

ESTUDO DO CONDICIONAMENTO ÁCIDO DA DENTINA HUMANA. AVALIAÇÃO PELO MICROSCÓPIO ELETRÔNICO DE VARREDURA

Flávia Magnani BEVILACQUA*
Sizenando de Toledo PORTO NETO**
Romeu MAGNANI***

- **RESUMO:** O objetivo deste estudo foi avaliar, pela microscopia eletrônica de varredura, o condicionamento ácido da dentina humana, por diferentes soluções e tempo de aplicação de 20 e 60 segundos. Foi feito um corte transversal na superfície oclusal dos dentes, expondo a dentina, sem provocar exposição pulpar. Para cada tratamento, as soluções ácidas foram aplicadas em dois níveis: aos 20 e 60 segundos. As soluções utilizadas foram: ácido fosfórico a 37%, ácido maleico a 10%, ácido fosfórico a 10%, ácido fluorídrico a 10%, EDTA, ácido cítrico a 10% + cloreto férrico a 3%. Após o tratamento, as amostras foram metalizadas e levadas ao microscópio eletrônico de varredura para obter fotomicrografias das superfícies condicionadas. Foram feitas análises qualitativas e quantitativas das fotomicrografias. Com base nos resultados obtidos, concluímos que: 1. visualmente, o ácido fosfórico a 37% não apresenta diferença quando aplicado por 20 ou 60 segundos com relação à morfologia da superfície dentinária, porém estatisticamente a abertura dos túbulos dentinários é maior quando o ácido é aplicado por 60 segundos; 2. na concentração de 10%, o tempo ideal de condicionamento com o ácido fosfórico e ácido maleico é de 60 segundos; 3. o ácido cítrico a 10% + cloreto férrico a 3%, aplicado por 20 ou 60 segundos, mostrou-se menos efetivo

* Mestre em Dentística – Departamento de Odontologia Restauradora – Faculdade de Odontologia – UNESP – 14801-903 – Araraquara – SP.

** Departamento de Odontologia Restauradora – Faculdade de Odontologia – UNESP – 14801-903 – Araraquara – SP.

*** Departamento de Físico-Química – Instituto de Química – UNESP – 14800-000 – Araraquara – SP.

na abertura dos túbulos dentinários, quando comparado com os ácidos fosfóricos e ácido maleico; 4. o EDTA não remove os *smear plugs*.

- PALAVRAS-CHAVE: Condicionamento ácido dentário; dentina; microscopia eletrônica de varredura.

Introdução

A partir da idéia de condicionamento ácido do esmalte, tentou-se uma união com semelhante qualidade para a dentina.¹³ Porém, esmalte e dentina são substratos de composição, estrutura e natureza biológica diferentes. Assim, surgiram os sistemas adesivos que procuram satisfazer requisitos básicos, como: proporcionar alta resistência de união com o esmalte e a dentina, estabelecer imediata e efetiva união, prevenir a penetração bacteriana e ser de fácil utilização.⁷

Os sistemas adesivos sofreram um processo evolutivo, desde os de primeira até os de quinta geração.⁷ As modificações realizadas nesses sistemas têm como objetivo promover uma união à dentina tão satisfatória quanto à obtida para o esmalte. Dentro desse contexto, a técnica de condicionamento dentinário com ácidos e utilização de adesivos hidrofílicos vem sendo considerada promissora, já que estão sendo obtidos altos valores de resistência e união.¹⁶ Existem muitas variáveis que podem influenciar no mecanismo de adesão, como as propriedades dos materiais adesivos,¹² a ação de contaminantes,⁹ e também os aspectos relacionados com o condicionamento ácido do esmalte e dentina. Assim, consideramos oportuno avaliar, pela microscopia eletrônica de varredura, o condicionamento ácido da superfície dentinária por diferentes soluções e tempos de aplicação de 20 e 60 segundos.

Material e método

Preparo e tratamento dos dentes

Foram selecionados 14 terceiros molares humanos recém-extraídos e isentos de cárie, de pacientes jovens (18-25 anos). As coroas foram separadas das raízes dos dentes 2 mm abaixo do limite cemento-esmalte. Foi realizado um corte transversal da superfície oclusal para se obter uma superfície oclusal plana, sem provocar exposição pulpar. A quantidade de dentina remanescente foi de aproximadamente 1 mm, correspondente à distância entre

a superfície externa e a polpa.⁴ Com o mes-mo disco diamantado sob refrigeração, foi realizado um sulco central na superfície oclusal (sentido V-L), para obtenção de duas hemi-superfícies (Figura 1). Por último, foi feita uma pequena demarcação em uma das hemi-superfícies, para que se pudesse diferenciar a hemi-superfície onde o ácido foi aplicado por 20 segundos daquela onde este foi aplicado por 60 segundos. Os corpos-de-prova foram armazenados em solução de formol a 10% até o momento de receberem o tratamento desejado.⁵ Os corpos-de-prova foram divididos em 7 grupos e as soluções ácidas foram aplicadas (Quadro 1).

