

Efeito do armazenamento de adesivos de frasco único sobre a resistência de união à dentina

Effects of storage conditions on microtensile bond strength of one-bottle adhesives

Fernanda Tranchesi SADEK

Andréa Urbano TAVARES

Cirurgiã Dentista – Doutoranda - Departamento de Materiais Dentários - FO/USP - São Paulo

Paulo Eduardo Capel CARDOSO

Professor Doutor - Departamento de Materiais Dentários - FO/USP - São Paulo

RESUMO

O objetivo desse estudo foi investigar o efeito do armazenamento de 4 sistemas adesivos de frasco único por 1 ano sobre a resistência de união à dentina, através do teste de microtração. O esmalte oclusal de 16 molares humanos foi removido expondo superfície dentinária. Uma camada de “smear” padrão foi criada pela abrasão em lixas de granulação decrescente. Os dentes foram divididos em quatro grupos: [EX] – Excite (Ivoclar-Vivadent); [SB] - Single Bond (3M-ESPE); [OS] - Optibond Solo Plus (Kerr Corporation) , [PB] - Prime & Bond NT (Dentsply-DeTrey). Blocos de resina com 5 mm de altura foram construídos nas superfícies dentinárias tratadas com os adesivos. Após 24 horas de armazenamento, os corpos foram seccionados para obter uma série de “palitos” com área de 0,8 mm². O teste de microtração foi realizado para cada “palito” em uma máquina de testes universal a 0,5mm/min. Os adesivos foram armazenados, por 1 ano, em estufa a 33°C, sendo abertos uma vez por dia e pressionados expondo 1 gota. Após esse período, todos os procedimentos para o teste de microtração foram repetidos para outros 16 molares. Os dados foram analisados utilizando os testes de Análise de Variância de 2 fatores e Tukey. Os valores médios obtidos (imediate/1 ano) em MPa foram: [EX] 40,1^a / 39,4^a; [SB] 42,8^a / 46,7^a; [OS] 35,3^a / 39,4^a; [PB] 22,5^b / 0,0^c. Conclusões: Os resultados imediatos mostraram valores de resistência inferiores para o adesivo Prime & Bond NT, que sofreu influência significativa do tempo de armazenados por 1 ano.

UNITERMOS

Materiais dentários; sistemas adesivos; resistência adesiva

INTRODUÇÃO

Uma variedade muito grande de sistemas adesivos vem sendo desenvolvida atualmente^{16-8,26}. Tal diversidade busca uma união efetiva com os diferentes substratos dentários, através de técnicas de aplicação cada vez mais simplificadas. Os adesivos de frasco único garantem, em sua maioria, simplicidade de técnica e efetividade^{3-6,10-3,20,28}. Para que esses sistemas promovam adequado molhamento do substrato e completa penetração dos monômeros resinosos nas estruturas condicionadas por ácido, devem ser acrescentados solventes em suas composições^{1,13,17,21}.

Os solventes podem ser orgânicos, como a acetona ou o etanol, ou inorgânicos, como a água; compondo os sistemas adesivos isoladamente ou em diferentes associações. A acetona possui baixa temperatura de ebulição (56,5°C) quando compara-

da ao etanol (78,3°C) e à água (100°C), sendo assim mais volátil, conseguindo efetivamente remover água da dentina previamente condicionada¹. Esta volatilidade pode causar problemas, uma vez que, na medida em que o adesivo vai sendo usado, parte do solvente evapora^{4,11,20}, alterando a relação monômero/solvente. Abate et al.¹(2000) observaram uma maior perda porcentual de massa nos produtos que continham acetona, seguido dos produtos que combinaram acetona com outros solventes, etanol e etanol associado à água. As menores perdas de solvente foram relatadas nos produtos a base de água.

Os sistemas adesivos a base de água garantem um reumidecimento da dentina, além de apresentarem maior estabilidade, porém, têm sido observados valores de resistência adesiva baixos²⁵⁻⁷. Pode ser especulado que o uso de etanol como solvente conduza a produtos com estabilidade de volatilização intermediária entre a acetona e a água, uma

vez que o etanol possui ponto de ebulição superior ao da acetona e inferior ao da água. Objetivando estabilidade e resistência adesiva, alguns produtos combinam solventes orgânicos com a água, como é o caso do Single Bond^{4,13,20,28}.

