

RENATA FONTANELLA SANDER

**RESISTÊNCIA DE UNIÃO DE CIMENTOS RESINOSOS CONVENCIONAL E
AUTOCONDICIONANTE AO ESMALTE E DENTINA EM FUNÇÃO DE
DIFERENTES TRATAMENTOS DE SUPERFÍCIE**

Dissertação de Mestrado

Florianópolis
2008

RENATA FONTANELLA SANDER

**RESISTÊNCIA DE UNIÃO DE CIMENTOS RESINOSOS CONVENCIONAL E
AUTOCONDICIONANTE AO ESMALTE E DENTINA EM FUNÇÃO DE
DIFERENTES TRATAMENTOS DE SUPERFÍCIE**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Odontologia do Centro de Ciências da Saúde da Universidade Federal de Santa Catarina como parte dos requisitos para obtenção do título de Mestre em Odontologia - Área de Concentração Materiais Dentários.

Orientador: Prof. Dr. Luiz Henrique Maykot Prates

Co-Orientador: Prof. Dr. Marcelo Carvalho Chain

Florianópolis

2008

RENATA FONTANELLA SANDER

RESISTÊNCIA DE UNIÃO DE CIMENTOS RESINOSOS CONVENCIONAL E
AUTOCONDICIONANTE AO ESMALTE E DENTINA EM FUNÇÃO DE
DIFERENTES TRATAMENTOS DE SUPERFÍCIE

Esta dissertação foi julgada adequada para a obtenção do título de
“Mestre em Odontologia”, Área de Concentração Materiais Dentários, e
aprovada em sua forma final pelo Curso de Pós-Graduação em Odontologia.

Florianópolis, 24 de junho de 2008

Prof. Dr. Ricardo de Souza Vieira
Coordenador do Programa de Pós-Graduação em Odontologia da
Universidade Federal de Santa Catarina

BANCA EXAMINADORA

Prof. Dr. Luiz Henrique Maykot Prates
Orientador – UFSC

Prof. Dr. Izo Milton Zani
Membro

Prof. Dr. Hugo Mitsuo Silva Oshima
Membro

Dedico esta dissertação,

Aos meus pais, **Renato** e **Edna**, a quem eu devo mais que a vida, o exemplo de caráter, o reconhecimento do valor da educação, do trabalho e da dedicação. Que cada minuto dedicado a esta pesquisa seja convertido em alegrias a vocês, meus eternos faróis.

Aos meus irmãos, pessoas fundamentais, **Rafaela** e **Guilherme**, que estiveram sempre me encorajando e me apoiando. Obrigada pelo carinho

AGRADECIMENTOS ESPECIAIS

Ao meu orientador, professor Dr. **Luiz Henrique Maykot Prates**, pelo incentivo, atenção e orientação. Pelo exemplo de dedicação à pesquisa, à docência e à instituição.

Ao professor Dr. **Marcelo Carvalho Chain**, pelos ensinamentos profissionais e didáticos.

Ao professor Dr. **Ricardo Vieira de Souza**, Coordenador do Programa de Pós-Graduação em Odontologia durante o período deste curso, pelos esforços dispensados em sua administração.

Ao professor Dr. **Izo Milton Zani**, pela atenção dispensada na execução das fotografias da etapa laboratorial.

Ao professor Dr. **Sérgio Fernando Torres de Freitas** pela orientação na análise estatística deste trabalho e pelos ensinamentos de estatística.

Aos **professores dos cursos de graduação e pós-graduação** em Odontologia da UFSC, pelo empenho dispensado em minha formação.

Aos meus colegas de mestrado, a quem posso chamar de amigos, **Daiana, Elizabeth, Henrique e Luciane**, pela amizade, companheirismo e compartilhamento de conhecimento.

A **Marcos Roberto Leal**, pelo exemplo de determinação, pelo incentivo, paciência nos momentos mais estressantes e companhia durante a elaboração desta dissertação.

Aos amigos **Carolina, Cecília e Marcelo**, pelo carinho, paciência e apoio.

Aos meus **avós tios e primos**, pelo carinho e apoio em todas as etapas da minha educação.

Aos **colegas e amigos do CEO-UFSC**, pela amizade e apoio.

Aos **colegas do curso de mestrado**, pela excelente convivência e troca de conhecimento durante o curso.

Aos meus colegas do curso de graduação, especialmente a **Fernanda, Neimar, Arina, Nayara, Rodrigo, Fernando, Andreza, Fred, Sara, Gustavo** e outros pela amizade e carinho.

Ao **Dr. Nivaldo Nuemberg**, pelo exemplo profissional e motivador na carreira odontológica.

À funcionária da Coordenação da Pós-graduação, **Ana Maria Vieira Frandolozo** e ao estagiário **Diego André Caron**, pela presteza apresentada.

Ao funcionário do Laboratório de Pesquisa do Departamento de Estomatologia, **Lauro Silva**, pelo auxílio prestado.

A todos que, direta ou indiretamente, me auxiliaram no desenvolvimento desta pesquisa, tornando-a possível de ser realizada.

SANDER, Renata Fontanella. **Resistência de união de cimentos resinosos convencional e autocondicionante ao esmalte e dentina em função de diferentes tratamentos de superfície**. 2008. 80f. Dissertação (Mestrado em Odontologia – Área de Concentração Materiais Dentários) - Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis.

RESUMO

O objetivo deste estudo foi avaliar a resistência de união ao cisalhamento (RUC) de um cimento resinoso convencional (RelyX ARC, 3M ESPE) e de um cimento resinoso autocondicionante (RelyX Unicem, 3M ESPE), quando aplicados à dentina e ao esmalte de dentes permanentes. Para isso, foram coletados 36 molares humanos, hígidos e recém extraídos. Inicialmente, as coroas dos dentes foram separadas das raízes com auxílio de uma máquina de cortes (ISOMET 1000), sob refrigeração à água. Da mesma maneira, as coroas foram divididas em fragmentos vestibulares e linguais, obtidos a partir de cortes no sentido mesiodistal, totalizando 72 faces dentais. Cada face vestibular ou lingual foi adaptada à uma lâmina de cera 7 e circundada, por um tubo de PVC, sendo vertida resina epóxica no interior. Assim, os espécimes embutidos foram aleatoriamente distribuídos em dois grupos, esmalte e dentina. Em seguida, em uma politriz (DP-10, Panambra, Struers), sob refrigeração, o grupo de esmalte sofreu desgaste até o aplainamento das superfícies, enquanto que o segundo grupo sofreu desgaste até a exposição e aplainamento da dentina. Os grupos foram então subdivididos em 3 subgrupos (n=12) de acordo com o material e o procedimento utilizados. Em esmalte, nos grupos G1 (RelyX ARC) e G2 (RelyX Unicem), respeitou-se as recomendações dos fabricantes, sendo que os materiais foram aplicados, respectivamente, com e sem condicionamento ácido (ácido fosfórico 37%) e sistema adesivo Single Bond (3M ESPE). No grupo G3 (RelyX Unicem) todavia, embora não recomendado pelo fabricante, os espécimes foram submetidos ao condicionamento ácido e aplicação do sistema adesivo. Em dentina, nos grupos G4, G5 e G6 repetiu-se essas variáveis. A

