



UNIVERSIDADE ESTADUAL PAULISTA
"JÚLIO DE MESQUITA FILHO"
Campus de Araçatuba

DANIELA ALVIM CHRISOSTOMO

**RESISTÊNCIA DE UNIÃO DE CIMENTOS RESINOSOS
AUTOADESIVOS AO ESMALTE DENTÁRIO COM
DIFERENTES TRATAMENTOS DE SUPERFÍCIE**

Araçatuba – SP

2017



UNIVERSIDADE ESTADUAL PAULISTA
“JÚLIO DE MESQUITA FILHO”
Campus de Araçatuba

DANIELA ALVIM CHRISOSTOMO

**RESISTÊNCIA DE UNIÃO DE CIMENTOS RESINOSOS
AUTOADESIVOS AO ESMALTE DENTÁRIO COM DIFERENTES
TRATAMENTOS DE SUPERFÍCIE**

Trabalho de conclusão de curso apresentado à Faculdade de Odontologia de Araçatuba, da Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho”, como parte dos requisitos para a obtenção do título de Graduação em Odontologia.

Orientador: Prof. Adj. Dr. Paulo Henrique dos Santos.

Araçatuba – SP

2017

AGRADECIMENTOS

Agradeço primeiramente à **Deus**, pois sem Ele eu não teria forças para essa longa jornada.

Agradeço de forma especial ao meu **pai** José Carlos e à minha **mãe** Angela, por não medirem esforços para que eu pudesse levar meus estudos adiante.

Agradeço aos meus **irmãos** Bruno, Fernanda e Fábio, por confiarem em mim e estarem ao meu lado em todos os momentos da vida.

Agradeço aos meus **avôs** (em memória) e as minhas **avós**, em especial, a **avó materna**, Juracy Alvim e ao **avô paterno** (em memória) Oscar Chrisostomo, pelo amor, carinho e pela força. Essa conquista é para o senhor e para a senhora.

Agradeço ao meu **namorado**, Pedro Ivo, por toda a paciência, carinho, incentivo e por todos os dias que estive sempre do meu lado, me livrando de todos os pensamentos negativos. Você é o meu grande amor.

Agradeço ao meu **orientador** Paulo Henrique dos Santos, que foi muito mais do que um orientador, foi um verdadeiro amigo. Obrigada pelo incentivo e acolhimento.

Agradeço ao meu **irmão de coração**, Henrico Strazzi Sahyon, pelos conselhos, pela orientação, pela super paciência e pela amizade. Este trabalho não teria saído sem a sua participação. Você é uma grande pessoa.

Agradeço à **professora** Karina, por toda a atenção durante as aulas e clínicas, por ser sempre prestativa; eu a admiro muito.

Agradeço à **pós-doutoranda** Aline Takamiya, por estar sempre me dando força nas clínicas de Integrada; por sua simpatia contagiante.

Agradeço às minhas **amigas** queridas, Paloma, Luiza, Isabella, Jéssica e Tamiris, por toda amizade e companheirismo durante os meus 5 anos nessa faculdade. Agradecimento especial à minha melhor amiga Paloma, não me imagino sem você nessa faculdade; obrigada por cada segundo me apoiando e me dando forças.

Agradeço a esta **Instituição (UNESP-FOA)** pelo excelente ambiente oferecido aos alunos e pelos profissionais qualificados que disponibiliza para nos ensinar.

Agradeço à **FAPESP**, Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de São Paulo (Processo nº 2016/04395-8), pela bolsa de estudos.

“Nós todos temos sonhos. Mas, para tornar os sonhos realidade, é preciso uma enorme quantidade de determinação, dedicação, autodisciplina e esforço.”

Jesse Owens

CHRISOSTOMO,D.A. **RESISTÊNCIA DE UNIÃO DE CIMENTOS RESINOSOS AUTOADESIVOS AO ESMALTE DENTÁRIO COM DIFERENTES TRATAMENTOS DE SUPERFÍCIE.** 2017. Trabalho de Conclusão de Curso (Graduação em Odontologia) – Faculdade de Odontologia, Universidade Estadual Paulista, Araçatuba, 2017.

RESUMO

O objetivo deste trabalho foi avaliar a resistência de união à microtração da interface adesiva de cimentos resinosos autoadesivos ao esmalte dentário submetido a diferentes tratamentos de superfície. Trinta e seis blocos de resina composta Te-econom Plus foram cimentados à superfície de esmaltes bovinos, divididos em 3 grupos experimentais, de acordo com o tratamento de superfície do esmalte: Grupo 1 (controle): não foram submetidos a nenhum tratamento de superfície; Grupo 2: ácido fosfórico 37% durante 30 segundos; Grupo 3: ácido poliacrílico 20% durante 10 segundos. Dois cimentos resinosos foram utilizados: RelyX U200 e Maxcem Elite (n=6). As amostras foram armazenadas em água destilada a 37°C por 24 horas e posteriormente seccionadas em palitos medindo aproximadamente 1.0 x 1.0 mm. Os palitos foram submetidos à termociclagem (5760 ciclos, 5°C e 55°C). Os valores de resistência de união à microtração foram mensurados na máquina de ensaio Odeme Microtensile OM 100. As superfícies fraturadas foram analisadas em lupa estereoscópica para análise do modo de fratura e amostras representativas de todos os grupos foram submetidas ao microscópio eletrônico de varredura (JEOL 5600 LV) para ilustração dos padrões de fratura. Os dados de resistência de união por microtração foram submetidos à Análise de Variância dois fatores e teste de Tukey ($\alpha = 0,05$). Os resultados mostraram que, em relação aos tratamentos na superfície do esmalte dental, os condicionamentos ácidos apresentaram comportamentos semelhantes entre si e maiores valores de resistência de união ao se comparar ao grupo controle. O cimento resinoso autoadesivo Maxcem Elite apresentou maiores valores de resistência de união da interface adesiva em relação ao RelyX U200. A aplicação de ácido poliacrílico 20% previamente à aplicação de cimentos resinosos autoadesivos ao esmalte dental apresentou resultados semelhantes aos encontrados pelo prévio condicionamento dessa superfície utilizando ácido fosfórico 37%.

Palavras – chave: Esmalte Dentário. Cimentos de Resina. Resistência a Tração. Propriedades de Superfície. Microscopia Eletrônica de Varredura.

CHRISOSTOMO, D. A. **Bonding strength of self-adhesive resin cements to enamel submitted to different surface treatments.** 2017. Trabalho de Conclusão de Curso (Graduação em Odontologia) – Faculdade de Odontologia, Universidade Estadual Paulista, Araçatuba, 2017.