Além dos solventes, os adesivos de frasco único apresentam um grande número de outros componentes químicos ativos, nos quais reações químicas podem acontecer, resultando numa alteração do produto com o passar do tempo^{1,8,14,25}. Alguns estudos mostraram que uma degradação do adesivo pode acontecer quando o frasco é aberto, através da evaporação do solvente ou oxidação dos monômeros ativos^{1,7-9,15,21,22,24}.

Em países tropicais, onde as temperaturas médias são elevadas e nem sempre é possível armazenar materiais em geladeira, a volatilização pode ser mais rápida, diminuindo a vida útil do sistema adesivo sem que o clínico perceba, uma vez que o prazo de validade é determinado no país de origem do material e é, em média, de dois anos.

Assim, esse estudo tem como objetivo investigar o efeito do tempo de armazenamento (24 horas e um ano) de quatro sistemas adesivos de frasco único, contendo diferentes solventes, em temperaturas elevadas, na resistência de união à dentina, através do teste de microtração.

MATERIAIS E MÉTODOS

Para esse estudo foram utilizados 32 molares humanos íntegros, extraídos por razões ortodônticas, armazenados em soro fisiológico a 37°C por no máximo noventa dias antes de sua utilização³⁰.

Para a realização da presente pesquisa foram usados quatro adesivos de frasco único, sendo dois

a base de etanol, um a base de acetona e uma a base de etanol e água (Quadro 1).

Logo após a aquisição dos adesivos, os mesmos foram imediatamente aplicados em quatro dentes cada um, de acordo com a metodologia para microtração, a ser descrita a seguir. Em seguida, os frascos foram armazenados numa estufa a 33°C e diariamente foram abertos e apertados uma vez ao dia até que uma gota do adesivo surgisse, aspirando-a imediatamente para dentro do tubo, no intuito de simular o uso diário e trocar o ar interno do frasco. Realizada essa simulação, os frascos eram imediatamente fechados e novamente armazenados na estufa.

Preparação dos espécimes para microtração

Em cada fase desse estudo (imediate e um ano), 16 molares foram usados, sendo usados quatro dentes para cada grupo experimental (n=4), uma vez que segundo Pashley et al.²³(1999), a metodologia para microtração permite a utilização de um número reduzido de dentes já que múltiplos espécimes podem ser obtidos com um único dente. Autores bastante conceituados no campo de microtração têm usado até três dentes por variável experimental¹⁶. O esmalte oclusal foi removido com um disco diamantado refrigerado numa máquina Labcut 1010 (Extec Technologies Inc., USA) expondo tecido dentinário superficial. Com uma caneta de alta-rotação sob refrigeração e uma broca diamantada número 2135 (KG Sorensen), o esmalte periférico foi removido, garantindo exposição de dentina também nas laterais das coroas.

Para simular a formação da camada de *smear*⁶, a dentina oclusal exposta foi abrasionada com lixas de papel de granulação 220, 320 e 400 por aproximadamente 10 segundos cada e em granulação 600 por 60 segundos, sempre com refri-

Quadro1 - Sistemas adesivos usados, respectivo solvente e número de lote

Sistema adesivo (fabricante)	Solvente	Número de lote
Excite (Ivoclar-Vivadent)	etanol	C49 090
Single Bond (3M ESPE)	etanol + água	1105
Prime & Bond NT (Dentsply - DeTrey)	acetona	005612
Optibond Solo Plus (Kerr Corporation)	etanol	9912000221

geração. Após isso, a superfície foi lavada com água corrente e levemente seca com jatos de ar. Os dentes foram divididos aleatoriamente em quatro sub-grupos, de acordo com o adesivo a ser usado.

Previamente a aplicação dos adesivos, a superfície dentinária de cada dente foi condicionada com ácido fosfórico a 35% (Etchant – 3M ESPE) por 15 segundos, lavada e levemente seca. Os sistemas adesivos foram então aplicados de acordo com as recomendações dos respectivos fabricantes e um bloco de resina composta (Tetric Ceram, Ivoclar-Vivadent) foi construído pela técnica incremental com 5mm de altura, sendo cada incremento fotopolimerizado por 40 segundos com intensidade de 750mW/cm² com um aparelho Optilux 500 (Demetron/Kerr).