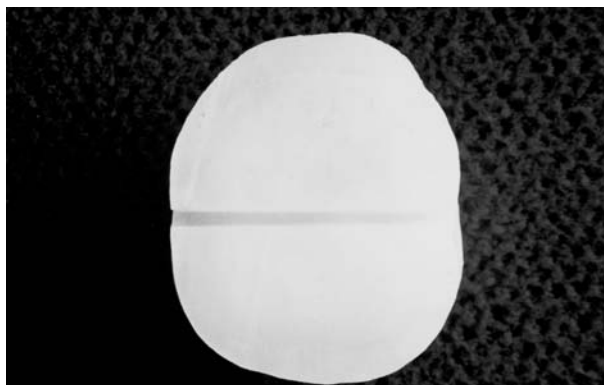


FIGURA 1 – Discos de dentina com duas hemi-superfícies.

Quadro 1 – Sigla/Tratamento, Marca comercial, Concentração/Tipo de solução ácida e Distribuidor

Sigla/ Tratamento	Marca comercial	Concentração Tipo	Distribuidor
T1	Controle	Controle	Controle
T2	Pro Bond	Ácido Fosfórico 37%	DENTISPLY
T3	Scotchbond Multi Uso	Ácido Maleico 10%	3M
T4	Multi Bond Alpha	Ácido Fosfórico 10%	DFL
T5	Multi Bond Alpha	Ácido Fluorídico 10%	DFL
T6	EDTA	EDTA	ODAHCAM
T7	Amalgambond	Ácido Cítrico 10% Cloreto Férrico 3%	PARKELL

Microscopia eletrônica de varredura

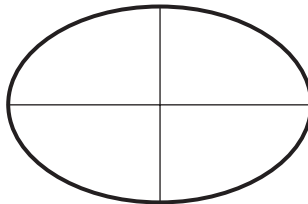
Cada corpo-de-prova foi fixado ao suporte do Microscópio Eletrônico de Varredura e levado ao metalizador, onde recebeu cobertura com ouro-paládio por evaporação. Obtivemos então as fotomicrografias das superfícies visualizadas.

Análise qualitativa das fotomicrografias

As fotomicrografias foram analisadas e as características morfológicas visualizadas foram descritas.

Análise quantitativa

Procurou-se estudar a área das aberturas dos túbulos dentinários das superfícies tratadas com soluções que promoveram aberturas passíveis de medição: T2, T3, T4, T7. Para isso, como os orifícios dos túbulos apresentavam-se sob a forma elíptica, foram medidas as larguras horizontais (a) e verticais (b) de cada orifício, com o auxílio de uma lupa graduada (Figura 2). Utilizou-se o teste estatístico de Kruskal Wallis.



$$\text{Área} = x \cdot b \cdot \pi$$

FIGURA 2 – Medida da área das extremidades dos túbulos.

Resultado

Análise qualitativa

Como resultado foram obtidos diferentes aspectos morfológicos do terço oclusal da superfície dentinária mediante o emprego de diferentes soluções ácidas em concentrações variadas e tempos de 20 e 60 segundos.

Portanto, os diferentes aspectos morfológicos podem ser visualizados pelas fotomicrografias obtidas pelo Microscópio Eletrônico de Varredura, com aumento de 2.000 vezes, que estão relacionadas nas Figuras de 3 a 15.

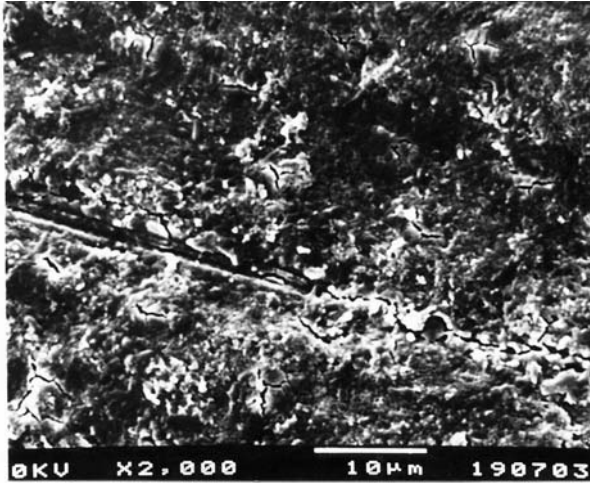


FIGURA 3 – Aspecto morfológico da superfície dentinária sem condicionamento ácido (T1).