delimitação das áreas de união em dentina e esmalte foram estabelecidas com auxílio de um papel adesivo, com orifício de 2mm de diâmetro, aplicados sobre as mesmas. Uma matriz de teflon, com orifício central coincidente com a área delimitada no substrato dental, foi utilizada como guia para a confecção dos cilindros de cimentos. Assim, esses materiais foram inseridos no interior da matriz e fotoativados por 40 segundos. Os corpos-de-prova foram armazenados em água destilada por 24 horas e posteriormente levados à máquina de testes (INSTRON, 4444). Para realização dos ensaios de cisalhamento, cada corpo-de-prova foi fixado em uma base capaz de mantê-los imóveis na posição horizontal. Uma ponta ativa com formato de semicírculo aplicou a carga paralelamente à interface adesiva, com uma velocidade de 0,5 mm/mim, até a fratura dos corpos-de-prova. Os resultados foram submetidos aos testes ANOVA e Tukey ($p < 0,05$). Os resultados obtidos nos ensaios de RUC foram, em MPa: G1: 29,92 (11,14); G2: 15,79 (6,4); G3: 32,81 (6,24); G4: 14,40(4,59); G5: 13,38(5,0) e G6: 25,75 (10,67). Assim, o condicionamento ácido do esmalte e da dentina e a aplicação de adesivo, comparados à técnica sem essas variáveis, aumentaram significativamente a resistência de união do cimento autocondicionante.

Palavras-chave: cimentos de resina; cimentação; resistência ao cisalhamento; cimentos dentários; materiais dentários.

SANDER, Renata Fontanella. **Conventional and self-etching resin cements bond strength to enamel and dentin for different surface treatments**. 2008. 80p. Dissertation (Master of Science in Dentistry – Dental Materials) - Federal University of Santa Catarina, Florianópolis.

ABSTRACT

The purpose of this study was to evaluate the enamel and dentin shear bond strength (SBS) of a conventional (RelyX ARC, 3M ESPE) and a self-adhesive resin cement (RelyX Unicem, 3M ESPE). Thirty six freshly had their crowns separated from the roots under water refrigeration with a cutting machine (ISOMET 1000). The crowns were then divided in buccal and lingual fragments, totalizing 72 dental fragments which were adapted in wax sheet and surrounded by epoxy resin in PVC tubes. The embedded specimens were then randomly distributed in two groups, enamel and dentin. Then, in a polishing machine (Politriz DP-10, Panambra, Struers) under refrigeration, the group of enamel wear underwent up to planing of areas, while the second group underwent wear up to exposure and planning of bond areas. The groups were then divided into 3 groups (n = 12) according to the material and the procedure used. For enamel, groups G1 (RelyX ARC) and G2 (RelyX Unicem), the materials were applied according to the manufacture's instructions, respectively, with and without acid conditioning (37% phosphoric acid) and adhesive system (Single Bond). In group G3 (RelyX Unicem) although not recommended by the manufacturer, the specimens were previously treated with acid etching and adhesive system. For dentin, the groups G4, G5 and G6, the same variables were tested. The bonding areas in dentin and enamel surfaces were established with an adhesive paper, with a hole of 2mm diameter. A split teflon mold with a 2mm diameter central hole coinciding with the bond area was adapted to the dental substrate, in order to the manufacture the cement cylinders, which were light cured for 40 seconds. After storing in distilled water for 24 hours the specimens were tested in a testing machine (INSTRON, 4444). Each specimen was set on a stationary base able to hold it in a horizontal

position. A semicircular active tip was then used to apply the load parallel to the interface bonding, with a 0.5 mm/min of speed, until the fractured of the specimens. The results were submitted to ANOVA and Tukey Test ($p < 0.05$). The mean values to the SBS tests, in MPa, were: G1: 29.92 (11.14); G2: 15.79 (6.4); G3: 32.81 (6.24); G4: 14.40 (4.59); G5: 13.38 (5.0) and G6: 25.75 (10.67). The enamel and dentin acid conditioning and later application of adhesive, significantly increased the bond strength of the self adhesive cement compared to the technique without these variables.

Keywords: resin cements; cementation; shear strength; dental cements; dental materials.

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

Bis-GMA: bisfenol-A diglicidil metacrilato

°C: graus Celsius

DP: desvio padrão

G1: Grupo RelyX ARC (grupo controle/esmalte)

G2: Grupo RelyX Unicem (esmalte)

G3: Grupo RelyX Unicem e Single-Bond (esmalte)

G4: Grupo RelyX ARC (grupo controle/dentina)

G5: Grupo RelyX Unicem (dentina)

G6: Grupo RelyX Unicem e Single-Bond (dentina)

kgF/mm²: quilograma-força por milímetro quadrado

kN: quilonewton

kV: quilovolt

LED: light emitting diode ou diodo emissor de luz

MEV - microscópio eletrônico de varredura

mm: milímetro

mm²: milímetro quadrado

mm/min: milímetro por minuto

MPa: megapascal

mW/cm²: miliwatt por centímetro quadrado

N: newton

n: número

PVC: polivinil cloreto

RUC: Resistência de união ao cisalhamento

SiC: carbetto de silício

s: segundo(s)

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO.....	13
2 ARTIGO.....	18
2.1 Versão em português.....	18
2.1 Versão em inglês.....	38
REFERÊNCIAS.....	59
APÊNDICES.....	62
A - Carta de doação.....	63
B - Tabela com sistema adesivo e cimentos utilizados.....	64
C - Tabela com a composição dos materiais utilizados	65
D - Tabela com as recomendações do fabricante para manipulação dos materiais.....	66
E - Tabela com os valores individuais.....	67
F - Análise estatística.....	70
G - Fotografias.....	71
H - Fotomicrografias.....	77
I - Produção científica durante o mestrado.....	82
ANEXO.....	84
A - Parecer do Comitê de Ética – UFSC.....	85

INTRODUÇÃO

Muitos tratamentos odontológicos solicitam a instalação de próteses fixas, sendo assim, o procedimento de cimentação deve favorecer o êxito das mesmas (PIWOWARCZYK; LAUER; SORENSEN, 2005). Conforme Mitchell, Abbariki e Orr (2000) a capacidade do cimento unir-se ao dente, somado ao preparo geométrico do remanescente dental, são fatores que estabelecem a retenção protética. Para obtenção de bons resultados nesse passo clínico os cimentos devem preencher alguns requisitos. Dessa forma, de acordo com Jager, Pallav e Feilzer (2005), esses agentes além de fixar restaurações devem promover o selamento da interface dente e restauração. Portanto, pode-se afirmar que os cimentos, além de promover estabilidade e durabilidade, estabelecem o elo de ligação entre dente e restauração (PIWOWARCZYK; LAUER; SORENSEN, 2005).