Posteriormente, os conjuntos dente/adesivo/resina composta foram armazenados por 24 horas em soro fisiológico a 37°C. Decorrido esse período, os dentes foram seccionados com um disco de diamante sob refrigeração, em uma máquina de corte Labcut 1010 (Extec Technologies Inc., USA) nos sentidos x e y, obtendo-se corpos de prova em forma de palitos²³ com aproximadamente 0,8mm² de área de união.

Previamente ao teste, a área adesiva de cada corpo-de-prova foi medida com um paquímetro digital com precisão de 0,01mm (Mitutoyo Sul Americana Ltda.). Os espécimes tiveram suas extremidades coladas com Superbonder, gel (Henkel Loctite, Brasil) em dispositivos adapta-

dos para o teste de microtração². O teste foi realizado numa máquina de ensaios universais (Kratos Dinamômetros, Brasil) com velocidade de 0,5 mm/min.

A resistência adesiva foi calculada dividindo a carga de ruptura pela área de união de cada corpo-de-prova. Os resultados obtidos foram convertidos para MPa, obtendo-se uma média por dente com os valores individuais dos diversos palitos. Após isso, foi calculada a média global de cada grupo experimental (n=4). Esses valores foram analisados estatisticamente comparando os adesivos entre si, assim como diferenças na influência dos tempos de armazenagem nos adesivos. Para isso foi utilizado o teste de análise de variância de dois fatores e teste de Tukey a 5%.

RESULTADOS

Pela Tabela 1, é possível verificar que o Prime & Bond NT apresentou resistência adesiva estatisticamente inferior em relação aos demais, sendo que, após um ano de armazenagem, esse perdeu totalmente a efetividade não sendo obtido nenhum corpo-de-prova, uma vez que, durante o procedimento de corte a resina composta se soltava da dentina.

Nos demais adesivos (Excite, Optibond Solo Plus e Single Bond) pode-se verificar que não houve diferença estatisticamente significativa.

Já com relação com o padrão de fratura, a Tabela 2 resume os resultados obtidos.

Tabela 1 - Médias de resistência (MPa) e desvios padrão () dos diferentes sistemas adesivos nos tempos imediato e um ano

Adesivo	Tempo	
	imediato	1 ano
Excite	40,1 (± 4,2) ^a	39,4 (± 9,0) ^a
Prime & Bond NT	22,5 (± 2,6) ^b	0,0 ^c
Optibond Solo Plus	35,3 (± 7,6) ^a	39,4 (± 7,7) ^a
Single Bond	42,8 (± 7,5) ^a	46,7 (± 8,8) ^a

Tabela 2 - Tipos de fratura (em porcentagem) dos sistemas adesivos nos diferentes tempos de armazenamento

Tipo de fratura Adesivo	adesiva		coesiva	
	imediate	1 ano	imediate	1 ano
Excite	92,6	96	7,4	4
Prime & Bond NT	89	0	11	0
Optibond Solo Plus	96,6	95,4	3,4	3,6
Single Bond	94,2	91,3	5,8	8,7

DISCUSSÃO

O teste de microtração foi usado nesse estudo para verificar a resistência adesiva dos quatro sistemas adesivos de frasco único no tempo imediato, e após um ano de armazenamento dos frascos. Embora não tenha sido objetivo deste trabalho avaliar diferentes testes de resistência adesiva, o teste de microtração foi escolhido por permitir uma melhor distribuição do estresse na interface adesiva, diminuindo o número de fraturas coesivas no substrato (Tabela 2) quando comparado aos testes convencionais de cisalhamento ou tração. Além disso, esse método tende a diminuir a variabilidade dos resultados para, no máximo 25%, ao invés dos valores mais altos, comumente encontrados nos demais testes de resistência adesiva de até 50%²³. Assim sendo, os resultados de microtração são mais confiáveis, já que as possíveis diferenças estatísticas significantes são detectadas mais facilmente^{4,23}. Os valores de variabilidade encontrados nesse estudo foram coerentes com os valores apresentados por Pashley et al.²³ (1999), variando entre 10,4 e 22,9%. Pode se verificar essa baixa discrepância também pelos baixos valores do desvio padrão, característica própria do teste de microtração. Para efeito de cálculo, foram considerados todos os corpos de prova que apresentaram fratura adesiva, sendo desprezados apenas os corpos de prova com fratura coesiva (Tabela 2).

