

AVALIAÇÃO DA RESISTÊNCIA COESIVA DE SISTEMAS ADESIVOS SIMPLIFICADOS APÓS 12 MESES DE ARMAZENAMENTO EM SALIVA ARTIFICIAL

Roberto César do Amaral *

Andressa Ferla **

Marina Polo ***

André Figueiredo Reis ****

Resumo

O objetivo do presente estudo foi avaliar os valores de resistência coesiva no período de 12 meses das versões simplificadas de um sistema adesivo convencional e de um autocondicionante. 20 corpos de prova ($n = 20$) em forma de ampulheta foram confeccionados para cada grupo testado, sendo divididos em dois grupos experimentais em dois tempos, imediato e após 12 meses: Grupo 1 (G1/SB/IM): Adper Single Bond® (imediato); Grupo 2 (G2/SB/12M): Adper Single Bond® (12 meses); (G3/EO/IM): Adper Easy One® (imediato) e (G4/EO/12M): Adper Easy One® (12 meses). Os corpos de prova foram confeccionados em uma matriz metálica específica com 2,0 mm de profundidade na forma de ampulhetas, sendo fotoativados com uma fonte de luz Led a 1200 mW/cm². A área de seção transversal dos (corpos de provas) em forma de ampulheta foi mensurada com um paquímetro digital e eles foram submetidos ao ensaio mecânico de microtração com velocidade de 1 mm/min. Os resultados foram analisados estatisticamente pelos testes de ANOVA e teste de Tukey ($\alpha = 0,05$). A resistência de união em MPa e o desvio padrão (δp) foram os seguintes: (G1/SB/IM) = $16,8 \pm 11,4$; (G2/SB/12M) = $6,2 \pm 3,0$; (G3/EO/IM) = $21,15 \pm 2,9$ e (G4/EO/12M) = $4,1 \pm 3,1$. No tempo imediato e na comparação entre os sistemas adesivos, o EO apresentou melhor desempenho, sendo os valores estatisticamente significativos ($p < 0,05$). Já ao longo do tempo, ambos sistemas (EO e SB) degradaram muito e não apresentaram diferenças significantes ($p > 0,05$). Ambos adesivos, ao longo do tempo, degradam muito, o que foi observado pelos baixíssimos valores encontrados.

Palavras-chave: Adesivos dentinários. Autocondicionantes. Resistência coesiva. Armazenamento.

1 SIGNIFICÂNCIA CLÍNICA

A tendência dos materiais restauradores adesivos nos dias atuais é encontrar um material com uma eficácia adesiva duradoura e de fácil aplicação. As formulações simplificadas dos sistemas adesivos convencionais e autocondicionantes são muito atrativas do ponto de vista clínico, porém, quanto mais simplificado um sistema adesivo é, mais ele se torna hidrofílico, podendo assim, comprometer a eficácia desse produto. Dessa maneira, testes mecânicos *in vitro*, avaliando esses materiais, simulando uma situação clínica ao longo do tempo, podem fornecer respostas da durabilidade dos procedimentos restauradores.

2 INTRODUÇÃO

A odontologia adesiva praticada nos dias de hoje permite que restaurações sejam cada vez mais conservadoras e que os materiais restauradores possam ser unidos à estrutura dentária, sem necessidade de desgastes adicionais, para manter as restaurações em posição como era preconizado algumas décadas atrás (DEGRANGE; ROULET, 1997).

* Doutorando em Dentística Restauradora pela Universidade Guarulhos, SP; Professor de Odontologia da Universidade do Oeste de Santa Catarina de Joaçaba; Avenida Santa Terezinha, Edifício Centro Profissional, sala 106, Joaçaba, SC, 89600-000; roberto.amaral@unoesc.edu.br

** Cirurgiã-Dentista graduada pelo Curso de Odontologia da Universidade do Oeste de Santa Catarina de Joaçaba; dessinha_ne@hotmail.com

*** Cirurgiã-Dentista graduada pelo Curso de Odontologia da Universidade do Oeste de Santa Catarina de Joaçaba; mainapolo@hotmail.com

**** Professor Doutor do curso de pós-graduação (Mestrado e Doutorado) da Universidade Guarulhos, São Paulo; reisandre@yahoo.com.br

Os materiais responsáveis por esta união do material restaurador com as estruturas dentais são os sistemas adesivos. Estes são materiais com diferentes viscosidades, caracterizados por combinações de monômeros hidrofílicos e hidrofóbicos com boa capacidade de molhabilidade pelo esmalte e pela dentina (DE MUNK et al., 2005; CARVALHO et al., 2004; VAN MEERBEEK et al., 2003).

