amostras representativas desta camada (C_1) e das camadas seguintes (C_2 , C_3 , C_4 e C_5), seguindo-se os mesmos procedimentos anteriormente descritos.

Todas as amostras, em número de dez para cada condição experimental totalizando 60 corpos-de-prova com 360 observações e respectivas absorbâncias, foram colocadas em tubos de ensaio e submetidas à ação dos reagentes para a identificação da quantidade de fósforo presente, de acordo com a equação de regressão linear previamente calculada para cada cimento.

RESULTADOS E DISCUSSÃO

Os resultados obtidos na determinação da quantidade de fósforo e expressos em microgramas foram submetidos ao modelo estatístico de Análise de Variância, cujo resumo está na Tabela 1.

A partir dos resultados da Tabela 1 foram construídas as Tabelas 2, 3 e 4, que apresentam os valores médios e respectivos erros-padrão obtidos para cada fator isoladamente, assim como os valores críticos ao nível de 5% pelo teste de Duncan. As médias estatisticamente iguais estão sublinhadas por um ou dois traços.

A análise isolada do fator Camada (C), representada na Tabela 2, evidenciou estatisticamente a penetração de ácido fosfórico até a camada C_2 , independentemente dos fatores Material e Agente Condicionador. Todavia, apenas a camada de contato (C_1) apresentou elevada quantidade de fósforo, havendo grande redução na camada seguinte (C_2).

TABELA 1 – Análise de variância dos fatores Camada (C), Material (M) e Agente Condicionador (A)

Fonte	G.L.	S.Q.	Q.M.	F _o
Camada	5	815,5330	163,1070	10.730,70*
Material	2	114,3070	57,1536	3.760,11*
Agente Condicionador	1	1,5018	1,5018	98,80*
Camada X Material	10	459,7400	45,9740	3.024,61*
Camada X Ag. Cond.	5	9,5760	1,9152	126,00*
Material X Ag. Cond.	2	1,2073	0,6036	39,71*
Camada X Mat. X Ag. Cond.	10	6,3005	0,6301	41,45*
Resíduo	324	4,9117	0,0152	—————

* = valor significativo

TABELA 2 – Médias e erro-padrão da quantidade de fósforo (μg) para Camadas (C)

C ₀	C ₁	C ₂	C ₃	C ₄	C ₅
0,0644	4,1111	0,1220	0,0676	0,0644	0,0462

erro-padrão = 0,0159

valor crítico de Duncan: $D_2 = 0,0440$

TABELA 3 – Médias e erro-padrão da quantidade de fósforo (μ) para a interação Camada (C) X Material (M)

	C ₀	C ₁	C ₂	C ₃	C ₄	C ₅
M ₁	0,0405	1,3581	0,0930	0,0292	0,0303	0,0275
M ₂	0,1381	8,4264	0,2372	0,1620	0,1542	0,1004
M ₃	0,0146	2,5487	0,0359	0,0116	0,0086	0,0106

erro-padrão = 0,0276

valor crítico de Duncan: $D_2 = 0,0764$

TABELA 4 – Médias e erro-padrão da quantidade de fósforo (μg) para a interação Camada (C) X Agente Condicionador (A)

	C ₀	C ₁	C ₂	C ₃	C ₄	C ₅
A ₁	0,0629	4,5382	0,0769	0,0649	0,0625	0,0577
A ₂	0,0659	3,6839	0,1672	0,0703	0,0662	0,0347

erro-padrão = 0,0225

valor crítico de Duncan: $D_2 = 0,0623$

Desta forma, como as amostras representaram camadas de $0,1 \pm 0,01$ mm de espessura, nossos resultados são semelhantes aos descritos por STAEHLE⁹ que evidenciou, em 1984, resistência à penetração ácida em camadas de 0,1 mm para os cimentos MPC e Life, 0,15 mm para os cimentos Reocap e Procal e 0,2 mm, para o cimento Dycal, após 60 segundos de exposição da superfície dos corpos-de-prova à solução aquosa de ácido fosfórico a 37%.

Quando analisamos o fator Material (Tabela 3), verificamos que o mesmo interferiu na penetração do ácido fosfórico independentemente do fator Agente Condicionador.

A camada controle (C₀) apresentou quantidades de fósforo, próprias e inerentes a cada produto, estatisticamente iguais para os materiais M₁ e M₃ e ligeiramente maior para o material M₂. Todavia, após o contato com o ácido (camada C₁), os valores foram estatisticamente diferentes entre si com $M_2 > M_3 > M_1$.

Por outro lado, os cimentos M₁ e M₃ mostraram igual capacidade de bloquear a penetração do ácido fosfórico na camada de contato (C₁), contrariamente ao cimento M₂ que apresentou valores estatisticamente maiores que o controle, também, na camada seguinte (C₂).