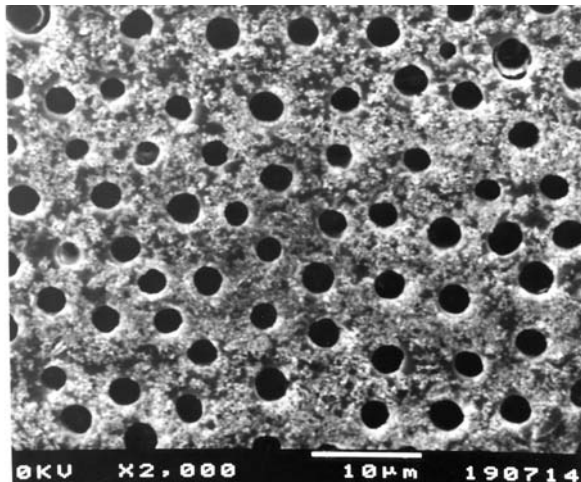


FIGURA 4 – Aspecto morfológico da superfície dentinária tratada com ácido fosfórico a 37% por 20 segundos (T2).

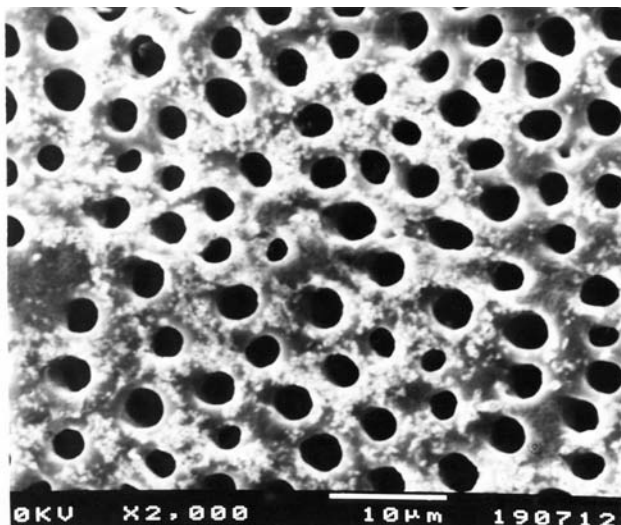


FIGURA 5 – Aspecto morfológico da superfície dentinária tratada com ácido fosfórico a 37% por 60 segundos (T2).

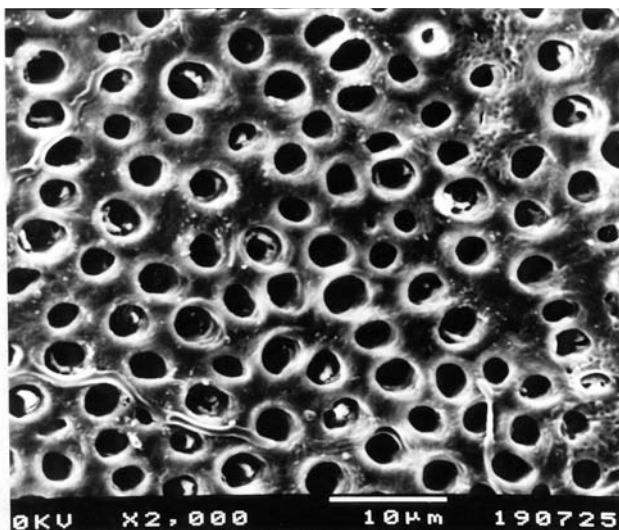


FIGURA 6 – Aspecto morfológico da superfície dentinária tratada com ácido maleico a 10% por 20 segundos (T3).

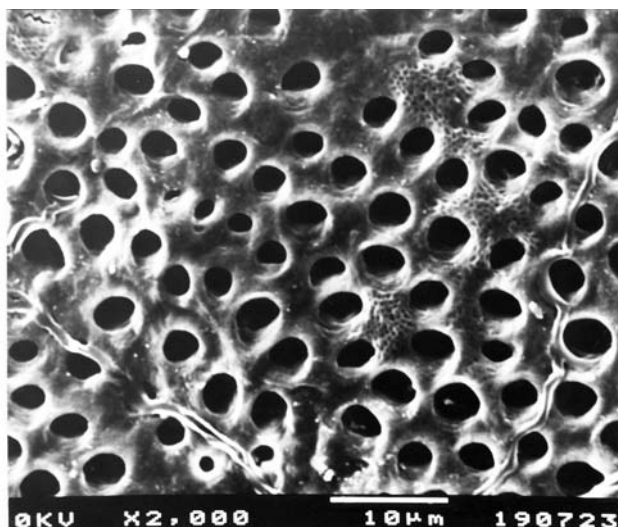


FIGURA 7 – Aspecto morfológico da superfície dentinária tratada com ácido maleico a 10% por 60 segundos (T3).