Atualmente, os sistemas adesivos são classificados de acordo com o mecanismo de interação entre os substratos dentais, e o que difere um sistema do outro diz respeito à utilização ou não do condicionamento ácido prévio, ou seja, aplicar o ácido fosfórico como um passo separado para desmineralizar os tecidos duros para que os monômeros resinosos do material possam preencher as áreas desmineralizadas pela ação do ácido, e a união do material restaurador com o dente possa ocorrer (VAN MEERBEEK et al., 2003; VAN LANDUYT et al., 2008; REIS; LOGUERCIO, 2007).

Já os sistemas autocondicionantes não possuem a etapa da aplicação do ácido como um passo separado, ou seja, o ácido está incorporado na composição do material na forma de monômeros acídicos. Estes possuem a capacidade de infiltrar e desmineralizar ao mesmo tempo (VAN MEERBEEK et al., 2003; MARTINS et al., 2008).

Outra maneira como os sistemas adesivos são classificados depende de como os passos do condicionamento ácido, a aplicação de primer e a aplicação do componente hidrofóbico são combinados. Dessa forma, os sistemas adesivos que preconizam o condicionamento ácido prévio e os sistemas autocondicionantes possuem versões simplificadas para reduzir o número de passos operatórios e facilitar a aplicação (MARTINS et al., 2008; TAY; PASHLEY; PETERS, 2003).

Cada material apresenta uma composição própria, diferentes quantidades de monômeros hidrofílicos, hidrofóbicos e solventes, sendo estes indispensáveis para uma efetiva união. É fundamental que o clínico conheça a função básica de cada componente para saber selecionar o material e indicá-lo em cada situação clínica (LOGUERCIO et al., 2007).

As versões mais simplificadas dos sistemas adesivos possuem, em sua composição, uma maior quantidade de monômeros hidrofílicos e quanto mais hidrofílico for um material mais suscetível à degradação será a interface de união ao longo do tempo (SADEK et al., 2010).

Portanto, os sistemas convencionais de dois passos e os sistemas autocondicionantes de passo único são os materiais com a maior susceptibilidade de degradação hidrolítica ao longo do tempo (REIS; LOGUERCIO, 2007). Com o objetivo de verificar essa degradação, o presente estudo buscou comparar os resultados de resistência coesiva de sistemas adesivos simplificados no tempo inicial e após doze meses de armazenamento em saliva artificial.

3 MATERIAL E MÉTODOS

3.1 DELINEAMENTO DO ESTUDO E MATERIAIS UTILIZADOS

O presente estudo trata-se de uma pesquisa laboratorial *in vitro* avaliando as propriedades mecânicas de resistência coesiva dos sistemas adesivos simplificados convencionais e autocondicionantes a longo prazo.

Os materiais simplificados empregados no presente estudo foram: sistema adesivo convencional de 2 passos Adper Single Bond (3M ESPE, St Paul, MN, EUA) e sistema adesivo autocondicionante de passo único Adper Easy One (3M ESPE, St Paul, MN, EUA). A composição dos sistemas adesivos utilizados está disposta na Tabela 1.

Esse estudo foi realizado em duas etapas laboratoriais para mensurar as propriedades mecânicas de cada sistema adesivo nos tempos imediato e após 12 meses de armazenamento em saliva artificial em estufa a 37 °C.

Tabela 1 – Composição dos sistemas adesivos simplificados. Fonte: 3M ESPE

Adper Single Bond®	Etanol, água, Bis-GMA, 5 nmsilano tratados com sílica colidal, 2-hidroxietil metacrilato, glicerol, dimetacrilato, metacrilato funcional copolímero de poliacrílico e ácido politacônico, dimetacrilato de diuretano
Adper Easy One®	Metacrilato de 2 hidroxietila, bismetacrilato de (1-metiletilidieno) bis [4,1-fenilenooxi (2-hidroxi-3,1-propanodiilo)], água, álcool etílico, ácido fosfórico-6-meta-criloxi-hexilésteres, sílica tratada com silício, dimetacrilato 1,6-hexanodiol, copolímero de acrílico e ácido itacônico, metacrilato de 2-dimetilaminoetil, canforoquinona e difenil (2,4,6- trimetilbenzoi) –óxido de fosfina

Fonte: os autores.

3.2 CONFECÇÃO DOS CORPOS DE PROVA

Para a confecção dos corpos de prova com adesivos puros, foi utilizado um dispositivo de matrizes metálicas (Odeme, Joaçaba, SC, Brasil) para conformar o corpo de prova na forma de ampulhetas fixadas por meio de parafusos a uma base metálica. Essa forma apresenta uma profundidade de 2,0 mm e largura de 3,0 mm. Cada matriz tinha capacidade de originar até cinco corpos de prova.