Dentre os materiais atualmente disponíveis para fixação de próteses, Piwowarczyk, Lauer e Sorensen, (2005) citam os seguintes cimentos: fosfato de zinco, ionômero de vidro convencional, ionômero de vidro modificado por resina, cimento resinoso convencional e cimento resinoso auto-adesivo, o último recentemente desenvolvido.

Dos materiais acima citados, o cimento de fosfato de zinco tem sido um dos mais utilizados para fixação de próteses (ROSENTIEL et al., 1998; MITCHELL; ABBARIKI; ORR, 2000). Introduzido em 1879, por Chupein, esse material não apresenta propriedade adesiva, portanto o elo de ligação com o dente está relacionado com as irregularidades mecânicas na superfície dental e no interior da peça protética (MITCHELL; ABBARIKI; ORR, 2000). Logo, a carência de adesividade e a maior solubilidade são as grandes desvantagens do cimento de fosfato de zinco (ROSENTIEL et al., 1998), tornando as cimentações realizadas com esse material vulneráveis a infiltrações. Somado a isso, as variações no proporcionamento e manipulação do cimento de fosfato de zinco também são fatores que podem interferir nas propriedades físicas, químicas, mecânicas e biológicas do mesmo, alterando o desempenho desse material (FLEMING; MARQUIS; SHORTALL, 1999).

Outra opção para os procedimentos de cimentação na clínica odontológica são os ionômeros de vidro, inicialmente, descritos por Wilson e Kent (1972), na forma convencional, como material restaurador (NOORT, 2002). Esses materiais foram aprimorados ao longo dos anos e, atualmente, são apresentados também com resina na composição, sendo designados nesses casos como ionômero de vidro modificado por resina (ROSENTIEL et al., 1998; NOORT, 2002). Dentre as vantagens do ionômero de vidro, nas suas diferentes formas, destacam-se a capacidade de aderir ao esmalte e à dentina e a liberação de flúor, um dos componentes desse cimento (NOORT, 2002). Comparativamente ao cimento de fosfato de zinco, o cimento de ionômero mostra superioridade, entretanto, são inferiores aos cimentos resinosos (PIWOWARCZYK; LAUER; SORENSEN, 2005).

Os cimentos resinosos atuais surgiram a partir do desenvolvimento da resina Bis-GMA, por Bowen (1963), e das resinas compostas. Esses materiais, a princípio, são utilizados em conjunto com sistemas adesivos, que foram desenvolvidos como materiais capazes de promover união entre dente e restauração. Os procedimentos adesivos foram desenvolvidos após a introdução da técnica do condicionamento ácido do esmalte, por Buonocore (1955). Essa técnica consiste na aplicação de solução de ácido fosfórico, desmineralizando a superfície de esmalte e criando irregularidades e aumento da rugosidade (BUONOCORE, 1955). Nessas irregularidades os monômeros dos materiais adesivos são passíveis de penetrar e assim estabelecer a união com o dente (NOORT, 2002).

A classificação para os sistemas adesivos atuais inclui: sistemas adesivos com condicionamento ácido total e sistemas adesivos autocondicionantes. A técnica do condicionamento ácido total inclui os procedimentos de três passos, com ácido, *primer* e adesivo em frascos separados e procedimentos de dois passos, com ácido em um recipiente e *primer* junto ao adesivo em outro, (VAN MEERBEEK et al., 2003). No sistema autocondicionante o adesivo se incorpora à lama dentinária, podendo apresentar os seguintes procedimentos: 1) Dois passos, em que *primer* e ácido estão em um frasco e adesivo em outro; e 2) Passo único, com um recipiente contendo ácido, *primer* e adesivo (NOORT, 2002; VAN MEERBEEK et al., 2003).

Os sistemas adesivos utilizados em conjunto com os cimentos resinosos unem-se ao dente em função da sua propriedade microretentiva e capacidade de adesão ao esmalte e dentina (GERNHARDT; BEKES; SCHALLER, 2005). Mesmo os cimentos resinosos que ainda ofereçam alguns inconvenientes, como, maior custo (ROSENTIEL et al., 1998) e aplicação susceptível às variáveis de manipulação (BEHR et al., 2004), proporcionam desempenho satisfatório (PIWOWARCZYK; LAUER; SORENSEN, 2005; GERNHARDT; BEKES; SCHALLER, 2005; BALBOSH; LUDWIG; KERN, 2005). Assim, o aumento na utilização dos cimentos resinosos justifica-se pela superioridade dos mesmos na retenção protética, quando comparado aos cimentos de fosfato de zinco e ionômero de vidro (MIRANDA et al., 2005).

Entretanto, o procedimento de cimentação adesiva aplicado aos cimentos resinosos convencionais, como citado, é suscetível a variáveis de manipulação, pois necessita vários passos de aplicação e é passível de contaminação por saliva e umidade (BEHR et al., 2004). Com o objetivo de minimizar essas dificuldades, recentemente surgiu uma nova alternativa para cimentação adesiva, os chamados cimentos resinosos autocondicionantes. Esses materiais combinam facilidade de manipulação dos cimentos de ionômero de vidro com boas propriedades mecânicas, estética e adesão dos cimentos resinosos (PIWOWARCZYK; LAUER; SORENSEN, 2005), além de dispensar o condicionamento ácido da superfície dental (PIWOWARCZYK; LAUER; SORENSEN, 2005; BEHR et al., 2004; GERTH et al., 2005; IBARRA et al., 2006).

Assim como os adesivos autocondicionantes de passo único, esses materiais incluem em um único frasco, já com proporções corretas, ácido, *primer*, matriz e agente de união. Portanto, possuem em sua composição o HEMA (2 - hidroximetil metacrilato) que é o monômero hidrofílico capaz de se difundir pelas fibras colágenas, proporcionando, após a presa, a formação de uma camada híbrida entre dente e resina (GERTH et al., 2005). Outro componente presente na matriz desse material é o ácido fosfórico metacrilado multifuncional (PIWOWARCZYK; LAUER; SORENSEN, 2005), que é facilitador da adesão ao substrato dental (BEHR et al., 2004; ABO-HAMAR et al., 2005; GERTH et al., 2005; IBARRA et al., 2006). De acordo com Balbosh et al. (2005), o ácido fosfórico metacrilato presente nos materiais auto-adesivos é

capaz de promover o tratamento da dentina, infiltrando-se pela estrutura dental, desmineralizando-a e criando micro retenções (ABO-HAMAR et al., 2005) necessárias para viabilizar o embricamento mecânico do material resinoso.