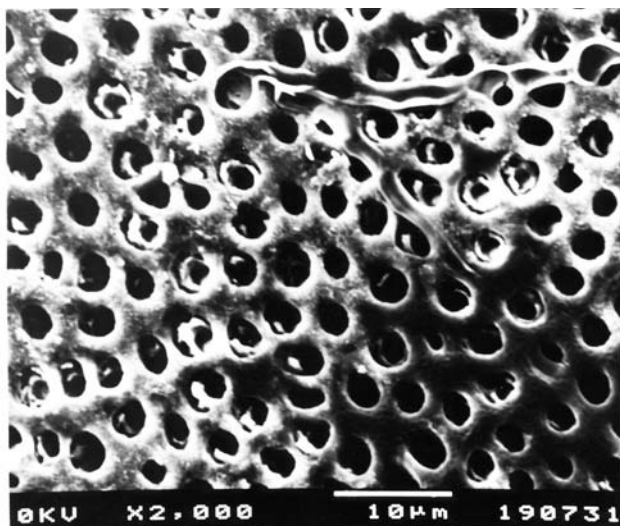


FIGURA 8 – Aspecto morfológico da superfície dentinária tratada com ácido fosfórico a 10% por 20 segundos (T4).

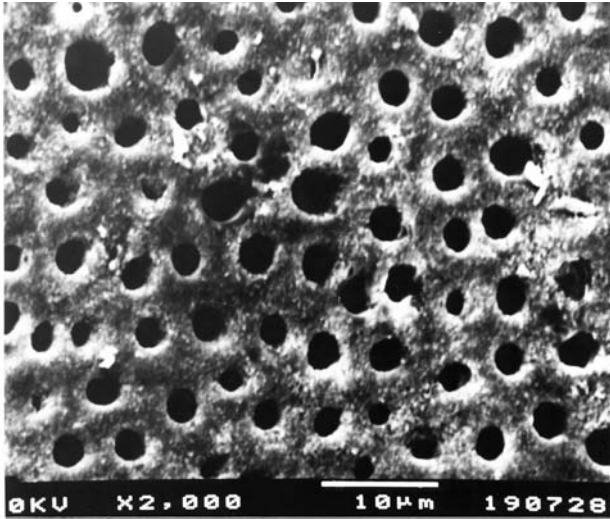


FIGURA 9 – Aspecto morfológico da superfície dentinária tratada com ácido fosfórico a 10% por 60 segundos (T4).

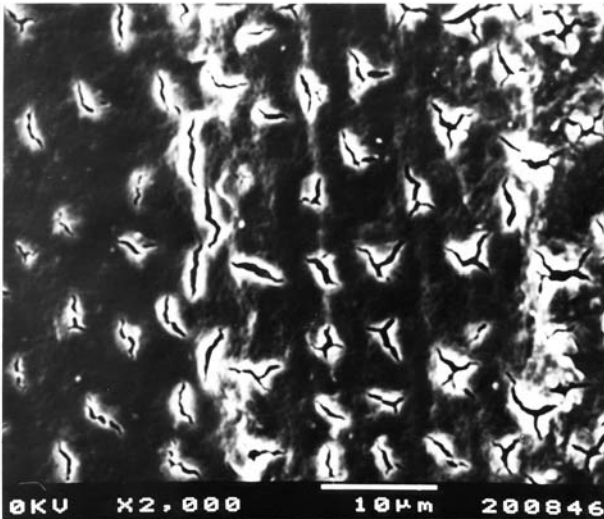


FIGURA 10 – Aspecto morfológico da superfície dentinária tratada com ácido fluorídrico a 10% por 20 segundos (T5).

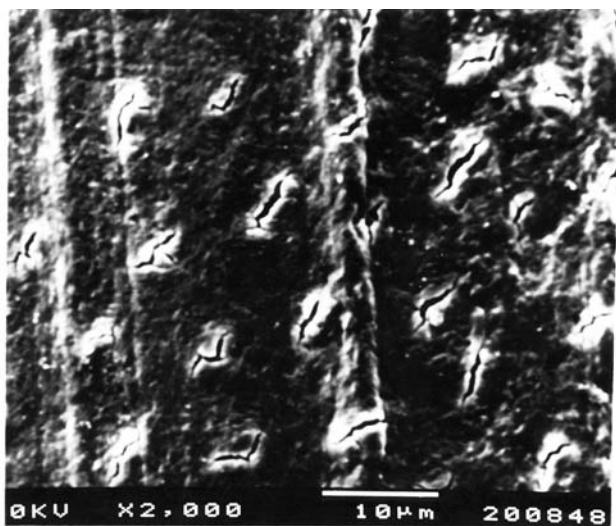


FIGURA 11 – Aspecto morfológico da superfície dentinária tratada com ácido fluorídrico a 10% por 60 segundos (T5).