ABSTRACT

The aim of this study was to evaluate the microtensile bonding strength of self-adhesive resin cements to enamel submitted to different surface treatments. Thirty-six Te-econom Plus resin blocks were bonded to the surface of bovine enamel, divided into three experimental groups according the surface treatments: Group 1 (control): no surface treatment; Group 2: 37% phosphoric acid during 30 seconds; Group 3: 20% polyacrylic acid during 10 seconds. Two self-adhesive resin cements were used: RelyX U200 and Maxcem Elite (n=6). The samples were stored in distilled water at 37°C for 24 hours and sectioned into beams with 1.0 x 1.0 mm. The beams were submitted to thermocycling for 4 days (5760 cycles, 5°C and 55°C). The microtensile bonding strength values were measured in machine Odeme Microtensile OM 100. The fractured surfaces were analyzed in a stereoscopic for analysis of the fracture mode and representative samples of all groups were submitted to a scanning electron microscope (JEOL 5600 LV) for illustration of the fracture patterns. Data were submitted to two-way ANOVA and Tukey's test ($\alpha= 0.05$). The results showed that both etching agents showed similar results for microtensile bonding strength and higher than control groups. The Maxcem Elite self-adhesive resin cement showed higher values of bond strength compared to RelyX U200. The enamel etching with 20% polyacrylic acid, previously to the application of self-adhesive resin cement, showed similar results to 37% phosphoric acid.

Keywords: Dental Enamel. Resin Cements. Tensile Strength. Surface Properties. Microscopy Electron Scanning.

LISTA DE QUADROS

Quadro 1 – Identificação dos materiais em relação a sua classificação, composição química e lote

17

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Valores de resistência de união à microtração (MPa $\pm$ desvio padrão) em função dos cimentos resinosos e dos diferentes tratamentos de superfície do esmalte dental. 22

Tabela 2 – Número de amostras com falhas prematuras de acordo com os cimentos resinosos e os tipos de tratamento de superfície do esmalte dental. 23

LISTA DE GRÁFICOS

Gráfico 1 – Incidência dos padrões de fraturas (em porcentagem) em função do tipo de falha. 23

LISTA DE FIGURAS

- Figura 1 – Amostra representativa do padrão de fratura por falha adesiva para o grupo controle – RelyX U200. 24
- Figura 2 – Amostra representativa do padrão de fratura por falha mista para o grupo do ácido fosfórico – RelyX U200 . 24
- Figura 3 – Amostra representativa do padrão de fratura por falha mista para o grupo do ácido poliacrílico – RelyX U200. 24
- Figura 4 – Amostra representativa do padrão de fratura por falha adesiva para o grupo controle – Maxcem Elite. 25
- Figura 5 – Amostra representativa do padrão de fratura por falha mista para o grupo do ácido fosfórico – Maxcem Elite. 25
- Figura 6 – Amostra representativa do padrão de fratura por falha mista para o grupo do ácido poliacrílico - Maxcem Elite. 25

LISTA DE ABREVIATURAS

α	alfa
°C	grau Celsius
$\pm$	mais ou menos
%	porcentagem
μm	micrômetro
A	área
Adj	Adjunto
Ass	Assistente
ANOVA	Análise da variância
Bis-GMA	Bisfenol A glicidil dimetacrilato
CA	Califórnia
Corp.	Corporation
Dr.	Doutor
Dra.	Doutora
et al.	Colaboradores
FAPESP	Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de São Paulo
FOA	Faculdade de Odontologia de Araçatuba
F	Força
Kgf	Kilograma Força
IL	Illinois
MSCT	Máquina de simulação de ciclos térmicos
MPa	Mega Pascal
mm	Milímetro
min	Minuto
MEV	Microscopia eletrônica de varredura

MN	Minessota
n	Número
N	Newton
NY	Nova York
pH	Potencial hidrogeniônico
Prof.	Professor
PR	Paraná
TEGDMA	Trietilenoglicol Dimetacrilato
SC	Santa Catarina
SP	São Paulo
UNESP	Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho”
USA	United States of America
UT	Utah

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	14
2	PROPOSIÇÃO	16
3	MATERIAIS E MÉTODO	17
3.1	Delineamento Experimental	17
3.2	Confecção dos blocos de resina composta	18
3.3	Preparo da superfície de esmalte	18
3.4	Processo de união	19
3.5	Termociclagem	20
3.6	Resistência de união pelo teste de microtração	20
3.7	Análise estatística	21
4	RESULTADOS	22
5	DISCUSSÃO	26
6	CONCLUSÃO	30
	REFERÊNCIAS	31
	Anexo	35

1 INTRODUÇÃO

Na atualidade, com o avanço dos materiais odontológicos, simultaneamente com a crescente demanda por restaurações estéticas, a utilização de cimentos resinosos tem aumentado constantemente, devido ao progresso das reabilitações orais utilizando cerâmicas odontológicas,^{1,2} uma vez que permitem a cimentação de coroas, inlays, onlays, facetas e pinos.^{3,4}

A utilização de cimentos resinosos tem sido amplamente empregada nos processos restauradores comparados aos cimentos convencionais, uma vez que apresentam melhores propriedades mecânicas, dentre elas, o reforço da estrutura protética e do substrato dentário, maior resistência de união, menor solubilidade, proporcionando estética mais satisfatória devido ao atenuamento da infiltração na interface adesiva, evitando, por sua vez, a ocorrência de cáries secundárias.^{1,2} Ademais, a utilização dos cimentos resinosos autoadesivos proporciona menor possibilidade de falha do operador, visto a simplificação da técnica do material, caracterizada como técnica de cimentação de passo único, devido à ausência da necessidade do condicionamento do substrato e da utilização de sistema adesivo.^{5,6,7}

Os principais elementos da composição dos cimentos resinosos autoadesivos incluem a matriz orgânica, inorgânica e os silanos, que tem por finalidade a função de interligar a fase orgânica com a inorgânica.⁸⁻¹⁰ A adesividade entre o cimento resinoso autoadesivo e o substrato dentário se deve à reação química entre as partículas fosforiladas de metacrilato e os cristais de hidroxiapatita. Embora estudos mostrem estabilidade na união deste material à dentina, menores valores de adesão deste material, em comparação aos cimentos resinosos convencionais, são encontrados, devido a atuação limitada do condicionamento do substrato dentário.¹¹ Para tanto, autores propuseram o condicionamento prévio da dentina a fim de aprimorar esta adesividade, como, por exemplo, o uso do ácido poliacrílico,^{10,12,13} demonstrando bons resultados na resistência de união à dentina.¹⁴