Na primeira etapa laboratorial, algumas considerações foram usadas para usar as matrizes para auxiliarem a obter melhores resultados na confecção dos corpos de prova:

- a) para facilitar a remoção dos corpos de prova e também como forma de aumentar o vedamento da matriz, posicionou-se entre a lâmina e a base da matriz, uma tira de poliéster, só então foi parafusado.
- b) utilizou-se um pouco de vaselina no alojamento da lâmina para facilitar a remoção dos corpos de prova.
- c) foram confeccionados 20 corpos de prova para cada sistema adesivo testado nos diferentes tempos. Assim os corpos de provas (cps) foram divididos em quatro Grupos: Grupo 1: Adper Single Bond (imediato) (G1/SB/IM); Grupo 2: Adper Single Bond (12 meses) (G2/SB/12M); Grupo 3: Adper Easy One (imediato) (G3/EO/IM) e Grupo 4: Adper Easy One (12 meses) (G4/EO/12M).
- d) foram inseridos os sistemas adesivos correspondentes em forma de “gotas” até preencher os espaços da matriz. Utilizou-se um fotopolimerizador de luz de Led Gnatus (Ribeirão Preto, São Paulo, Brasil), com densidade de potência de 1200mW/cm², aferido em radiômetro por um tempo de 10 segundos em cada orifício.
- e) após a polimerização de todos os alojamentos os parafusos foram removidos, só então se conseguiu retirar o corpo de prova do alojamento.

3.3 TESTES DE RESISTÊNCIA COESIVA

Para o teste de resistência coesiva, por meio da microtração, foram confeccionados 20 corpos de prova, ou seja, 20 ampulhetas de sistemas adesivos para os quatro grupos testados. Cada corpo de prova foi fixado com cola de cianocrilato (Super Bonder®, Locitec, São Paulo, SP, Brasil) a uma garra desenvolvida para microtração e acoplada à máquina para ensaios universal (EMIC, São José dos Pinhais, Paraná; Brasil), de maneira que as tensões de tração ocorressem perpendicularmente à constrição da ampulheta.

Operou-se a máquina a uma velocidade de 1 mm/min. Para calcular a tensão e a ruptura de cada corpo de prova em MPa, a área da seção transversal foi individualmente mensurada com o auxílio de um paquímetro digital (Absolute Digimatic, Mitutoyo, Tóquio, Japão), antes de ser realizado o teste.

3.4 ANÁLISE DOS DADOS

Para verificar a existência de diferenças estatísticas entre os grupos testados, os fatores sistemas adesivos e fator tempo (imediato e 12 meses), foram verificados com uma análise de variância por meio do teste de ANOVA, com nível de significância ($\alpha = 0,05$), e para verificar em qual grupo essas diferenças aparecem, um pos-hoc teste de Tukey em um programa estatístico SPSS (Chicago, Illinois, USA) foi utilizado.

4 RESULTADOS

No teste de resistência coesiva por meio da microtração, a área de seção transversal dos corpos de prova em forma de ampulhetas dos sistemas adesivos testados (SB e EO) variou de 1,05 a 1,28 mm² e não houve diferença estatisticamente significativa entre as áreas dos corpos de prova dos diferentes grupos testados.

Na comparação dos dois adesivos no tempo imediato, o teste de Anova demonstrou que o sistema adesivo (EO = 21,15) apresentou melhores propriedades mecânicas, pelos valores de resistência de união obtidos, que o sistema adesivo (SB = 16,75) no tempo imediato, sendo essas diferenças estatisticamente significantes ($p < 0,05$).

Entretanto, quando a mesma interação de fatores é realizada, porém, no tempo de 12 meses de armazenamento em saliva artificial a 37 °C, ambos materiais apresentaram péssimos valores de resistência de união (SB = 6,2) e (EO = 4,1), não sendo estatisticamente significativa ($p > 0,05$) a diferença entre os materiais após 12 meses.

Já para a comparação dos resultados imediatos tanto com (SB = 16,8) quanto para o (EO = 21,15), a diminuição drástica nos valores de resistência de união fica muito acentuada no período de 12 meses (SB = 6,20 e (EO = 4,1), ou seja, para a interação tempo existem diferenças estatisticamente significantes ($p < 0,00001$). Os dados da média em MPa e o desvio padrão dos quatro grupos testados estão dispostos na Tabela 2.