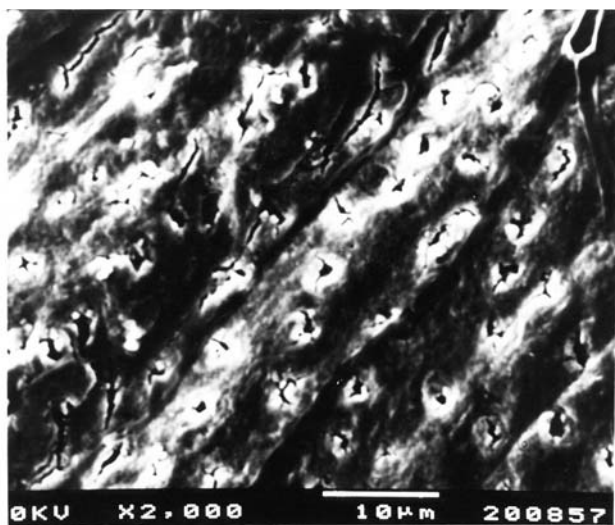


FIGURA 12 – Aspecto morfológico da superfície dentinária tratada com EDTA por 20 segundos (T6).

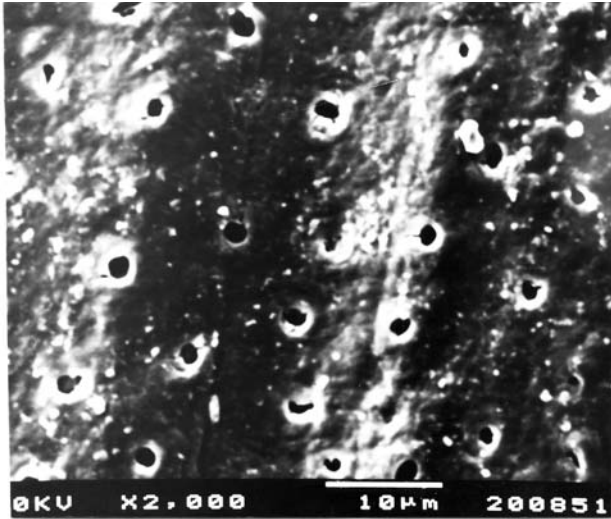


FIGURA 13 – Aspecto morfológico da superfície dentinária tratada com EDTA por 60 segundos (T6).

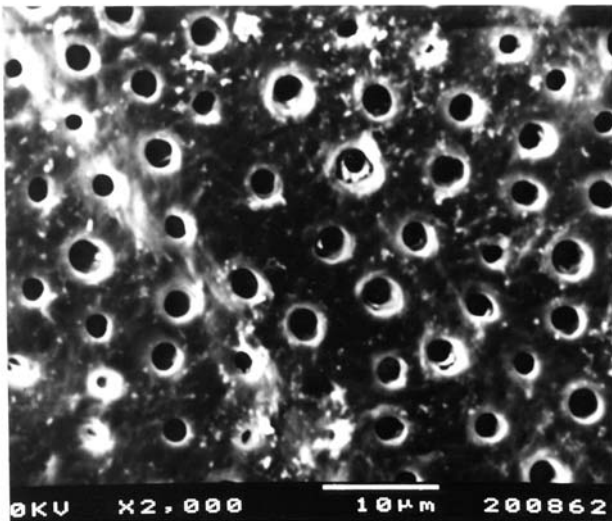


FIGURA 14 – Aspecto morfológico da superfície dentinária tratada com ácido cítrico 10% + cloreto férrico 3% por 20 segundos (T7).

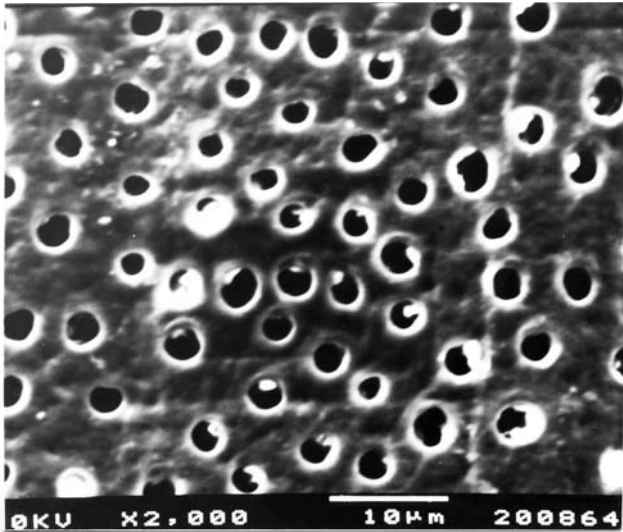


FIGURA 15 – Aspecto morfológico da superfície dentinária tratada com ácido cítrico 10% + cloreto férrico 3% por 60 segundos (T7).