Apesar dos cimentos autocondicionantes terem sido recentemente disponibilizados, estudos envolvendo esses materiais demonstram certa contraditoriedade a respeito da efetividade desses cimentos (PIWOWARCZYK; LAUER; SORENSEN, 2005; ABO-HAMAR et al., 2005; KUMBULOGLU et al. 2005; PALACIOS et al., 2006).

O estudo de Abo-Hamar et al. (2005) que avaliou a resistência de união de um cimento resinoso autocondicionante (RelyX Unicem) à dentina e ao esmalte, comparativamente à dos cimentos resinosos convencionais (Variolink2, PanaviaF e sistema Prime&Bond) e à de um ionômero de vidro (Ketac-Cem), apresentou diferenças em alguns resultados. Em relação à dentina, quando comparado aos cimentos resinosos convencionais, o novo cimento autocondicionante não apresentou diferenças significativas, sendo, porém, superior ao cimento de ionômero de vidro. Já com relação ao esmalte, o comportamento do cimento autocondicionante foi diferente, apresentando menores valores que os dos cimentos resinosos convencionais e maiores valores que os dos cimentos de ionômero de vidro.

Por outro lado, Al-Assaf et al. (2007) avaliaram a resistência de união, sob tração, de diferentes agentes cimentantes utilizados para fixar discos metálicos à dentina, seguido por ciclagem térmica. Os cimentos testados incluíram: Bistite II DC, C&B Superbond, M-Bond, Panávia-F e RelyX Unicem. De acordo com esse estudo, Bistite II DC, Panávia-F e M-Bond não apresentaram diferença estatística entre si e obtiveram valores superiores aos dos C&B Superbond e RelyX Unicem.

Os trabalhos de Kumbuloglu et al. (2005) e Piwowarczyk, Lauer e Sorensen (2005), no entanto, investigaram a resistência de união de cimentos resinosos, incluindo autocondicionantes, apenas em superfícies cerâmicas. Observando, respectivamente, desempenho inferior e por outro lado superior para o cimento resinoso autocondicionante, demonstrando assim, contrariedade para os resultados obtidos com esse material quando fixados à superfícies cerâmicas.

Diante dessas considerações e tendo em vista a carência de informações relacionadas ao desempenho dos cimentos autocondicionantes sobre o substrato dental, é relevante avaliar o desempenho dos cimentos resinosos autocondicionantes comparativamente aos dos cimentos resinosos convencionais, no que se refere à resistência de união sob cisalhamento quando fixados à dentina e ao esmalte, submetidos a diferentes tratamentos quanto à aplicação de condicionadores ácidos e sistemas adesivos, pois, poucos trabalhos avaliaram o assunto relacionando essas variáveis. Assim, como estes cimentos são indicados para cimentação de coroas protéticas, o tradicional teste de resistência de união ao cisalhamento parece reproduzir melhor o *stress* ao qual essas serão submetidas do que teste de tração, sendo o primeiro eleito para realização deste estudo (HOLDEREGGER et al., 2008).

2 ARTIGO

2.1 Versão em português

**Resistência de união de cimentos resinosos convencional e
autocondicionante ao esmalte e dentina em função de diferentes
tratamentos de superfície**

Renata Fontanella Sander ^a, Prof. Dr. Luiz Henrique Maykot Prates ^b, Prof. Dr. Marcelo Carvalho Chain ^c e Sérgio Fernando Torres de Freitas ^d

^a Aluna do Curso de Pós-graduação em Odontologia, Mestrado em Odontologia, Área de Concentração Materiais Dentários, Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, Santa Catarina, Brasil.

^{b, c, d} Professores do Curso de Pós-graduação em Odontologia, Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, Santa Catarina, Brasil.

Autora para correspondência:

^a Renata Fontanella Sander

Luís Oscar de Carvalho, 207, Bl 4, Ap 302 -Trindade
Florianópolis/ Santa Catarina/ Brazil - CEP: 88.036-400
Telefone: +55 (48) 96021543
e-mail: renatasander@yahoo.com.br

^b Luiz Henrique Maykot Prates

Universidade Federal de Santa Catarina, Centro de Ciências da Saúde,
Campus Universitário –Trindade
Florianópolis / Santa Catarina / Brasil - CEP 88.040-900
Telefone: +55 (48) 37219523
e-mail: lhprates@terra.com.br

^c Marcelo Carvalho Chain

Universidade Federal de Santa Catarina, Centro de Ciências da Saúde
Campus Universitário - Trindade

Florianópolis / Santa Catarina / Brasil - CEP 88040-900

Telefone: +55 (48) 372119523

e-mail: marcelochain@bol.com.br

^d Sérgio Fernando Torres de Freitas

Universidade Federal de Santa Catarina, Centro de Ciências da Saúde
Campus Universitário - Trindade

Florianópolis / Santa Catarina / Brasil - CEP 88040-900

Telefone: +55 (48) 37219388

Artigo formatado segundo as normas da revista ***Operative Dentistry***.

Resistência de união de cimentos resinosos convencional e autocondicionante ao esmalte e dentina em função de diferentes tratamentos de superfície

Relevância Clínica: O condicionamento ácido da dentina e a aplicação de adesivo, comparados à técnica sem essas variáveis, aumentaram significativamente a resistência de união do cimento autocondicionante. Em esmalte esse procedimento, antes da utilização do material autocondicionante, não alterou a resistência de união quando comparado a aplicação de um cimento resinoso convencional.

Resumo

Este estudo comparou *in vitro* a resistência de união ao cisalhamento (RUC) de cimentos resinosos convencional (RelyX ARC, 3M ESPE, St. Paul, EUA) e autocondicionante (RelyX Unicem, 3M ESPE, Seefeld, Alemanha) quando aplicados ao esmalte e à dentina. Para isso, foram utilizados 36 molares humanos permanentes, cujas coroas, após separação das raízes, foram submetidas a cortes mesiodistais, obtendo-se 72 faces dentais. Os fragmentos obtidos foram embutidos com resina epóxica em tubos de PVC, de modo que as faces vestibulares ou linguais ficassem expostas. A amostra foi aleatoriamente distribuída em dois grupos, adesão ao esmalte e à dentina, sendo essas superfícies desgastadas com lixas de carvão de silício n^{os}120, 280, 400, 600 e 1200 até o aplainamento do esmalte ou exposição da dentina. Na seqüência, os grupos foram subdivididos em 3 subgrupos (n= 12), conforme o material testado. Em esmalte, nos grupos G1 (RelyX ARC e Single Bond 3M ESPE, Irvine, EUA) e G2 (RelyX Unicem), respeitou-se as recomendações dos fabricantes, sendo que os materiais foram aplicados, respectivamente, com e sem condicionamento ácido e sistema adesivo. No Grupo G3 (RelyX Unicem), todavia, embora não recomendado pelo fabricante, os espécimes foram submetidos ao condicionamento ácido e aplicação do

sistema adesivo (Single Bond). Em dentina, nos grupos G4, G5 e G6, repetiu-se essas variáveis. Com auxílio de uma matriz bipartida de teflon adaptada a um dispositivo metálico, foram confeccionados cilindros de cimentos sobre as superfícies de dentina e esmalte. Posteriormente, os corpos-de-prova foram levados à máquina de ensaios mecânicos para realização dos testes de RUC, com velocidade de 0,5mm/min, até a fratura dos corpos-de-prova. Os dados foram analisados com ANOVA 2 e Teste de Tukey ($p < 0,05$). Os resultados (MPa) foram: G1: 29,92 (11,14); G2: 15,79 (6,4); G3: 32,81 (6,24); G4: 14,40(4,59); G5: 13,38(5,0) e G6- 25,75 (10,67). Assim, o condicionamento ácido do esmalte e da dentina e a aplicação de adesivo, comparados à técnica sem essas variáveis, aumentaram significativamente a resistência de união do cimento autocondicionante.