Tabela 2 – Média e desvio padrão da resistência coesiva em Mpa nos tempos imediato e após 12 meses

MATERIAL/LOTE	IMEDIATO	12 MESES
Adper Single Bond Lote: 00754	16,75 ($\pm 11,4$)	6,2 ($\pm 3,0$)
Adper Easy One Lote: 01724	21,15 ($\pm 2,85$)	4,1 ($\pm 3,1$)

Fonte: os autores.

5 DISCUSSÃO

As versões simplificadas dos sistemas adesivos contemporâneos são muito atrativas do ponto de vista clínico. São materiais mais fáceis de aplicar e com menores riscos de erros durante os passos operatórios do processo de adesão aos tecidos duros. Nesse contexto, existe a forma simplificada dos sistemas que preconizam um pré-tratamento do esmalte e dentina aplicado em dois passos e a forma simplificada dos autocondicionantes aplicados em um único tempo operatório (DE MUNK et al., 2005; CARVALHO et al., 2004; REIS; LOGUERCIO, 2007). No presente estudo optou-se por avaliar a resistência coesiva da versão mais simplificada de um sistema convencional (Adper Single Bond) e a de um autocondicionante (Adper Easy One).

Uma das formas de mensurar as propriedades mecânicas desses sistemas é por testes simples e consagrados na literatura, como os testes de resistência coesiva por meio da microtração. Esse teste tem como base puxar o corpo de prova, fazendo uma força responsável por alongá-lo (GARCIA et al., 2010).

Basicamente, um sistema adesivo é composto de monômeros hidrofóbicos e hidrofílicos de diferentes pesos moleculares. A parte hidrofílica é composta predominantemente de HEMA e solventes. Assim, para a adesão em dentina, um tecido tipicamente úmido, a presença de monômeros hidrofílicos se faz necessária para que uma adesão efetiva possa ocorrer. Porém, quanto mais simplificado for um sistema adesivo, independente se ele for convencional ou autocondicionante, maior quantidade de monômeros hidrofílicos o material irá apresentar (DE MUNK et al., 2005; CARDOSO et al., 2011).

Quando sistemas simplificados como os utilizados em nosso estudo são aplicados, isso acarreta uma série de problemas nos mecanismos de união, mais especificamente na qualidade da camada híbrida formada. Esses materiais são mais suscetíveis à degradação no ambiente bucal, pois estudos relatam que funcionam como uma membrana semi-permeável, ou seja, permitem a sorção de água, que vai estimular enzimas responsáveis pela degradação do polímero

formado na interface adesiva (TAY et al., 2002; HASHIMOTO et al., 2000; REIS et al., 2006). Como este estudo avaliou a resistência coesiva do material na sua forma pura, os baixos valores de resistência de união encontrados não podem ser atribuídos a degradação por enzimas, e sim pela sorção de água.

Ao longo do tempo, essa degradação tende a aumentar, gerando uma série de falhas na interface adesiva, isso ficou muito evidenciando pelos baixíssimos valores de resistência de união encontrados em 12 meses de armazenamento em saliva artificial para ambos os sistemas adesivos (G2/SB/12M) = 6,2 MPa e (G4/EO/12M) = 4,1 MPa.

Como demonstrado neste estudo, os sistemas adesivos simplificados (AdperEasyOne® e Single Bond®), mesmo com o acréscimo de monômeros hidrofóbicos em sua composição, sofreu intensa degradação por hidrólise no período de 12 meses de avaliação, o que corrobora com os resultados de outros estudos similares que também utilizaram a microtração com esses sistemas simplificados (SADEK et al., 2010; BRESCHI et al., 2008).

Em estudos *in vitro* dos sistemas adesivos simplificados (AdperEasyOne® e Adper Single Bond®), o controle por parte do pesquisador é possível, porém, existem fatores que o pesquisador não controla quando *in vivo*, assim, os resultados não podem ser interpretados de forma concreta, pois não houve diferença estatisticamente significativa entre os sistemas adesivos (AMARAL, 2008).

6 CONCLUSÃO

De acordo com os resultados encontrados neste estudo e dentro das limitações, deve-se interpretar com muita cautela os dados encontrados para extrapolar para uma situação clínica. É conclusivo afirmar que os sistemas adesivos mais simplificados disponíveis no mercado são os mais atrativos e fáceis de usar, porém, são os que apresentam a maior degradação ao longo do tempo, conforme provado com estes resultados.