Análise quantitativa

Em nível de 5% de significância, pode-se verificar que realmente as áreas médias dos túbulos aumentam significativamente com um tempo maior de exposição, isto é, com 60 segundos de exposição a abertura média dos túbulos é maior do que com apenas 20 segundos (Figura 16). Além disso, considerando apenas os resultados com 20 segundos de exposição, as aberturas médias dos túbulos devidas às soluções T2(20) e T3(20) não diferem entre si, mas são significativamente maiores do que as outras. As áreas médias devidas à solução T7(20) são menores que qualquer outra.

Tomando como base as exposições por 60 segundos, verifica-se que a área média relativa à solução T7(60) é significativamente menor que todas as outras e que entre T7(20) e T7(60) não há diferença (Tabela 1).

Tabela 1 – Comparações dos efeitos de pares de soluções ácidas. (1) = Ácido Maleico 10% por 20 seg., (2) = Ácido Maleico 10% por 60 seg., (3) = Ácido Fosfórico 37% por 20 seg., (4) = Ácido Fosfórico 37% por 60 seg., (5) = Ácido Fosfórico 10% por 20 seg., (6) = Ácido Fosfórico 10% por 60 seg., (7) = Ácido Cítrico 10% + Cloreto Férrico 3% por 20 seg. e (8) = Ácido Cítrico 10% + Cloreto Férrico 3% por 60 seg. quanto às áreas médias de abertura de túbulos dentários

Par	Ri	Rj	Ni	Nj	MRi	MRj	MRi-MRj	d.m.s	
1,2	34850,0	38306,5	101	99	345,05	386,93	41,88	74,36	ns
1,3	24387,5	34850,0	101	68	358,64	345,05	13,59	82,47	ns
1,4	20929,0	34850,0	101	67	312,37	345,05	32,68	82,84	ns
1,5	34850,0	14593,0	101	69	345,05	211,49	133,56	82,12	*
1,6	34850,0	22734,0	101	59	345,05	385,32	40,27	86,15	ns
1,7	34850,0	5228,0	101	56	345,05	93,36	251,69	87,60	*
1,8	34850,0	10741,0	101	63	345,05	170,49	174,56	84,41	*
2,3	24387,5	38306,5	99	68	358,64	386,93	28,29	82,81	ns
2,4	20929,0	38306,5	99	67	312,37	386,93	74,56	83,17	ns
2,5	38306,5	14593,0	99	69	386,93	211,49	175,44	82,45	*
2,6	38306,5	22734,0	99	59	386,93	385,32	1,61	86,47	ns
2,7	38306,5	5228,0	99	56	386,93	93,36	293,58	87,91	*
2,8	38306,5	10741,0	99	63	386,93	170,49	216,44	84,73	*
3,4	24387,5	20929,0	68	67	358,64	312,37	46,27	90,50	ns
3,5	24387,5	14593,0	68	69	358,64	211,49	147,15	89,84	*
3,6	24387,5	22734,0	68	59	358,64	385,32	26,68	93,54	ns
3,7	24387,5	5228,0	68	56	358,64	93,36	265,28	94,87	*
3,8	24387,5	10741,0	68	63	358,64	170,49	188,15	91,94	*
4,5	20929,0	14593,0	67	69	312,37	211,49	100,88	90,18	*
4,6	20929,0	22734,0	67	59	312,37	385,32	72,95	93,87	ns
4,7	20929,0	5228,0	67	56	312,37	93,36	219,02	95,19	*
4,8	20929,0	10741,0	67	63	312,37	170,49	141,88	92,27	*
5,6	14593,0	22734,0	69	59	211,49	385,32	173,83	93,23	*
5,7	14593,0	5228,0	69	56	211,49	93,36	118,14	94,56	*
5,8	14593,0	10741,0	69	63	211,49	170,49	41,00	91,62	ns
6,7	22734,0	5228,0	59	56	385,32	93,36	291,96	98,09	*
6,8	22734,0	10741,0	59	63	385,32	170,49	214,83	95,25	*
7,8	10741,0	10741,0	56	63	191,80	170,49	21,31	96,56	ns

* significativo em nível de 5%. N: número de repetições, R: posto, MR: posto médio, d.m.s.: diferença mínima significativa.

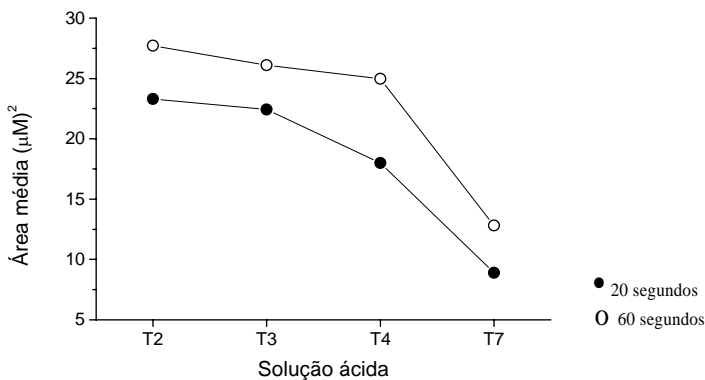


FIGURA 16 – Áreas médias das aberturas dos túbulos dentinários relativas às soluções ácidas empregadas.