No entanto, os cimentos resinosos autoadesivos apresentam dificuldade na desmineralização de tecidos duros, como o esmalte dentário. Especula-se que os

fatores para tal obstáculo se deva ao seu pH, não apresentando um valor adequado para permitir o condicionamento satisfatório do esmalte, além da viscosidade elevada do produto, o que poderia dificultar a infiltração dos monômeros acidulados, e por fim, deve-se levar em consideração a possível neutralização subsequente da liberação de água e de partículas alcalinas decorrente da reação química, aumentando o pH do compósito.¹⁵⁻¹⁸ Nestas situações, o emprego de um agente condicionador ácido, como o ácido fosfórico, poderia fornecer maior resistência de união à superfície de esmalte.^{15,19} O emprego do ácido fosfórico permite a remoção da camada interprismática, tal como a smear layer e a smear plug, juntamente com a eliminação de resíduos minerais, permitindo, uma maior infiltração das partículas resinosas, aumentando, a retenção micromecânica da interface adesiva do esmalte.²⁰ No entanto, caso o ácido fosfórico entrasse em contato com a dentina durante sua aplicação clínica, poderia haver um prejuízo na adesão ao tecido dentário, prejudicando a interface de união como um todo.^{15,21}

O ácido poliacrílico, por sua vez, é amplamente utilizado na Odontologia restauradora com a finalidade de preparar o substrato dentário para incorporar o cimento de ionômero de vidro.^{22,23} Diferentemente do ácido fosfórico, o ácido poliacrílico, por apresentar um pH mais elevado, não favorece a capacidade de retirar a smear plug e os detritos minerais englobados nos canalículos dentinários, somente a smear layer, proporcionando uma ligação satisfatória entre a dentina e as fibras de colágeno contidas na mesma. Além disso, como a prévia aplicação deste material têm apresentado bons resultados de resistência de união de cimentos resinosos autoadesivos à dentina,¹⁴ caso esse efeito possa também ser benéfico na superfície de esmalte, um protocolo de adesão mais simples e efetivo poderia ser recomendado.

Sendo assim, o objetivo deste estudo foi avaliar a resistência de união à microtração da interface adesiva entre cimentos resinosos autoadesivos e o esmalte dentário, submetidos a diferentes tratamentos de superfície. As hipóteses nulas testadas foram: 1) Os diferentes tratamentos de superfície não causariam diferença significativa na resistência de união entre cimentos resinosos autoadesivos ao esmalte. 2) Não haveria diferença significativa entre os tipos de cimentos resinosos utilizados no processo de união.

2 PROPOSIÇÃO

Dessa forma, o objetivo deste estudo *in vitro* foi avaliar a resistência de união à microtração da interface adesiva entre cimentos resinosos autoadesivos e o esmalte dentário, submetidos a diferentes tratamentos de superfície.

3 MATERIAIS E MÉTODO

Os materiais utilizados neste estudo estão ilustrados no quadro 1.

Quadro 1 – Identificação dos materiais em relação a sua classificação, composição química e lote.

Material	Classificação	Composição Química	Lote
Te-Econom Plus Ivoclar Vivadent)	Resina Composta Híbrida	Dimetacrilatos; TEGDMA; carga de vidro de bário, trifluoreto de itérbio, dióxido de silício e óxidos mistos (76 % em peso ou 60 % em volume); iniciadores; estabilizantes e pigmentos. Tamanho das partículas inorgânicas entre 0.04 e 7 µm.	R43515
		Pasta base: partículas de vidro; sílica; hidróxido de cálcio; iniciadores auto polimerizáveis; pigmentos; iniciadores fotopolimerizáveis. (72% de carga por peso, tamanho partículas <9,5mm).	1711000201
RelyX U200 (3M/ESPE)	Cimento Resinoso Autoadesivo	Pasta catalisadora: ésteres fosfóricos metacrilado; dimetacrilatos; acetato; estabilizadores; iniciadores auto e foto polimerizáveis.	
Maxcem Elite (Kerr)	Cimento Resinoso Autoadesivo	Monômeros éster metacrilato; minerais inertes; fluoreto de itérbio; ativadores; estabilizadores e pigmentos.	6026258

3.1 Delineamento experimental

Para este estudo os fatores avaliados foram: cimentos resinosos autoadesivos em dois níveis (RelyX U200 e Maxcem Elite) e tratamento do substrato em três níveis (controle, ácido fosfórico 37%, ácido poliacrílico 20%). 36 blocos de resina composta Te-ecocom Plus foram confeccionados utilizando uma matriz pré-

conformada (4 mm de profundidade e 11 mm de diâmetro) e as amostras foram divididas em 3 grupos de acordo com o tratamento de superfície. Os grupos foram então divididos de acordo com os cimentos resinosos utilizados (n=6). As amostras foram armazenadas em água destilada a 37°C por 24 horas e posteriormente seccionadas em palitos e submetidos à termociclagem por 4 dias. Os três princípios básicos da experimentação foram respeitados (repetição, aleatorização e blocagem). Os valores de resistência de união (MPa) foram utilizados para determinar as alterações na interface de união cimento e esmalte. Além disso, a microscopia eletrônica de varredura foi utilizada para ilustrar a interface adesiva após os testes mecânicos.

3.2 Confeção dos blocos de resina composta

Trinta e seis blocos de resina composta Te-econom Plus (Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein) foram confeccionados utilizando uma matriz pré-conformada (11 mm de diâmetro e 4 mm de profundidade). A resina foi inserida utilizando uma espátula Thompson, e a cada 2 mm, a resina foi fotoativada com o fotopolimerizador VALO® Cordless (Ultradent, South Jordaan, UT, USA) pelo tempo recomendado de 30 segundos, de acordo com as recomendações do fabricante. Após a inserção do último incremento, uma tira de poliéster transparente e uma fina placa de vidro foi colocada sobre o compósito na parte superior da matriz, a fim de nivelar o material e em seguida foi fotoativada por 30 segundos. As amostras foram polidas com lixa de granulação 600 (Extec Corp, Enfield, CT, USA) sob refrigeração em água, utilizando uma politriz automática Aropol E (Arotec Indústria & Comercio Ltda., Cotia, SP, Brasil), por 30 segundos. A seguir, os blocos foram jateados com óxido de alumínio 50µm por 5 segundos, passando por banho de ultrassom (Cristófoli, Campo Mourão, PR, Brasil) por 5 minutos e secos com ar comprimido.