Embora nenhum autor consultado tenha relacionado diretamente permeabilidade com porcentagem de solubilidade em ácido fosfórico, os índices encontrados por McCOMB⁵, em 1983, e por PHILLIPS *et alii*⁷, em 1984, para o cimento Life de composição convencional, respectivamente 0,14 e 0,10%, são semelhantes ao percentual de 0,18% descrito, em 1985, por STANLEY & PAMEIJER¹⁰ para o cimento Prisma VLC Dycal, fotoativado.

Da mesma maneira, McCOMB⁵, em 1983, HWAS & SANDRIK⁴ e PHILLIPS *et alii*⁷, em 1984 e STEAGALL & SCHARFSTEIN¹¹, em 1987, encontraram valores percentuais de solubilidade em ácido fosfórico bem mais altos para o cimento Renew (4,35; 4,40; 3,50 e 4,25%), em comparação com o cimento Life (respectivamente 0,14; 0,90; 0,10 e 1,30%).

Essas diferenças podem ser explicadas pela composição dos cimentos estudados. Nos cimentos M_1 e M_2 , de reação química de presa, provavelmente existam diferenças no tipo de plastificante empregado na pasta "base", assim como no tipo de salicilato utilizado para a pasta "catalisadora". Já o cimento M_3 , fotoativado, possui resinas em sua composição o que poderia indicar menor solubilidade em relação aos cimentos convencionais^{3,10}.

Com relação ao fator Agente Condicionador, os valores da Tabela 4 indicam maior poder de penetração para a solução aquosa (A_2), independentemente do fator Material (M).

Esta observação parece estar de acordo com os resultados obtidos por STEAGALL & SCHARFSTEIN¹¹ que realizaram, em 1987, testes de solubilidade em 3 cimentos à base de hidróxido de cálcio (Dycal, Life e Renew) e encontraram, nos três cimentos estudados, percentuais de solubilidades maiores para o ácido fosfórico em solução aquosa a 37%, em comparação com o mesmo ácido, porém, sob a forma de gel.

Finalmente, para a verificação da interação Material X Agente Condicionador, foi construída a Tabela 5 que apresenta os valores médios, erro-padrão e valores críticos ao nível de 5% pelo teste de Duncan para a interação Camada X Material X Agente Condicionador. Da mesma forma, os valores estatisticamente iguais estão sublinhados por um ou dois traços.

TABELA 5 – Médias e erro-padrão da quantidade de fósforo (μg) para a interação Camada (C) X Material (M) X Agente Condicionador (A)

Cimento	Agente condicionador	Camada					
		C_0	C_1	C_2	C_3	C_4	C_5
M_1	A_1	<u>0,0330</u>	1,4932	<u>0,0514</u>	<u>0,0304</u>	<u>0,0384</u>	<u>0,0316</u>
	A_2	<u>0,0480</u>	1,2230	<u>0,1346</u>	<u>0,0280</u>	<u>0,0222</u>	<u>0,0234</u>
M_2	A_1	<u>0,1442</u>	9,3504	<u>0,1792</u>	<u>0,1494</u>	<u>0,1408</u>	<u>0,1306</u>
	A_2	<u>0,1320</u>	7,5024	<u>0,2952</u>	<u>0,1746</u>	<u>0,1676</u>	<u>0,0702</u>
M_3	A_1	<u>0,0116</u>	2,7710	<u>0,0040</u>	<u>0,0150</u>	<u>0,0084</u>	<u>0,0108</u>
	A_2	<u>0,0176</u>	2,3264	<u>0,0718</u>	<u>0,0082</u>	<u>0,0088</u>	<u>0,0104</u>

erro-padrão = 0,0390

valores críticos de Duncan: $D_2 = 0,1080$

$D_3 = 0,1139$

$D_4 = 0,1178$

A Tabela 5 evidenciou comportamentos estatisticamente iguais para os materiais M_1 e M_3 , quando comparamos a ação de cada agente condicionador. Por outro lado, somente a interação M_2A_2 foi diferente em termos de penetração do ácido fosfórico, pois apenas o material M_2 (Renew) quando submetido ao agente condicionador em solução aquosa (A_2) apresentou valores estatisticamente maiores também para a camada C_2 .

Tal fato provavelmente esteja relacionado ao maior poder de penetração da solução aquosa que hidrolizaria mais facilmente a estrutura do cimento, especialmente a de cimentos mais solúveis^{3,8}, enquanto a forma gelatinosa ficaria mais restrita à superfície de contato. Os valores estatisticamente maiores de A_1 em relação aos de A_2 para a camada de contato (C_1) dos três cimentos estudados podem confirmar esta observação.