Discussão

Alguns autores^{2,8} relatam achados que vão ao encontro dos nossos resultados, mostrando que, com a utilização do ácido fosfórico a 37% no tratamento T2, tanto por 20 como por 60 segundos, ocorre uma completa remoção da *smear layer* e dos *smear plugs*, e que, estatisticamente, o diâmetro dos túbulos dentinários é maior quando a solução é aplicada por 60 segundos. Outros trabalhos^{3,10} utilizam o ácido fosfórico em concentrações próximas a 37%, obtendo também os mesmos resultados descritos acima. Por outro lado, Torney,¹⁶ testando o ácido fosfórico a 37% com 7% de óxido de zinco em dentina por 30, 60 e 120 segundos, relatou que, aos 30 segundos, encontrou uma superfície de dentina lisa, com muitos restos de detritos. Entretanto, aos 60 e 120 segundos, encontrou superfície lisa e limpa, com túbulos dentinários amplamente abertos e áreas peri e intertubular arredondadas, afirmando que o tempo ideal para condicionamento é de 60 segundos.

Nossos resultados são discordantes com os resultados encontrados por Goes⁶ e Uno & Finger.¹⁷ Esses autores encontraram remoção de *smear layer* e *smear plug* com a utilização do ácido fosfórico a 10% por 20 e 60 segundos. Nossos resultados mostram que, embora o ácido fosfórico a 10%, no tratamento T4, tenha removido completamente a *smear layer* quando utilizado por 60 segundos, isso não aconteceu no tempo menor. Quando aplicado por 20 segundos, pudemos observar ainda a presença de *smear plug* na extremidade dos túbulos dentinários, e que estatisticamente a área média das

aberturas dos túbulos dentinários era menor que quando aplicado por 60 segundos.

Com relação à combinação de ácido cítrico a 10% com cloreto férrico a 3% testada no tratamento T7, nossos resultados mostram que, quando esta é aplicada por 20 ou 60 segundos, ocorre remoção completa da *smear layer*, havendo indícios de restos de *smear plugs* nas extremidades de alguns túbulos. Essa combinação mostra-se menos efetiva que o ácido fosfórico a 37% e 10% e que o ácido maleico a 10%, quanto à abertura dos túbulos dentinários, mesmo quando aplicada por 60 segundos.

O ácido maleico a 10% foi testado por Goes.⁶ Essa pesquisa confirma nossos resultados que mostram uma remoção completa da *smear layer* quando o ácido maleico a 10%, no tratamento T3, é aplicado por 60 segundos, diferentemente do que ocorre quando aplicado por 20 segundos, quando observamos ainda a presença de *smear plug* e área das aberturas dos túbulos dentinários.

Bertolotti¹ relatou que o EDTA remove a *smear layer* sem que ocorra nenhuma concavidade superficial significativa, ou seja, os *smear plugs* não são totalmente removidos. Foi exatamente o que encontramos em nossos resultados, ou seja, no tratamento T6, o EDTA mostra pouca eficiência com relação à remoção completa da *smear layer*; quando aplicado por 20 segundos, causa apenas uma ligeira solubilização da *smear layer* e, quando aplicado por 60 segundos, remove essa camada de forma parcial. Também encontramos respaldo no trabalho de Soh & Shidu,¹⁴ que não observaram penetração de adesivo no interior da dentina, mostrando que o uso desse ácido não reduz a formação de “gaps” marginais. Porém, alguns autores discordam desses resultados.^{3,11}

Conclusão

- O ácido fosfórico a 37% não apresenta diferença quando aplicado por 20 ou 60 segundos com relação à morfologia da superfície dentinária, porém estatisticamente a abertura dos túbulos dentinários é maior quando o ácido é aplicado por 60 segundos.
- Na concentração de 10%, o tempo ideal de condicionamento com o ácido fosfórico e ácido maleico é de 60 segundos para que haja remoção de *smear layer* e *smear plugs*.

- O ácido cítrico a 10% e cloreto férrico a 3% aplicados por 20 ou 60 segundos mostraram-se menos efetivos na abertura dos túbulos dentinários, quando comparado com os ácidos fosfóricos e ácido maleico.
- O EDTA não remove os *smear plugs*.