3.3 Preparo da superfície de esmalte e divisão dos grupos experimentais

Trinta e seis dentes bovinos recém-extraídos, armazenados em solução de timol 0,1% por no máximo 30 dias em temperatura ambiente, foram selecionados para este estudo. As raízes bovinas foram seccionadas 2 mm abaixo da coroa com o auxílio de uma cortadeira metalográfica Isomet 2000 (Buheler, USA). Posteriormente, os dentes foram fixados em um dispositivo ligado à plataforma de

uma furadeira de bancada (Ferrari Modelo FGC 16; São Paulo, SP, Brasil) e com auxílio de uma ponta diamantada para corte de vidro (Dinser Ferramentas Diamantadas Ltda; São Paulo, SP, Brasil), sob intensa refrigeração, foram obtidos discos de esmalte com 12 mm de diâmetro a partir do terço médio da face vestibular das coroas dentais. A superfície dos dentes foi planificada com lixa de granulação #600 e os dentes foram divididos em 3 grupos, de acordo com os tratamentos de superfície adotados (n=12):

- **Grupo 1 (Controle):** No grupo controle, a superfície do esmalte bovino não foi submetida a nenhum tratamento de superfície.
- **Grupo 2 (Ácido Fosfórico 37%):** A superfície do esmalte bovino foi condicionada com ácido fosfórico 37% (FGM, Joinville, SC, Brasil) por 30 segundos. Após o condicionamento as amostras foram lavadas com água destilada por 30 segundos e secas com jatos de ar.
- **Grupo 3 (Ácido poliacrílico 20%):** A superfície de esmalte foi condicionada com ácido poliacrílico 20% (Cavity conditioner, GC Corporation, Tóquio, Japão). Utilizando um aplicador descartável KG Brush (KG Sorensen, Cotia, SP, Brasil), o ácido poliacrílico foi espalhado friccionando-o sobre a superfície de esmalte por 10 segundos. Toda a superfície foi lavada com água destilada por 20 segundos e seca com jato de ar.

3.4 Processo de união

Dois cimentos resinosos foram utilizados para adesão dos blocos de resina composta ao esmalte bovino: RelyX U200 (3M Espe, St. Paul, MN, USA) e Maxcem Elite (Kerr, Orange, CA, USA), seguindo as instruções do fabricante (n=6). Para a padronização do processo de cimentação uma massa de 500 gramas foi aplicada na superfície do conjunto durante 10 segundos. As amostras foram então fotoativadas com o fotopolimerizador VALO® Cordless (Ultradent, South Jordan, UT, USA) pelo tempo recomendado de 30 segundos de todos os lados. As amostras foram armazenadas em água destilada a 37°C durante 24 horas.

3.5 Termociclagem

Decorrido o prazo de armazenamento em água destilada a 37°C durante 24 horas, as amostras foram seccionadas em palitos medindo aproximadamente 1.0 x 1.0mm, com disco diamantado em cortadeira metalográfica Isomet 1000 (Buheler, Ltd, Lake Bluff, IL, EUA). Foi estipulada a obtenção de seis palitos para cada amostra, totalizando 36 palitos para cada grupo amostral. Os palitos foram submetidos à ciclagem térmica por 4 dias (5760 ciclos, 5°C e 55°C, com tempo de permanência de 28 segundos e tempo de transferência de 2 segundos) utilizando uma máquina de simulação de ciclos térmicos MSCT- 3 Plus (Marcelo Nucci, São Carlos, SP, Brasil), de acordo com protocolo de Blumer et al. (2015).²⁴

3.6 Resistência de união pelo teste de microtração

Após a termociclagem, os palitos foram levados individualmente à máquina de ensaio Odeme Microtensile OM 100 (Odeme Dental Research, Luzerna, SC, Brasil). Cada espécime foi fixado com cola à base de cianoacrilato (Super Bonder, Loctite) com auxílio de um acelerador de presa do material nas garras específicas do dispositivo de microtração e testados com velocidade constante de 0,7 mm/min até o momento da fratura do espécime. O valor da carga para ruptura da união em quilogramas-força (Kgf) foi anotado e a resistência de união dos grupos foi calculada em MPa, a partir da fórmula F/A , onde F é a carga da ruptura da união (N) e A , a área de secção transversal dos espécimes, mensurada com paquímetro digital (Mitutoyo, Tóquio, Japão). Foi adotado um *score* zero para os palitos que sofreram falha prematura antes do teste de microtração.

Os palitos fraturados foram analisados em lupa estereoscópica (Stemi SV11, Zeiss, NY, USA) nos aumentos de 6 e 66 vezes, para análise do modo de fratura. As fraturas foram classificadas em quatro grupos: (1) falha adesiva; (2) falha coesiva em esmalte; (3) falha coesiva em resina composta; e (4) falha mista. Amostras representativas de cada grupo foram fixadas em stub metálico, sendo metalizados com ouro em metalizador (Balzers SCD-050 sputter coater, Alemanha), e levados em microscopia eletrônica de varredura (JEOL. JSM 5600LV, Tóquio, Japão) para a ilustração dos padrões de fratura.

3.7 Análise estatística

Os dados de resistência de união por microtração foram submetidos ao teste de normalidade (Teste de Shapiro-Wilk) e homogeneidade (teste de Bartlett) e as médias comparadas pela Análise de Variância dois fatores (Programa 5.0 Statview Versão 5.0.1) e teste de Tukey ($\alpha = 0.05$).

4 RESULTADOS

Os valores da resistência de união à microtração (MPa) para os cimentos resinosos autoadesivos e dos diferentes tratamentos de superfície do esmalte dental estão ilustrados na Tabela 1. Na Tabela 2, observam-se as quantidades de amostras caracterizadas como perda prematura. A incidência dos padrões de fraturas (em porcentagem) em função do tipo de falha está ilustrada no Gráfico 1.

Pela Tabela 1 pode-se observar que o grupo controle e o grupo do ácido poliacrílico submetidos à cimentação com Maxcem Elite apresentaram maiores valores de resistência de união com diferença significativa para o RelyX U200 ($p < 0,05$). Entretanto, para o grupo do ácido fosfórico não houve diferença estatisticamente significativa entre os cimentos resinosos ($p = 0,3725$). Na comparação entre os tratamentos da superfície do esmalte dental para ambos os cimentos resinosos autoadesivos, houve menores valores de resistência de união para o grupo controle, apresentando diferença significativa comparado aos grupos do ácido fosfórico e ácido poliacrílico ($p < 0,05$).