O adesivo Prime & Bond NT que tem como solvente a acetona, apresentou média de resistência adesiva (22,5 MPa) no tempo imediato, significativamente inferior aos demais adesivos. Teoricamente, os adesivos a base de acetona são considerados mais sensíveis à técnica de dentina úmida²⁷ devido à dificuldade de mensuração da

quantidade ideal umidade intrínseca a essa, e como a acetona é incapaz de reexpandir as fibras colágenas²⁹ e é dependente de água para penetrar na trama colágena²⁷, a umidade ideal torna-se essencial. Apesar da dificuldade em verificar a umidade “ideal”, no presente trabalho foram tomados cuidados no sentido de se evitar um possível ressecamento da dentina (*overdry*) ou um excesso de umidade (*overwet*). Além disso, nesses adesivos, é possível que a elevada volatilidade da acetona dificulte a completa penetração dos monômeros, por não haver tempo suficiente para tal. Para comprovar a vulnerabilidade dos adesivos a base de acetona, pesquisas devem ser realizadas utilizando vários adesivos com este tipo de solvente.

Como os demais adesivos são à base de álcool, a técnica torna-se menos sensível, já que o espectro de umidade ideal para o bom funcionamento do adesivo é mais amplo, sendo alcançada com menos dificuldade.

O adesivo Single Bond apresentou a maior média de resistência adesiva (42,8 MPa) no tempo imediato. Acredita-se que esse desempenho superior esteja relacionado também ao solvente, que nesse caso além de álcool há o acréscimo de água, com capacidade de reexpandir possíveis áreas colapsadas^{19,27,29}, permitindo a penetração do monômero resinoso na dentina.

Após um ano de armazenamento dos materiais, constatou-se que o adesivo Prime & Bond NT perdeu totalmente sua efetividade, provavelmente devido ao desequilíbrio na relação monômero/solvente, uma vez que grande parte da acetona pode ter evaporado. Abate et al.¹ (2000) mostraram que a evaporação da acetona é mais do que três vezes maior do que a do álcool, o que pode explicar a diferença no com-

portamento de sistemas adesivos a base de acetona e álcool. Outros estudos^{8,24} demonstraram que a evaporação da acetona com o armazenamento dos frascos dos adesivos fora da geladeira, afeta a resistência adesiva mesmo três semanas após o armazenamento, já que com a evaporação ocorre uma diminuição na reatividade do adesivo pela dentina úmida. Davis e colaboradores mostraram haver uma redução significativa na resistência adesiva variando entre 88 e 34%, numa comparação direta entre testes imediatos e após 12 meses de armazenamento. A evaporação dos solventes pode alterar a composição, a viscosidade, a espessura da película e a efetividade dos adesivos, principalmente quando expostos a temperaturas elevadas^{1,24}. Os diversos componentes de um determinado adesivo possuem diferentes densidades, e por não serem unidos quimicamente, pode ocorrer a separação em fases com o tempo. Segundo alguns autores^{1,21}, esta separação pode ser constatada visivelmente após um período de descanso do adesivo sobre a bancada de 1 hora. Independente da formulação dos adesivos, todos os componentes devem ser combinados em proporções ideais, o que asseguraria ótimos resultados para o uso específico. Alterações causadas pelo armazenamento e pelo próprio uso desses sistemas adesivos podem ocorrer^{1,24}, produzindo diferenças clínicas no comportamento do adesivo e falhas no procedimento adesivo²¹.

Embora possam ocorrer mudanças na concentração do solvente ou oxidação dos monômeros com o armazenamento, estas não influenciaram nos resultados de adesão de três dos quatro adesivos testados, assim, outros testes laboratoriais como microinfiltração, microscopia eletrônica de varredura devem ser realizados para a completa avaliação do comportamento desses sistemas adesivos.