BEVILACQUA, F. M., PORTO NETO, S. de T., MAGNANI, R. Study of human dentin acid conditioning. An evaluation through the scanning electronic microscopy. *Rev. Odontol. UNESP (São Paulo)*, v.29, n.1-2, p.129-144, 2000.

- **ABSTRACT:** *The aim of this work was to evaluate the human dentin acid etching through scanning electronic microscopy, using different solutions, which were applied for 20 and 60 seconds. The solutions applied were: 37% phosphoric acid, 10% phosphoric acid, 10% phluoridric acid, EDTA, and 10% citric acid + 3% ferric chloride. After treatment, samples were metalled and observed at the scanning electronic microscope in order to get photomicrographies of the etched surfaces. Those photomicrographies were analyzed both quantitatively by and qualitatively. The results showed that: 1. 37% phosphoric acid does not show any difference when applied for 20 or 60 seconds in relation to the dentin surface morphology, but the dentin tubules orifices are statistically wider when the acid is applied for 60 seconds; 2. when 10% phosphoric and maleic acids are used, the etching ideal time is 60 seconds; 3. 10% citric acid + 3% ferric chloride, applied for 20 or 60 seconds, is less effective for opening dentin tubules, when compared to the phosphoric and maleic acid action; 4. EDTA does not remove the smear plugs.*
- **KEYWORDS:** *Dentin acid etching; dentin; scanning microscopy electronic.*

Referências bibliográficas

- 1 BERTOLOTTI, R. L. Conditioning of the dentin substract. *Oper. Dent.*, v.17, supl.5, p.131-6, 1992.
- 2 BRANNSTROM, M., NORDENVALL, K. J. The effect of acid etching on enamel, dentin, and the surface of the resin restoration: a scanning electron microscopy investigation. *J. Dent. Res.*, v.56, p.917-23, 1977.
- 3 CAGIDIACO, M. C. et al. Comparison of in vivo and *in vitro* demineralized dentin with phosphoric and maleic acid. *J. Dent. Child.*, v.64, p.17-21, 1997.

- 4 CANDIDO, M. S. M. *Efeito de alguns agentes de limpeza sobre a dentina observado através da microscopia eletrônica de varredura*. Bauru, 1980. 103p. Dissertação (Mestrado em Dentística Restauradora) – Faculdade de Odontologia, Universidade de São Paulo.
- 5 CLARK, G. *Staining procedures*. 3.ed. Baltimore: Willians & Wilkings, 1973.
- 6 GOES, M. F. *Efeito do tempo na qualidade do condicionamento promovido pelos ácidos fosfórico e maleico em esmalte e dentina*. Piracicaba, 1994. 77p. Tese (Livre-Docência) – Faculdade de Odontologia, Universidade Estadual de Campinas.
- 7 _____. Evolução dos sistemas adesivos de 1ª à 5ª geração. Desenvolvimento e considerações técnicas. *Rev. Dental Gaucho*, p.10-1, 1997.
- 8 GWINNETT, A J., KANCA III, J. Micromorphological relationship between resin and dentin *in vivo* and *in vitro*. *Am. J. Dent.*, v.5, p.19-23, 1992.
- 9 HORMATI, A. A., FULLER, J. L., DENEHY, G. E. Effects of contamination and mechanical disturbance on the quality of acid-etched enamel. *J. Am. Dent. Assoc.*, v.100, p.34-8, 1980.
- 10 KUGEL, G., HABIB, C., ZAMMITTI, S. Enamel and dentin surfaces treatment with adhesion conditioners using the enviromental scanning electron microscope. *J. Dent. Res.*, v.72, p.386, 1993. (Abstract 2260)
- 11 MEYRON, S. D. et al. Smear removal agents: a quantitative studying *in vivo* and *in vitro*. *J. Prosthet. Dent.*, v.57, p.174-9, 1987.
- 12 NEWMAN, G. V. et al. Acrylic adhesives for bonding attachments to tooth surfaces. *Angle Orthod.*, v.38, p.12-8, 1968.
- 13 SODERHOLM, K. J. Does resin based dentin bonding work? *Int. Dent. J.*, v.45, p.371-81, 1995.
- 14 SOH, G., SIDHU, S. K. The effect of smear layer removal on arginal contraction gaps. *J. Oral Rehabil.*, v.21, p.411-7, 1994.
- 15 SWIFT JUNIOR, E. J. et al. Bonding enamel and dentin: a brief history and state of the art. *Quintessence Int.*, v.26, p.95-110, 1995.
- 16 TORNEY, D. L. The retentive ability of acid-etched dentin. *J. Prosthet. Dent.*, v.39, p.169-72, 1978.
- 17 UNO, S., FINGER, W. J. Effects of acidic conditioners on dentine demineralization and dimension of hybrid layers. *J. Dent.*, v.24, p.211-6, 1996.