Palavras-chave: cimentos de resina; cimentação; resistência ao cisalhamento; cimentos dentários; materiais dentários.

Introdução

Sabe-se que o bom desempenho de restaurações indiretas e próteses fixas depende, entre outros fatores, do procedimento de cimentação ¹. Atualmente, como materiais disponíveis para fixação de próteses citam-se os seguintes cimentos: fosfato de zinco, ionômero de vidro convencional, ionômero de vidro modificado por resina, cimento resinoso convencional e cimento resinoso auto-adesivo, o último recentemente desenvolvido ¹.

O cimento de fosfato de zinco tem sido um dos mais utilizados para fixação de próteses ^{2, 3}. Esse material, porém, não apresenta propriedade adesiva ³, que aliado à solubilidade traduzem algumas das desvantagens do mesmo ². O cimento de fosfato de zinco pode ainda ter seu desempenho comprometido por variações na proporção e manipulação ⁴. Os cimentos de ionômeros de vidro, por outro lado, apresentam como vantagens a capacidade de aderir ao esmalte e à dentina e a liberação de flúor ⁵. Comparativamente ao

cimento de fosfato de zinco, o cimento de ionômero mostra superioridade, entretanto, são inferiores aos cimentos resinosos ¹.

Os cimentos resinosos atuais surgiram a partir do desenvolvimento da resina Bis-GMA, por Bowen ⁶ e das resinas compostas. Esses materiais, a princípio, são utilizados em conjunto com sistemas adesivos, que foram desenvolvidos como materiais capazes de promover união entre dente e restauração. Os procedimentos adesivos foram desenvolvidos após a introdução da técnica do condicionamento ácido do esmalte, por Buonocore ⁷, criando irregularidades e permitindo que os monômeros dos materiais adesivos penetrem e estabeleçam a união com o dente ⁵. Mesmo os cimentos resinosos que ainda ofereçam alguns inconvenientes, como maior custo ² e aplicação susceptível às variáveis de manipulação ⁸, proporcionam desempenho satisfatório ^{1, 9, 10}. Assim, o aumento na utilização dos cimentos resinosos justifica-se pela superioridade dos mesmos na retenção protética, quando comparado aos cimentos de fosfato de zinco e de ionômero de vidro ¹¹.

Entretanto, o procedimento de cimentação adesiva aplicado aos cimentos resinosos convencionais, como citado, é suscetível a variáveis de manipulação, pois necessita vários passos de aplicação e é passível de contaminação por saliva e umidade ⁸. Com o objetivo de minimizar essas dificuldades, recentemente surgiu uma nova alternativa para cimentação adesiva, os chamados cimentos resinosos autocondicionantes. Esses materiais combinam facilidade de manipulação dos cimentos de ionômero de vidro com propriedades mecânicas, estética e adesão dos cimentos resinosos ¹², além de dispensar o condicionamento ácido da superfície dental ^{8, 12, 13, 14}. Apesar dos cimentos autocondicionantes terem sido recentemente disponibilizados, estudos envolvendo esses materiais demonstram certa contraditoriedade a respeito da efetividade dos mesmos ^{1, 15, 16, 17, 18}.

O propósito deste estudo foi avaliar a resistência de união, sob cisalhamento, de cimentos resinosos convencional (RelyX ARC) e autocondicionante (RelyX Unicem) ao esmalte e à dentina, sendo o primeiro material utilizado após o condicionamento das diferentes superfícies com ácido fosfórico 37% (Condac 37%, FGM, Joinville, Brasil) e aplicação de sistema adesivo (Single Bond) o último empregando-se ou não esses procedimento.

Materiais e métodos

Preparo dos espécimes:

Para realização deste estudo foram selecionados 36 molares humanos, hígidos e recém extraídos. O projeto para elaboração desta pesquisa teve aprovação do Comitê de Ética em Pesquisa em Seres Humanos da UFSC/n°042/07. Assim, os dentes foram armazenados em solução de timol 0,1% (Sesi Farmácia de manipulação, Florianópolis, Brasil) pelo período máximo de 6 meses antes da execução da parte laboratorial da pesquisa.

Após limpeza adequada, os elementos dentais foram seccionados na altura da junção amelocementária e no sentido mesiodistal, com auxílio de discos diamantados (Norton Abrasivos, Guarulhos, Brasil) adaptados na máquina de cortes ISOMET 1000 (Buehler, Lake Bluff, EUA). Esses cortes permitiram o aproveitamento das faces vestibular e lingual, totalizando 72 faces dentais, as quais foram fixadas por intermédio das superfícies vestibulares ou linguais sobre lâminas de cera 7. Em seguida, foram circundadas por tubos de PVC (20mm de diâmetro e 20mm de altura), sendo vertida resina epóxica no interior dos mesmos. Após o tempo de cura da resina epóxica, os 72 cilindros foram distribuídos em dois grupos, sendo 36 para esmalte e 36 para dentina. Para cada tipo de substrato os espécimes foram subdivididos, aleatoriamente, em 3 grupos, com 12 espécimes em cada grupo.

Em seguida, os blocos de resina com fragmentos dentais embutidos foram, individualmente, adaptados ao orifício central de uma base metálica circular e fixados por um parafuso lateral, para a realização do desgaste seqüencial da superfície dental. A utilização da base visou obter uma superfície plana, de esmalte ou dentina, perpendicular ao longo eixo do tubo de PVC. O desgaste foi realizado em uma politriz (Panambra Struers, DP-10, Panambra, São Paulo, Brasil), sob refrigeração com água, em quatro direções, por dez segundos cada, totalizando 40 segundos em cada lixa. Para os espécimes de dentina foram utilizadas lixas de carbeto de silício (SiC) números 120, 280, 400, 600 e 1200. Enquanto que a parte da amostra destinada a cimentação em

esmalte foi realizado apenas o aplainamento da superfície com as lixas n^{os} 600 e 1200. Após esse procedimento os espécimes foram lavados e armazenados em água destilada, à temperatura de 37°C.