Tabela 1 – Valores de resistência de união à microtração (MPa $\pm$ desvio padrão) em função dos cimentos resinosos e dos diferentes tratamentos de superfície do esmalte dental.

	Controle	Ácido Fosfórico	Ácido Poliacrílico
RelyX U200	0,96 $\pm$ 0,79 Bb	13,45 $\pm$ 5,22 Aa	9,95 $\pm$ 0,87 Ba
Maxcem Elite	3,72 $\pm$ 2,85 Ab	16,05 $\pm$ 4,38 Aa	17,10 $\pm$ 3,91 Aa

*Médias seguidas por letras distintas, maiúsculas na coluna e minúsculas na linha, apresentam diferença estatisticamente significativa entre si ($p < 0,05$).

Tabela 2 - Número de amostras com falhas prematuras de acordo com os cimentos resinosos e os tipos de tratamento de superfície do esmalte dental.

	Controle	Ácido Fosfórico	Ácido Poliacrílico
RelyX U200	16	0	0
Maxcem Elite	4	0	0

Gráfico 1 - Incidência dos padrões de fraturas (em porcentagem) em função do tipo de falha.

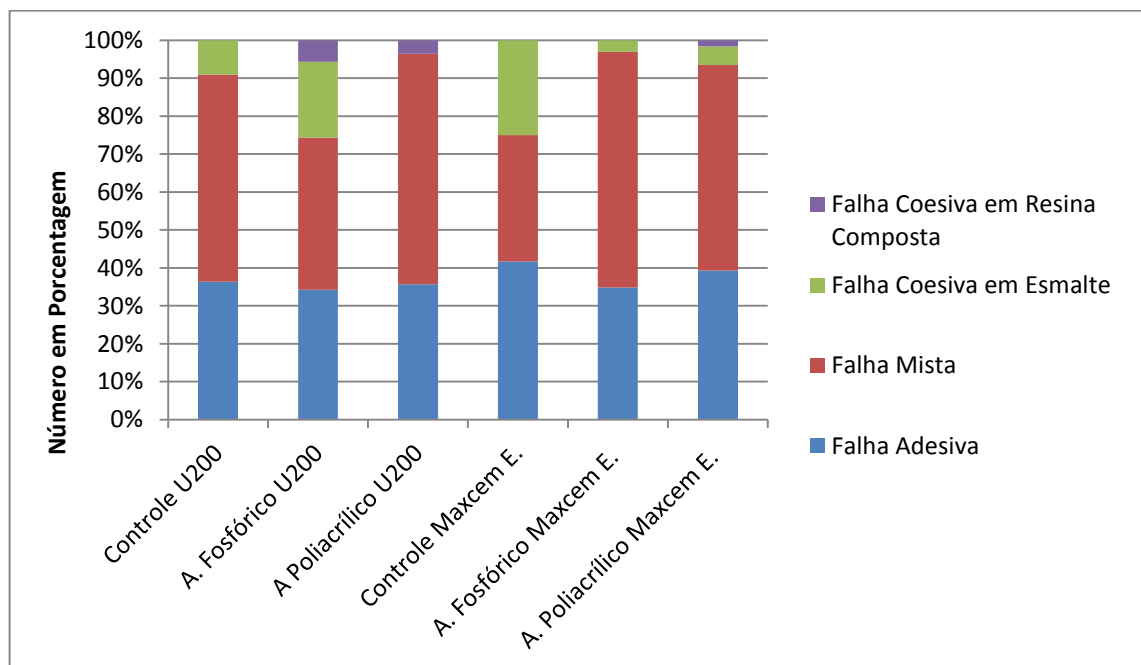


Figura 1 – Amostra representativa do padrão de fratura por falha adesiva para o grupo controle – RelyX U200.

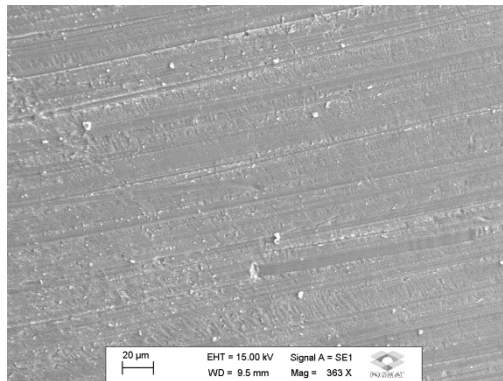


Figura 2 – Amostra representativa do padrão de fratura por falha mista para o grupo do ácido fosfórico – RelyX U200.

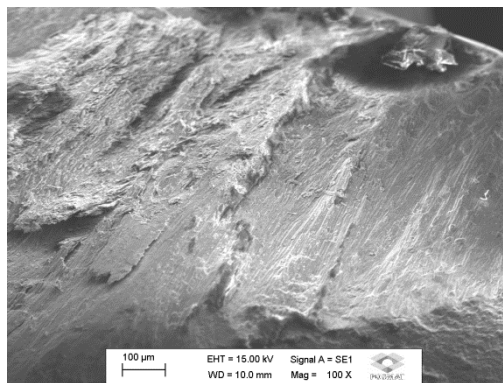


Figura 3 – Amostra representativa do padrão de fratura por falha mista para o grupo do ácido poliacrílico – RelyX U200.

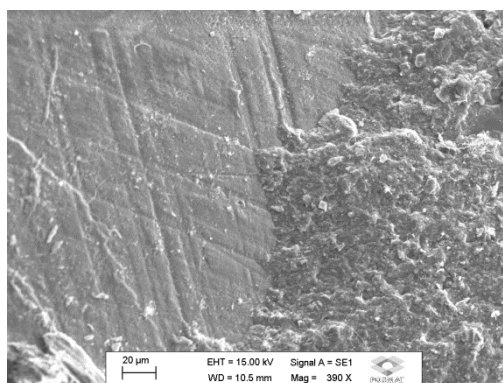


Figura 4 – Amostra representativa do padrão de fratura por falha adesiva para o grupo controle – Maxcem Elite.