Evaluation of the cohesive strength of adhesive simplified systems after a 12-month storage in artificial saliva

Abstract

The aim of this study was to evaluate the values of cohesive strength in 12 months of the simplified versions of a conventional adhesive system and a self-etching. 20 proof-bodies (n = 20) in hourglass shape were made for each tested group, being divided into two experimental groups at two times, immediately and after 12 months: Group 1 (G1/SB/IM) : Adper Single Bond ® (immediate); Group 2 (G2/SB/12M): Adper Single Bond ® (12 months); (G3/EO/IM): Adper Easy One ® (immediate) and (G4/EO/12M) : One Adper Easy ® (12 months). The proof-bodies were made in a specific metal matrix with 2.0 mm deep in the shape of hourglasses, being photoactivated with a led light source of 1200 mW/cm². The cross-sectional area of the proof-bodies in hourglass shape were measured with a caliper and were subjected to microtensile mechanical testing with speed of 1 mm / min. The results were statistically analyzed by ANOVA and Tukey test (α = 0.05). The bond strength in MPa and the standard deviation (CB) were as it follows: (G1/SB/IM) = 16.8 ± 11.4; (G2/SB/12M) = 6.2 ± 3.0; (G3/EO/IM) = 21.15 ± 2.9 and (G4/EO/12M) = 4.1 ± 3.1. In the immediate time and in the comparison between the adhesive systems (EO) performed better values being statistically significant (p < 0.05). Over time, both systems (EO and SB) degraded a lot and did not present significant difference (p > 0.05). Both adhesives degrade a lot over time, what was observed by the very low values found.

Keywords: Dentin-bonding agents. Self-etching. Cohesive strength. Storage.

REFERÊNCIAS

AMARAL, R. C. Análise *in vitro* e *in vivo* de diferentes formas de aplicação de sistemas adesivos autocondicionantes. 2008. Dissertação (Mestrado em Odontologia)–Universidade Estadual de Ponta Grossa, Ponta Grossa, 2008.

BRESCHI, L. et al. Dental adhesion review: aging and stability of the bonded interface. **Dent. Mat.**, v. 1, n. 4, p. 90-101, 2008.

CARDOSO, M. V. et al. Current aspects on bonding effectiveness and stability in adhesive dentistry. **Australian Dent J.**, 56 (1-Suppl), p. 31-44, 2011.

CARVALHO, R. M. et al. Adhesive permeability affects coupling of resin cements that utilize self-etching primers to dentine. **J Dent.**, v. 32, n. 1, p. 55-65, jan. 2004.

DE MUNK, J. et al. A critical review of the durability of adhesion to tooth tissue: methods and results. **J Dent Res.**, v. 84, p. 118-132, 2005.

DEGRANGE, M.; ROULET, J.F. Minimally invasive restorations with bonding. Chicago: **Quintessence Publishing**, 1997.

GARCIA, R. N. et al. Resistência de união de sistemas adesivos autocondicionantes em dentina profunda. **Revista Sul-Brasileira de Odontologia**, v. 5, n. 3, p. 39-47, 2010.

HASHIMOTO, M. et al. In vivo degradation of resin-dentin bonds in humans over 1 to 3 years. **J Dent Res.**, v. 79, p. 1385-1391, 2000.

LOGUERCIO, A. D. et al. A 36-month evaluation of self-etch and etch-and-rinse adhesives in noncarious cervical lesions. **J Am Dent Assoc.**, v. 138, n. 4, p. 507-14, 2007.

MARTINS, G. C. et al. Adesivos Dentinários. **Revista Gaúcha de Odontologia**, v. 4, n. 56, p. 429-436, dez. 2008.

REIS, A. F. et al. Interfacial ultramorphology of single-step adhesives: nanoleakage as a function of time. **J Oral Rehabil.**, v. 33, 2006.

REIS, A.; LOGUERCIO, A. D. **Materiais dentários diretos**: dos fundamentos à aplicação clínica. São Paulo: Santos, 2007.

SADEK, F. T. et al. One-year stability of resin-dentin bonds created with a hydrophobic ethanol-wet bonding technique. **Dent Mater**, v. 26 n. 4, p. 380-386, 2010.

TAY, F. R. et al. Itthagarun A. Single-step adhesives are permeable membranes. **J Dent.**, v. 30, n. 7-8, p. 371-382, 2002.

TAY, F. R.; PASHLEY, D. H.; PETERS, M. C. Adhesive permeability affects composite coupling to dentin treated with a self-etch adhesive. **Oper Dent.**, v. 28, n. 5, p. 610-621, 2003.

VAN LANDUYT, K. L. et al. Technique sensitivity of water-free one-step adhesives. **Dent. Mater**, v. 9, n. 24, p. 1258-1267, 2008.

VAN MEERBEEK, B. et al. Adhesion to enamel and dentin: current status and future challenges. **Oper Dent.**, v. 28, p. 215-235, abr. 2003.