Procedimento adesivo:

Os cimentos avaliados foram o cimento resinoso convencional RelyX ARC e o autocondicionante RelyX Unicem. Nos grupos G1, G2, G4 e G5 os materiais foram aplicados seguindo-se as recomendações dos fabricantes, ou seja, com condicionamento ácido e aplicação de adesivo nos grupos G1 e G4, e sem tratamento prévio onde foi utilizado o cimento autocondicionante RelyX Unicem. Todavia, nos grupos G3 e G6 foi utilizado o material autocondicionante sobre as superfícies condicionadas com ácido fosfórico seguido pela aplicação do adesivo alterando-se o protocolo recomendado pelo fabricante. A Tabela 1 indica o substrato, tratamento de superfície e material usado em cada grupo. Para realizar os procedimentos de cimentação as superfícies foram demarcadas com auxílio de plástico adesivo circular, com orifício central de 3mm de diâmetro, delimitando a área destinada ao procedimento adesivo.

Tabela 1: Distribuição dos corpos-de-prova, segundo substrato, cimento e tratamento de superfície.

Grupo	Substrato	Condicionamento ácido (Condac 37%, FGM)	Aplicação de adesivo (Single Bond, 3M)	Material (Fabricante)
G1	Esmalte	15s	fotoativação por 10s	RelyX ARC (3M ESPE) fotoativação por 40s
G2	Esmalte	—	—	RelyX Unicem (3M ESPE) fotoativação por 40s
G3	Esmalte	15s	fotoativação por 10s	RelyX Unicem (3M ESPE) fotoativação por 40s
G4	Dentina	15s	fotoativação por 10s	RelyX ARC (3M ESPE) fotoativação por 40s
G5	Dentina	—	—	RelyX Unicem (3M ESPE) fotoativação por 40s
G6	Dentina	15s	fotoativação Por 10s	RelyX Unicem (3M ESPE) fotoativação por 40s

Os espécimes dos grupos submetidos ao condicionamento de superfície receberam aplicação do ácido fosfórico 37%, por 15 segundos e lavagem com água, por 30 segundos, seguido da secagem efetiva no esmalte e superficial da dentina. O sistema adesivo foi aplicado nas superfícies com auxílio de pincéis, em duas camadas, durante 15 segundos, seguido de aplicação de jato de ar, por 3 segundos e fotoativação, por 10 segundos, utilizando-se aparelho fotoativador LED (Radii e, SDI, Bayswater, Austrália), com intensidade de 400m/Wcm^2 , aferida com radiômetro SDS-Kerr 910726 (Kerr Corporation, EUA).

Para realizar as “restaurações” de cimento, os cilindros de resina-dente foram adaptados em um dispositivo que inclui duas estruturas metálicas, uma superior e outra inferior, ambas contendo um orifício com 3mm de diâmetro. As estruturas incluem ainda dois parafusos instalados na superfície superior, que permitiu uni-las no sentido vertical, e dois parafusos laterais, um para cada estrutura, utilizados, respectivamente, para fixar o cilindro na estrutura inferior e para fixar uma matriz de teflon na estrutura superior (Figura 1). A matriz de teflon serviu como guia para as “restaurações”, padronizando o tamanho dos cilindros de cimento.

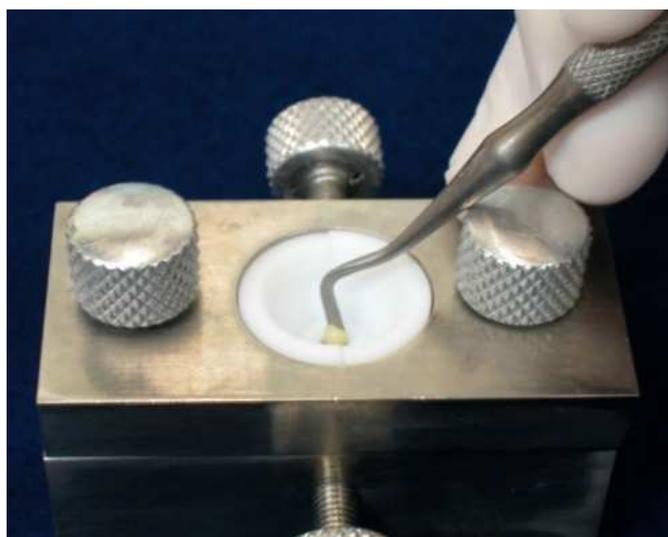


Figura 1: Aplicação do cimento no orifício central da matriz de teflon bipartida, adaptada no dispositivo metálico e coincidindo com a área delimitada.

Para a aplicação do cimento resinoso, os dentes incluídos nos tubos de PVC foram inseridos individualmente na estrutura metálica inferior, sendo o parafuso lateral ajustado de maneira que a superfície do dente ficasse no mesmo plano da superfície da estrutura. Em seguida, a segunda estrutura foi adaptada e os parafusos superiores ajustados. A matriz de teflon bi-partida, contendo um orifício central com 3mm de diâmetro e 2mm de altura, foi então adaptada na matriz metálica superior e o parafuso lateral ajustado. A coincidência entre o orifício central da matriz de teflon com a área delimitada na superfície dental era obtida pelo afrouxamento e apertamento dos dois parafusos superiores, o que permitia pequenos movimentos entre as duas estruturas metálicas.

Em seguida, os procedimentos “restauradores” foram realizados a partir do preenchimento da matriz de teflon com cimento, em um único incremento, e fotoativação com o mesmo aparelho LED usado para a fotoativação do sistema adesivo. Após a fotoativação, os parafusos foram cuidadosamente afrouxados e cada corpo-de-prova removido, sendo avaliados com o objetivo de verificar a presença de falhas e/ou excessos. Uma lâmina de bisturi foi utilizada para remoção de pequenos excessos. Os corpos-de-prova que apresentaram falhas foram descartados e substituídos por novos. A obtenção dos espécimes foi baseada no método descrito por Cotto ¹⁹.

Assim, os corpos-de-prova prontos foram armazenados em água destilada, por 24 horas, na temperatura de 37°C, até o momento dos testes.

Ensaio de Resistência ao Cisalhamento:

Para realizar o teste, cada corpo-de-prova foi adaptado em um dispositivo metálico que permitiu a imobilização individual dos mesmos. O conjunto formado pelo dispositivo metálico e corpo-de-prova foi levado à máquina de testes (Instron, 4444) de modo que uma ponta ativa em forma de semicírculo, com 3mm de diâmetro, fosse aplicada paralelamente e justaposto a interface adesiva (Figura 2). A carga foi aplicada com velocidade constante de 0,5mm/minuto até a ruptura da união entre cimento resinoso e estrutura dental.

Os valores foram registrados em quilonewtons e a resistência de união calculada em MPa, relacionando-se as cargas obtidas à área de superfície da união.