CONCLUSÕES

Os adesivos Excite, Optibond Solo Plus e Single Bond obtiveram médias de resistência adesiva superiores ao Prime & Bond NT, tanto nos testes imediatos como após um ano de armazenamento:

- o adesivo Prime & Bond NT perdeu a capacidade de adesão à dentina após um ano de armazenamento;
- o armazenamento não influenciou no comportamento dos adesivos Excite, Optibond Solo Plus e Single Bond.

AGRADECIMENTOS

Ao Núcleo de Apoio à Pesquisa do Departamento de Materiais Dentários (NAPEM).

ABSTRACT

The aim of this in vitro study was to evaluate the effect of storage conditions on microtensile bond strength of four different one-bottle adhesives over 1 year. The occlusal enamel was removed from 16 extracted sound human molars to expose a flat dentin surface. A smear layer was created by abrading the dentin with decreasing-grit SiC papers under water. The teeth were randomly divided in four groups: [EX] Excite (Ivoclar-Vivadent); [SB] Single Bond (3M ESPE); [OS] Optibond Solo Plus (Kerr Corporation); [NT] Prime & Bond NT (Dentsply-DeTrey). Resin "crowns" approximately 5 mm high were built on the treated dentin surface. After 24 hour storage, the bonded specimens were sectioned to obtain an array of bonded sticks with a cross-sectional area of 0.8 mm². Each stick was tested in microtensile mode in a Kratos Testing Machine at 0.5mm/min. The adhesives were stored at 33°C, for 1 year. All bottles were opened once a day and pressed to simulate the dispensing of a drop, and to exchange the air in side the bottle. After this period, all the procedures done for microtensile were repeated in other 16 human molars. Data were analyzed with ANOVA and Tukey test. The mean dentin strength (immediately / 1 year) in MPa were: [EX] 40,1^a / 39,4^a; [SB] 42,8^a / 46,7^a; [OS] 35,3^a / 39,4^a; [PB] 22,5^b / 0,0^c. Conclusions: Prime & Bond NT showed immediately strength bond significantly lower than others, and was observed a significant decrease on bond strength after 1 year.