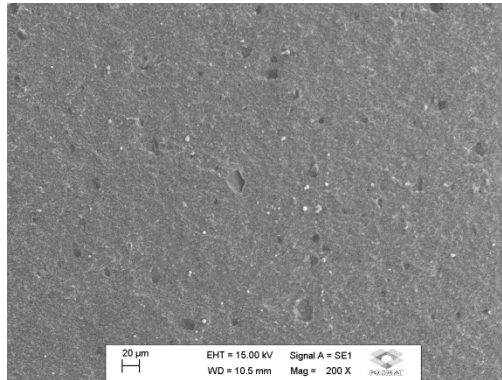


Figura 5 – Amostra representativa do padrão de fratura por falha mista para o grupo do ácido fosfórico – Maxcem Elite.

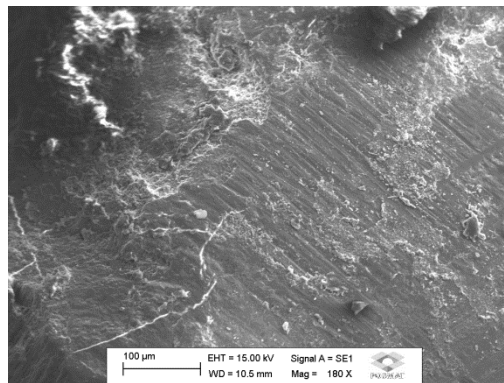
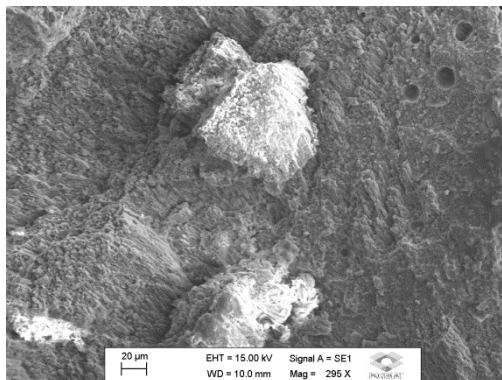


Figura 6 – Amostra representativa do padrão de fratura por falha mista para o grupo do ácido poliacrílico - Maxcem Elite.



5 DISCUSSÃO

O sucesso clínico das reabilitações orais utilizando-se cerâmicas ou resinas compostas laboratoriais se deve a eleição adequada do material cimentante para permitir a cimentação das peças protéticas, conferindo uma adesividade satisfatória e maior longevidade da interface adesiva.²⁵ Desta forma, o objetivo deste estudo *in vitro* foi avaliar a resistência de união à microtração da interface adesiva entre cimentos resinosos autoadesivos ao esmalte dentário, submetido a diferentes tratamentos de superfície.

Com o aprimoramento dos materiais odontológicos, novos cimentos resinosos têm sido incorporados na Odontologia Restauradora. Dentro deste contexto podemos exemplificar os cimentos resinosos autoadesivos, sendo estes caracterizados pela não necessidade de tratamento prévio da estrutura dentária, uma vez que possuem em sua composição, a adição de monômeros fosforilados, conferindo a otimização do tempo clínico do profissional.^{26,27} Entretanto, alguns autores afirmam que adição destes monômeros acidulados não são capazes de promover uma retenção satisfatória ao esmalte quando comparado ao prévio condicionamento com ácido fosfórico.²⁷ Os resultados obtidos neste estudo (Tabela 1) corroboram com a afirmação destes estudos científicos, rejeitando-se, desta forma, a primeira hipótese nula deste estudo, a qual afirma que diferentes tratamentos de superfície não influenciariam de modo significativo a resistência de união entre cimentos resinosos autoadesivos ao esmalte dentário.

Sabe-se que o mecanismo de ação destes materiais dependem essencialmente da interação química e mecânica entre seus monômeros resinosos e o substrato dental.²⁷ Os monômeros acidulados, momentaneamente, desmineralizam a superfície, promovendo a infiltração das partículas resinosas na região interprismática do

esmalte dentário, resultando em uma retenção micromecânica.²⁸ A interação química, por sua vez, se dá através da atuação entre os grupos fosfatados dos monômeros funcionais com os cristais de hidroxiapatita do esmalte dentário, resultando em retenções adicionais através de ligações químicas. Porém, de acordo com a literatura, estas interações são delimitadas apenas a nível superficial do esmalte, dificultando a formação dos *tags* resinosos na região interprismática.²⁷

Sendo assim, os cimentos resinosos autoadesivos apresentam uma capacidade limitada de desmineralização das estruturas duras e baixa capacidade de remoção da *smear layer*.²⁷ Esta limitação pode ser atribuída a alguns fatores, tais como: (1) o pH do material resinoso, sendo que estes materiais apresentam um pH aproximadamente de 2,1, não promovendo a desmineralização suficiente para condicionar o esmalte de forma adequada,^{27,14} (2) alta viscosidade do cimento resinoso, comprometendo a infiltração do mesmo na região interprismática, formando por consequência, curtos “*tags*” de resina^{27,29} e (3) efeito de neutralização, em virtude da liberação de água oriunda da reação química entre o cimento resinoso e o esmalte dentário, tornando o componente resinoso mais alcalino.^{27,30} Desta forma, a deficiência da interação mecânica e química dos cimentos resinosos autoadesivos ao esmalte resultará em uma interface adesiva menos resistente, promovendo maiores possibilidades de falhas adesivas conforme identificadas nos grupos controle (Tabela 2), para ambos os cimentos resinosos (Figuras 1 e 4).

Para o esmalte dentário condicionado com ácido fosfórico a 37%, apesar da não diferença estatisticamente significativa ao ácido poliacrílico 20%, foi possível observar que o primeiro apresentou maiores valores numéricos de resistência de união para o cimento resinoso RelyX U200 em relação ao ácido poliacrílico (Tabela 1). O condicionamento com ácido fosfórico provoca a remoção da *smear layer* e *smear*

plug, bem como o conteúdo mineral nas regiões interprismáticas do esmalte até uma profundidade de 2–7 μm ,³¹ devido ao baixo pH do ácido, aproximadamente de 0,7.³² O ácido poliacrílico, por sua vez, permite a remoção da *smear layer*, aumentando a área de contato da superfície. No entanto, diferentemente do ácido fosfórico, o ácido poliacrílico não remove a *smear plug* nem o conteúdo mineral do esmalte dentário. No entanto, apesar das diferenças no condicionamento prévio e na desmineralização do substrato dentário, ambos os condicionamentos ácidos previamente a cimentação foram efetivos, apresentando comportamento estatisticamente semelhantes (Tabela 1).³³ A ausência de falhas prematuras para ambos os condicionadores ácidos e cimentos resinosos autoadesivos comprovam a adesão eficiente destes (Tabela 2),^{26,33} corroborando com as imagens obtidas para os grupos avaliados (Figuras 2, 3, 5 e 6). Como a prévia aplicação do ácido poliacrílico têm apresentado bons resultados de resistência de união de cimentos resinosos autoadesivos à dentina,¹⁴ como esse efeito também foi verificado na superfície de esmalte, um protocolo de adesão mais simples e efetivo poderia ser recomendado.