Análise estatística:

Concluído o experimento, os valores obtidos foram submetidos à análise de variância (ANOVA) e ao Teste de Tukey ($p < 0,05$), com intuito de verificar a existência ou não de diferenças significativas entre os resultados proporcionados por cada grupo.

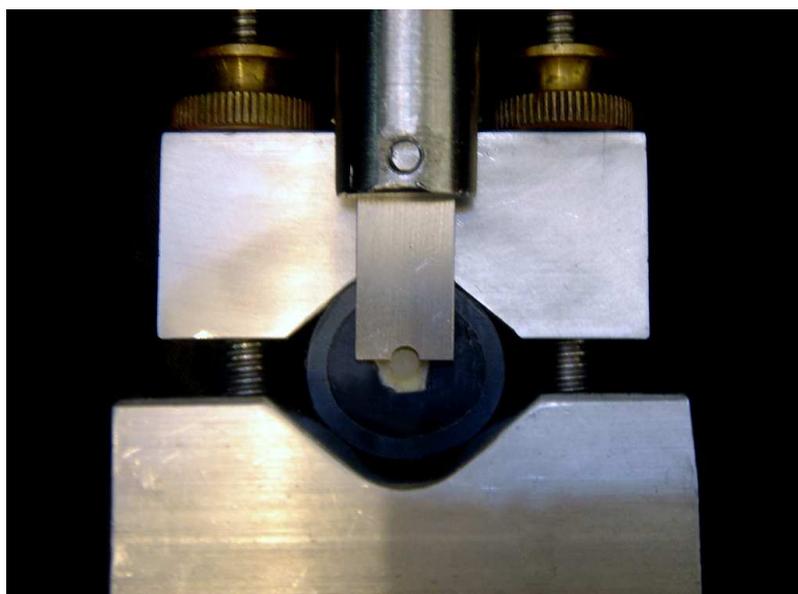


Figura 2: Vista do corpo-de-prova posicionado na máquina de testes, com ponta ativa em forma de semi-círculo, no momento da aplicação da carga.

Análise no MEV:

Após a fratura, foram selecionados, aleatoriamente, dois espécimes de

cada grupo para avaliação em microscopia eletrônica de varredura (MEV). Para isso, os corpos-de-prova foram dessecados a vácuo e cobertos com banho de ouro (SCD 005, Bal-tec). Com finalidade de analisar as fotomicrografias foram registradas para cada grupo as imagens com aumento de 25X e 800X.

Resultados

Em esmalte os resultados apontaram maior resistência de união, estatisticamente significativa, para G1 (RelyX ARC e Single Bond), utilizado como grupo controle, quando comparado a G2 (RelyX Unicem), que utilizou um material autocondicionante sem o condicionamento ácido prévio e sem sistema adesivo. Por outro lado, ainda em esmalte, G3 que utilizou o mesmo cimento (RelyX Unicem), entretanto realizando previamente condicionamento ácido e aplicação de adesivo (Single Bond), quando comparado a G1, obteve similaridade estatística. Para dentina os resultados demonstraram que os grupos G4 (RelyX ARC e Single Bond) e G5 (RelyX Unicem) sem condicionamento ácido prévio e sem sistema adesivo, proporcionaram resultados similares. Porém, G6 (RelyX Unicem e Single Bond) foi estatisticamente superior a G4 e G5. Os valores médios para RUC estão indicados na Tabela 2 e Figura 3. As Figuras 4 e 5 exibem as superfícies de esmalte e dentina obtidas através de fotomicrografias (MEV), com aumento de 800X, dos espécimes aleatoriamente selecionados em cada grupo, após a realização dos ensaios.

Tabela 2: Valores médios (MPa) para resistência de união sob cisalhamento (RUC), em esmalte e dentina.

CIMENTO	SUPERFÍCIE			
	ESMALTE		DENTINA	
	Média (DP)	CV %	Média (DP)	CV %
RelyX ARC	29,92 (11,14)Aa	37%	14,4 (4,59)Bb	32%
RelyX Unicem	15,79 (6,4)Ba	41%	13,38 (5)Ba	37%
RelyX Unicem (e Single Bond)	32,81 (6,24)Aa	19%	25,75 (10,67)Aa	41%

Letras maiúsculas distintas em uma mesma coluna e letras minúsculas distintas em uma mesma linha indicam diferença estatisticamente significativa, pelo Teste de Tukey ($p < 0,05$); DP= desvio padrão e CV= coeficiente de variação.

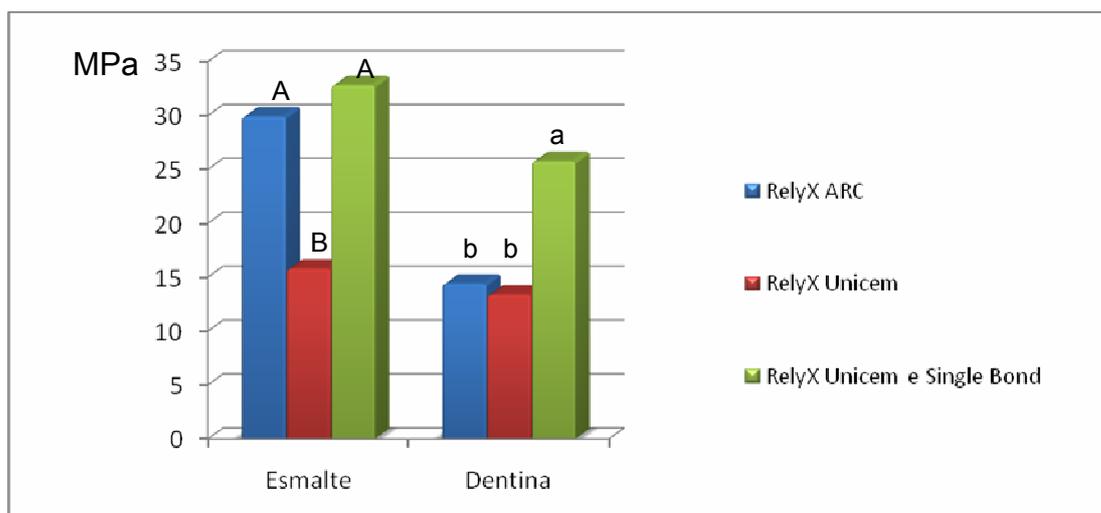


Figura 3: Representação gráfica dos valores médios (MPa), para esmalte e dentina. (Letras maiúsculas distintas indicam diferenças estatisticamente significativas em esmalte, enquanto letras minúsculas distintas indicam diferenças estatisticamente significativas para dentina, pelo Teste de Tukey, 5%).