Do ponto de vista clínico, a dissolução em profundidade do cimento à base de hidróxido de cálcio pode permitir o contato da parede pulpar dentinária com o próprio agente condicionador ácido ou ainda com a resina fluida posteriormente utilizada, entretanto, entendemos que a seleção de cimentos com menores índices de solubilidade, assim como a correta manipulação e observação do tempo de presa dos mesmos, aliadas à utilização de agentes condicionadores sob a forma de gel, poderiam assegurar a integridade e a eficiência destes protetores pulpares nas restaurações realizadas com a técnica de condicionamento ácido do esmalte dental.

CONCLUSÕES

De acordo com a metodologia empregada neste trabalho e com os resultados obtidos e discutidos anteriormente, concluímos que:

- Os cimentos M_1 (Life) e M_3 (Prisma VLC Dycal) apresentaram igual capacidade de bloquear a penetração do ácido fosfórico na camada de contato (0,1 mm de espessura), independentemente do tipo de agente condicionador.
- O cimento M_2 (Renew) apresentou capacidade de bloquear a penetração do ácido fosfórico na camada de contato (0,1 mm de espessura) apenas com a aplicação do agente condicionador sob a forma de gel.
- O agente condicionador em solução aquosa apresentou maior poder de penetração quando comparado à forma de gel.

CRUZ, C. A. dos S. *et alii* – Penetration of etching solution and gel into calcium hydroxide-based cements. *Rev. Odont. UNESP, São Paulo*, **19**: 173-182, 1990.

ABSTRACT: It was verified the penetration of phosphoric acid into 3 commercial calcium hydroxide-based cements (Life, Renew and Prisma VLC Dycal). The colorimetric method employed permitted the identification of phosphorus amount in representative samples of 6 successive layers 0,1 mm thick of each material. The acid etching used were the commercial products Scotchbond Etching Gel – 3M at 36.114% by weight and Solução Condicionadora – Johnson & Johnson at 36.054% by weight. The contact time was 60 seconds. The result showed that layers 0.1 mm thick for Life and Prisma VLC Dycal and 0.2 mm thick for Renew were able to block the penetration of phosphoric acid solution whereas layers 0.1 mm thick for the 3 cements were able to block the penetration of phosphoric acid gel.

KEY-WORDS: Calcium hydroxide; acid etching; dental; dental pulp capping.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. AMMON, R. & HINSBERG, K. – Colorimetrische Phosphor-und Arsensäurebestimmung mit Ascorbinsäure. *Z. physiol. Chem.*, **239**: 207-16, 1936.
2. FREITAS, A. C.; ROTHSCCHILD, Z. & ROSELINO, R. B. – Quantitative study of the penetration of phosphoric acid from zinc phosphate cement into pulp protecting material containing calcium hydroxide. *Estomat. Cult.*, **9**: 221-8, 1975.
3. FREITAS, J. F. – Resistance of hydroxide materials to phosphoric acid. *Aust. dent. J.*, **29**: 389-93, 1984.
4. HWAS, M. & SANDRIK, J. L. – Acid and water solubility and strength of calcium hydroxide bases. *J. Am. dent. Ass.*, **108**: 46-8, 1984.
5. McCOMB, D. – Comparison of physical properties of commercial calcium hydroxide lining cements. *J. Am. dent. Ass.*, **107**: 610-3, 1983.
6. MORRISON, W. R. – A fast, simple and reliable method for the microdetermination of phosphorus in biological materials. *An. Biochem.*, **7**: 218-24, 1964.
7. PHILLIPS, R. W.; CRIM, G.; SWARTZ, M. L. & CLARK, H. E. – Resistance of calcium hydroxide preparations to solubility in phosphoric acid. *J. prosth. Dent.*, **52**: 358-60, 1984.
8. PROSSER, H. J.; GROFFMAN, D. M. & WILSON, A. D. – The effect of composition on the properties of calcium hydroxide cements. *J. dent. Res.*, **61**: 1431-5, 1982.
9. STAEHLE, H. J. – Experimentelle Untersuchungen über das Oberflächenverhalten von Unterfüllungsmaterialien nach Säureexposition. *Z.W.R.*, **93**: 222-6, 1984.
10. STANLEY, H. R. & PAMEIJER, C. H. – Pulp capping with a new visible-light-curing calcium hydroxide composition. (Prisma VLC Dycal). *Oper. Dent.*, **10**: 156-63, 1985.
11. STEAGALL, L. & SCHARFSTEIN, A. – Efeito¹ dos ácidos sobre os cimentos de hidróxido de cálcio. *Rev. Ass. paul. Cirurg. Dent.*, **41**: 194-6, 1987.

Recebido para publicação em 17.10.89