Apesar de ambos os cimentos resinosos serem caracterizados como autoadesivos, houve diferença estatisticamente significativa no comportamento e atuação entre os mesmos, rejeitando-se, dessa forma, a segunda hipótese nula deste estudo, a qual afirma que diferentes tipos de cimentos resinosos não influenciariam de modo significativo nos valores de resistência de união. Especula-se que este comportamento seja observado devido à composição do material resinoso, sendo que o cimento resinoso autoadesivo Maxcem Elite apresenta em sua formulação o monômero ácido éster fosfórico glicerol dimetacrilato (GPDM).³⁴ Alguns autores reportaram baixos valores de pH inicial para o cimento resinoso Maxcem Elite, entretanto após 48 horas o pH não ultrapassou o valor de 4.³⁴ Este fato pode ter

influenciado diretamente nos valores de resistência de união da interface adesiva para este cimento quando comparado ao cimento resinoso RelyX U200, o qual tem seu pH inicial aumentado para 7 após o processo de neutralização da reação entre os monômeros acidulados com o esmalte dental,³⁵ justificando-se desta forma os maiores valores de resistência de união para o cimento resinoso Maxcem Elite (Tabela 1), nos grupos os quais não foram submetidos ao condicionamento ácido prévio, bem como quando previamente condicionado com ácido poliacrílico.

Dessa forma, estudos futuros são necessários a fim de se complementar as discussões em torno da aplicação destes materiais resinosos associados ao ataque ácido previamente a cimentação de restaurações indiretas no esmalte, bem como avaliar o comportamento dessa interface ao longo do tempo. Ademais, alguns fatores limitantes deste estudo devem ser levados em consideração, tais como a utilização de dentes bovinos, a não homogeneidade do substrato dental, a utilização de apenas uma concentração para cada ácido condicionante e por se tratar de um estudo *in vitro*, sendo que a transferência dos resultados a nível laboratorial para a condição clínica deve ser realizada com cautela, uma vez que os estudos *in vitro* não conseguem simular a real condição da cavidade oral.

6 CONCLUSÃO

Baseado na metodologia realizada e nos resultados obtidos nesse estudo, foi possível concluir que o prévio condicionamento da superfície de esmalte com ácido poliacrílico 20% foi capaz de promover resultados de resistência de união semelhantes aos encontrados pelo ácido fosfórico 37%, quando da utilização de cimentos resinosos autoadesivos. A utilização do cimento resinoso autoadesivo Maxcem Elite apresentou maiores valores de resistência de união ao esmalte dental comparado ao RelyX U200.

REFERÊNCIAS

1. Nurray A, Laura ET, Dorothy M. Mechanical and physical properties of contemporary dental luting agents. **J Prosthet Dent** 2003; 89: 127-34.
2. Sümer E, Deger Y. Contemporary permanent luting agents used in dentistry: A literature review. **Int Dent Res** 2001; 1: 26-31.
3. Rosenstiel SF, Land MF, Crispin BJ. Dental Luting Agents: A Review of the Current Literature [J]. **J. Prosthet Dent** 1998; 80: 280-301.
4. Swift EJ, Perdigao J, Heymann HO. Bonding to Enamel and Dentin: A Brief History and State of the Art [J]. **Quintessence Int** 1995; 26: 95-110
5. Radovic I, Monticelli F, Goracci C, Vulicevic ZR, Ferrari M. Self-adhesive resin cements: a literature review. **J Adhes Dent** 2008; 10: 251-8.
6. Aguiar TR, Andre CB, Correr-Sobrinho L, Arrais CA, Ambrosano GM, Giannini M. Effect of storage times and mechanical load cycling on dentin bond strength of conventional and self-adhesive resin luting cements. **J Prosthet Dent** 2014; 111: 404 -10.
7. Rodrigues RF, Ramos CM, Francisconi PAS, Borges AFS. The shear bond strength of self-adhesive resin cements to dentin and enamel: An in vitro study. **J Prosthet Dent** 2015; 113: 220–7.
8. Abou-Madina MM, Abdelaziz KM. Influence of different cementation materials and thermocycling on the fracture resistance of IPS e.max Press posterior crowns. **Inter J DentSci** 2008; 6.
9. Diaz-Arnold AM, Vargas MA, Haselton DR. Current status of luting agents for fixed prosthodontics. **J Prosthet Dent** 1999; 81: 135-41.

10. Zandinejad AA, Atai M, Pahlevan A. The effect of ceramic and porous fillers on the mechanical properties of experimental dental composites. **Dent Mater** 2006; 22: 382-7.
11. Faria-e-silva AL, Menezes MS, Silva FP, Reis GR, Morais RR. Intra-radicular dentin treatments and retention of fiber posts with self-adhesive resin cements. **Dent Mater** 2013; 27:14-9.
12. Peutzfeldt A. Resin composites in dentistry: The monomersystems. **Eur J Oral Sci** 1997; 105: 97-116.
13. Wendt Jr SL. The effect of heat used as secondary cure upon the physical properties of three composite resins. I. Diametral tensile strength, compressive strength and marginal dimensional stability. **Quintessence Int** 1987; 18: 265-71.
14. Pavan S, Dos Santos PH, Berger S, Bedran-Russo A. K. B. The effect of dentin pretreatment on the microtensile bond strength of self-adhesive resin cements. **J Prosthet Dent** 2010; 104: 258- 64.
15. De Munck J, Vargas M, Van Landuyt K, Hikita K, Lambrechts P, Van Meerbeek B. Bonding of an auto-adhesive luting material to enamel and dentin. **Dent Mater** 2004; 20: 963- 71.
16. Goracci C, Cury AH, Cantoro A, Papacchini F, Tay FR, Ferrari M. Microtensile bond strength and interfacial properties of self-etching and self-adhesive resin cements used to lute composite onlays under different seating forces. **J Adhes Dent** 2006; 8: 327-35.
17. Monticelli F, Osorio R, Mazzitelli C, Ferrari M, Toledano M. Limited decalcification/ diffusion of self-adhesive cements into dentin. **J Dent Res** 2008; 87: 974-9.
18. Stona P, Borges GA, Resende Montes MA, Junior LH, Weber JB, Spohr AM. Effect of Polyacrylic Acid on the Interface and Bond Strength of Self-adhesive Resin Cements to Dentin. **J Adhes Dent** 2013; 15: 221-7.