UNITERMS

Dental materials; adhesive system; strength bond

REFERÊNCIAS

1. Abate PF, Rodrigues VI, Macchi RL. Evaporation of solvents in one-bottle adhesives. *J Dent* 2000; 28: 437-40.
2. Bianchi J. Estudo sobre a resistência a microtração em função das dimensões, modo de prensão e formato do corpo-de-prova. São Paulo; 1999. [Dissertação de Doutorado - Faculdade de Odontologia da USP].
3. Cadroy I, Boj JR, Garcia-Godóy F. Bond strength and interfacial micromorfology of adhesives to primary teeth dentin. *Am J Dent* 1997; 10: 242-6.
4. Cardoso PEC, Braga RR, Carrilho MRO. Evaluation of a microtensile, shear and tensile tests determining the bond strength of three adhesive systems. *Dent Mater* 2001; 14: 394-8.
5. Cardoso PEC, Carrilho MRO, Francci CE, Perdigão J. Microtensile bond strengths of one-bottle dentin adhesives. *Am J Dent* 2001; 14(1): 22-4.
6. Cardoso PEC, Sadek FT, Goracci C, Ferrari M. Adhesion testing with the microtensile method: effects of dental substrate and adhesive system on bond strength measurements. *J Adhes Dent* 2002; 4(4): 291-7.
7. Chen RS, Bowen RL. The use of N-phenylglycine in a dental adhesive system. *J Adhes Sci Technol* 1989; 3: 49-54.
8. Davis EL, Joynt RB, Yu X, Wiecekowski GJr. Dentin bonding system shelf life and bond strength. *Am J Dent* 1993; 6(5): 229-31.
9. Eliades G. Clinical relevance of the formulation and testing of dentin bonding systems. *J Dent* 1994; 22: 73-81.
10. El-Kalla IH, Gargia-Godóy F. Saliva contamination and bond strength of single-bottle adhesives to enamel and dentin. *Am J Dent* 1997; 10: 83-7.
11. Ferrari M, Yamamoto K, Vicchi A, Finger WJ. Clinical and laboratory evaluation of adhesive restorative systems. *Am J Dent* 1994; 7(4): 217-9.
12. Ferrari M, Cagidiaco MC, Kugel G, Davidson CL. Dentin infiltration by three adhesives systems in clinical and laboratory conditions. *Am J Dent* 1996; 9(6): 240-4.
13. Ferrari M, Goracci C, Garcia-Godóy, F. Bonding mechanism of three "one-bottle" systems to conditioned and unconditioned enamel and dentin. *Am J Dent* 1997; 10: 224-30.
14. Hondrum SO. Storage stability of dental luting agents. *J Prosthet Dent* 1999; 81(4): 464-8.
15. Hondrum SO, Fernandez RJr. The storage stability of dental composite resins: seven-year results. *Gen Dent* 1997; 45(4): 382-9.
16. Inoue S, Vargas MA, Abe Y, Yoshida Y, Lambrechets P, Vanherle, G, et al. Microtensile bond strength of eleven contemporary adhesives to dentin. *J Adhes Dent* 2001; 3(3): 237-45.
17. Johnson GH, Powell LV, Gordan GE. Dentin bonding systems: A review of current products and techniques. *J Am Dent Assoc* 1991; 122: 34-41.
18. Lopes GC, Baratieri LN, Andrada MAC, Vieira LCV. Dental adhesion: present state of the art and future perspectives. *Quintessence Int* 2002; 33(3): 213-24.
19. Maciel KT, Carvalho RM, Ringle RD, Preston CD, Russell CM, Pashley DH. The effects of acetone, ethanol, HEMA, and air on the stiffness of human decalcified dentin matrix. *J Dent Res* 1996; 75(11): 1851-8.
20. Nakajima M, Kanemura N, Pereira PNR, Tagami J, Pashley DH. Comparative microtensile bond strength and SEM analysis of bonding to wet and dry dentin. *Am J Dent* 2000; 13(6): 324-8.
21. Nicholls JJ. Dentin bonding agents – shake, shake, shake the bottles. *Quintessence Int* 1997; 28: 761.
22. Pacropis DR, Ibsen RL. Effect of atmospheric oxygen on a dentin bonding agent. [abstract n. 258] *J Dent Res* 1992; 71: 138.
23. Pashley DH, Carvalho RM, Sano H, Nakajima M, Yoshiyama M, Shono Y, et al. The microtensile bond test: a review. *J Adhes Dent* 1999; 1(4): 299-309.
24. Perdigão J, Swift EJ, Lopes GC. Effects of repeated use on bond strengths of one-bottle adhesives. *Quintessence Int* 1999; 30(12): 819-23.
25. Peutzfeldt A, Asmussen E. Storage stability of solutions of pyruvic acid/glycine used in adhesive bonding. *Acta Odontol Scand* 1990; 48: 245-49.
26. Roulet JF, Degrange M. Adhesion. "The Silent Revolution in Dentistry". Chicago: Quintessence; 2000. p.19-60.
27. Santini A. Microleakage of resin-based composite restorations using different solvent-based bonding agents and methods of drying acid-etched dentin. *Am J Dent* 1999; 12(4): 194-200.
28. Swift EJ, Bayne SC. Shear bond strength of a new one-bottle dentin adhesive. *Am J Dent* 1997; 10: 184-8.
29. Tay FR, Gwinnett JA, Wei SH. Micromorphological spectrum from overdrying to overwetting acid-conditioned dentin in water-free acetone-based, single-bottle primer/adhesives. *Dent Mater* 1996; 12(4): 236-44.
30. Uno S, Inoue H, Finger WJ, Inoue S, Sano H. Microtensile bond strength evaluation of three adhesive systems in cervical dentin cavities. *J Adhes Dent* 2001; 3(4): 333-41.

Entrada: 03/02/03

Aprovado: 25/04/03

Paulo Eduardo Capel Cardoso
 paulocapel@uol.com.br
 Av. Prof. Lineu Prestes, 2227 – Cidade Universitária
 Departamento de Materiais Dentários
 CEP:05508-900 São Paulo – S.P. Brasil
 Telefone: (0xx11) 3091-7840