19. Lin J., Shinya A, Gomi H, Shinya A. Bonding of self-adhesive resin cements to enamel using different surface treatments: bond strength and etching pattern evaluations. **Dent Mater** 2010; 29: 425–32.
20. WANG Linhu, XU Haixing, LI Songyang, SHI Bin, LI Rong, YE Mingfu, YAN Jing. Bonding Efficacy of a Self-adhesive Resin Cement to Enamel and Dentin; **Journal of Wuhan University of Technology-Mater** 2014; 19 :6.
21. Giannini M, Takagaki T, Bacelar-Sá R, Vermelho PM, Ambrosio GMB, Sadr A, Nikaido T, Tagami J. Influence of resin coating on bond strength of self-adhesive resin cements to dentin. **Dent Mater** 2015; 34: 822–7.
22. Inoue S, Van Meerbeek B, Abe Y, Yoshida Y, Lambrechts P, Vanherle G, Sano H. Effect of remaining dentin thickness and the use of conditioner on micro-tensile bond strength of glass-ionomer adhesive. **Dent Mater** 2001; 17: 445-55.
23. Ozcan S, Seseogullari-Dirihan R, Uctasli M, Tay FR, Pashely DH, Tezvergil-Mutluay A. Effect of polyacrylic acid on dentin protease activities; **Dent Mater** 2015; 31: 901-6.
24. Blumer L, Schmidli F, Weiger R, Fischer J. A systematic approach to standardize artificial aging of resin composite cements. **Dent Mater** 2015; 31: 855–863.
25. Cotes C, Cardoso M, Melo RM, Valandro LF, Bottino MA. Effect of surface treatment and aging on the bond strength between a core build-up composite and luting agent. **J Appl Oral Sci** 2015; 23: 71-8.
26. Bulut AC, Atsu SS. The effect of repeated bonding on the shear bond strength of different resin cements to enamel and dentin. **J Adv Prosthodont** 2017; 9: 57-66.
27. Mushashe AM, Gonzaga CC, Cunha LF, Furuse AY, Moro A, Correr GM. Effect of enamel and dentin surface treatment on the self-adhesive resin cement bond strength. **Braz Dent J** 2016; 27: 537-42.

28. Poitevin A, De Munck J, Van Ende A, Suyama Y, Mine A, Peumans M, Van Meerbeek B. Bonding effectiveness of self-adhesive composites to dentin and enamel. **Dent Mater** 2013; 29: 221-30.
29. Pisani-Proença, Erhardt MCG, Amaral R, Valandro LF, Bottino MA, Castillo-Salmerón RD. Influence of different surface conditioning protocols on microtensile bond strength of self-adhesive resin cements to dentin. **J Prosthet Dent** 2011; 105: 227-35.
30. Costa LA, Carneiro KK, Tanaka A, Lima DM, Bauer J. Evaluation oh pH, ultimate tensile strength and micro-shear bond strength of two self-adhesive resin cements. **Braz Oral Res** 2014; 28: 1-7.
31. Tsujimoto A, Fischer N, Barkmeier W, Baruth A, Takamizawa T, Latta M, Miyazaki M. Effect of reduced phosphoric acid pre-etching times on enamel surface characteristics and shear fatigue strength using universal adhesives. **J Adhes Dent** 2017; 19: 267-75.
32. Breschi L, Perdigão J, Mazzotti G. Ultramorphology and shear bond strengths of self-etching adhesives on enamel. **J Dent Res** 1999. 78: 475.
33. Caneppele TMF, Zogheib LV, Gomes I, Kuwana AS, Pagani C. Bond strength of a composite resin to an adhesive luting cement. **Braz Dent J** 2010; 21: 322-6.
34. Han L, Okamoto A, Fukushima M, Okoji T. Evaluation of physical properties and surface degradation of self-adhesive resin cements. **Dent Mater** 2007; 26: 906-14.
35. Ibarra G, Johnson GH, Geurtsen W, Vargas MA. Microleakage of porcelain venner restorations bonded to enamel and dentin with a new self-adhesive resin based dental cement. **Dent Mater** 2007; 23: 218-25.

ANEXO A – Comprovante de aprovação pela Comissão de Ética no Uso de Animais.

	UNIVERSIDADE ESTADUAL PAULISTA "JÚLIO DE MESQUITA FILHO"	
	CAMPUS ARAÇATUBA FACULDADE DE ODONTOLOGIA FACULDADE DE MEDICINA VETERINÁRIA	
CEUA - Comissão de Ética no Uso de Animais CEUA - Ethics Committee on the Use of Animals		
CERTIFICADO		
Certificamos que o Projeto de Pesquisa Intitulado "Resistência de união de cimentos resinosos autoadesivos ao esmalte dentário com diferentes tratamentos de superfície", Processo FOA nº 00317-2016, sob responsabilidade de Paulo Henrique dos Santos apresenta um protocolo experimental de acordo com os Princípios Éticos de Experimentação Animal e sua execução foi aprovada pela CEUA em 01 de junho de 2016.		
VALIDADE DESTE CERTIFICADO: 01 de Junho de 2017.		
DATA DA SUBMISSÃO DO RELATÓRIO FINAL: até 01 de Julho de 2017.		
CERTIFICATE		
We certify that the study entitled "Bonding strenght of self-adhesive resin cements to enamel submitted to different surface treatments", Protocol FOA nº 00317-2016, under the supervision of Paulo Henrique dos Santos presents an experimental protocol in accordance with the Ethical Principles of Animal Experimentation and its implementation was approved by CEUA on June 01, 2016.		
VALIDITY OF THIS CERTIFICATE: June 01, 2017.		
DATE OF SUBMISSION OF THE FINAL REPORT: July 01, 2017.		
 Profa. Ass. Dra. Maria Gisele Laranjeira Coordenadora da CEUA CEUA Coordinator		
CEUA - Comissão de Ética no Uso de Animais Faculdade de Odontologia de Araçatuba Faculdade de Medicina Veterinária de Araçatuba Rua José Bonfácio, 1193 - Vila Mendonça - CEP: 16015-080 - ARAÇATUBA - SP Fone (15) 3538-3224 E-mail CEUA: ceua@fca.unesp.br		