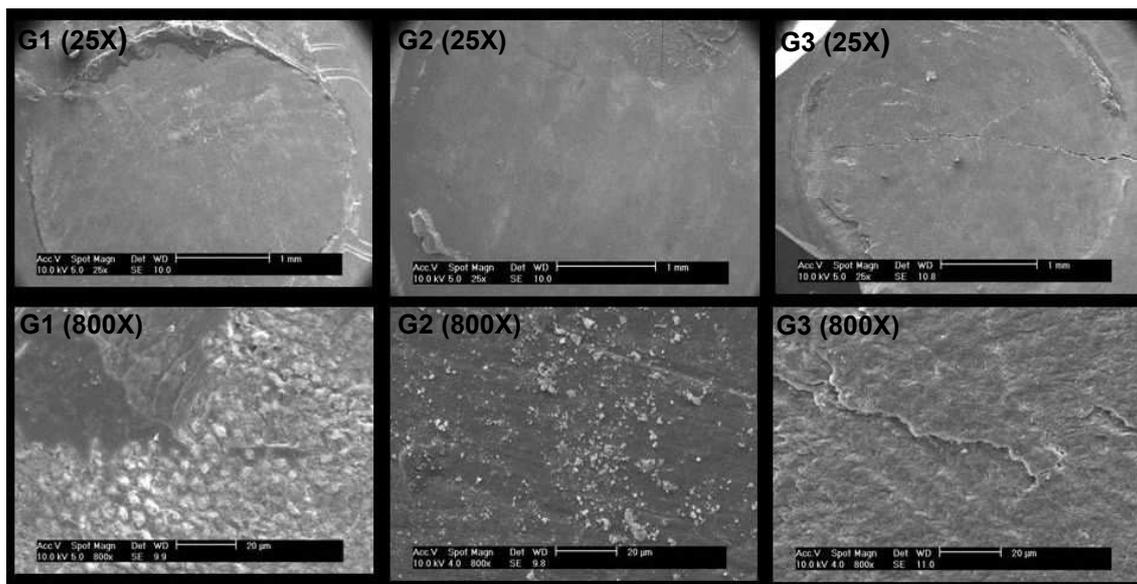


Figura 4: Fotomicrografias (MEV) de superfícies de espécimes dos grupos G1(RelyX ARC e Single Bond), G2 (RelyX Unicem) e G3 (RelyX Unicem e Single Bond) em esmalte, com aumento de 25X e 800X, após realização dos ensaios de cisalhamento.

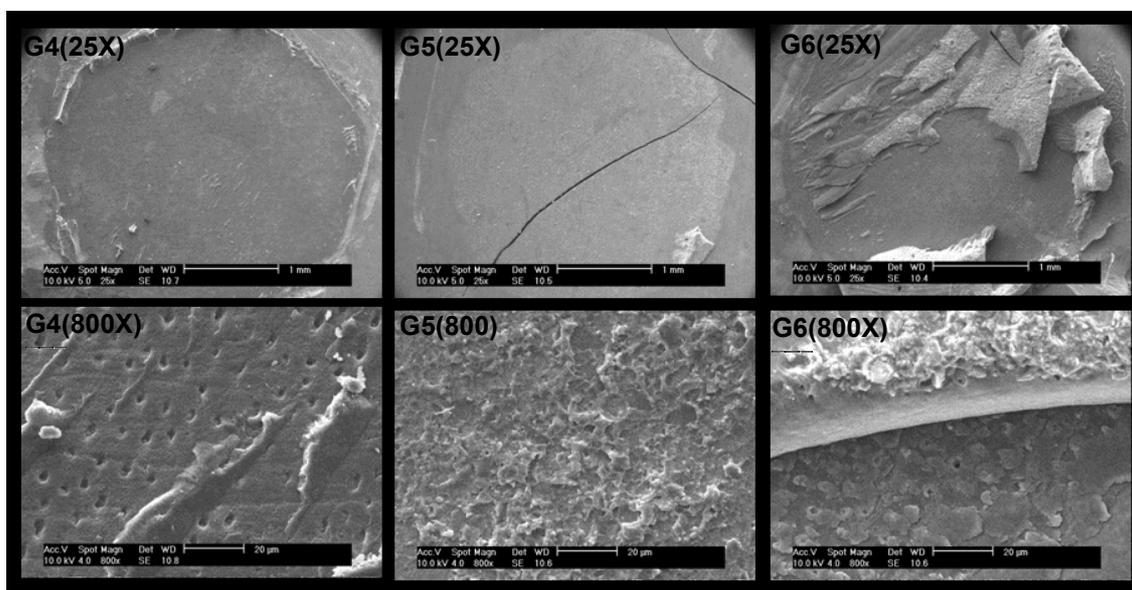


Figura 5: Fotomicrografias (MEV) de superfícies de espécimes dos grupos G4 (RelyX ARC e Single Bond), G5 (RelyX Unicem) e G6 (RelyX Unicem e Single Bond) em dentina, com aumento de 25X e 800X, após realização dos ensaios de cisalhamento.

Discussão

O presente estudo avaliou a resistência de união, sob cisalhamento, entre os substratos dentais (esmalte e dentina) e cimentos resinosos convencional e autocondicionante, sendo o convencional aplicado de acordo com as recomendações do fabricante, ou seja, após condicionamento ácido prévio e aplicação de sistema adesivo e o autocondicionante com ou sem essa variável.

Os resultados aqui encontrados estão de acordo com estudos disponíveis na literatura. O estudo de De Munck et al. (2004)²⁰, utilizando testes de microtração, comparou a resistência de união ao esmalte de cimentos resinoso convencional, usado como controle, e autocondicionante com e sem condicionamento ácido prévio. Assim como os dados aqui apresentados os resultados demonstraram inferioridade para o material autocondicionante aplicado de acordo com as recomendações do fabricante. Porém, quando utilizado condicionamento ácido e adesivo os resultados do cimento autocondicionante foram semelhantes aos do grupo controle. Da mesma forma, Abo-Hamar et al. (2005)¹⁵, que investigaram o cimento RelyX Unicem, constataram que a resistência de união do mesmo ao esmalte foi estatisticamente inferior à dos cimentos resinosos convencionais testados.

Dentre as possibilidades para justificar a união mais efetiva do cimento resinoso convencional ao esmalte, pode-se incluir o mecanismo de união à superfície desse substrato, que ocorre em função do aumento da rugosidade microscópica proporcionada pelo tratamento prévio com ácido fosfórico⁵. Além disso, esse fator aumenta a energia de superfície e melhora o umedecimento do substrato. Assim, com o aumento da rugosidade superficial e conseqüentemente da área, a união em função de um embricamento micromecânico é viabilizada⁵. Dessa forma o condicionamento ácido seguido por aplicação de adesivo empregados previamente à utilização dos cimentos resinosos convencionais é relevante no processo de união ao esmalte. Portanto, o pH do RelyX Unicem (menor que 2, no primeiro minuto), apesar de baixo, possivelmente não tenha sido suficiente para condicionar a superfície dental²⁰. Logo, a propriedade autoadesiva do cimento RelyX Unicem, obtida

por intermédio de um dos seus componentes, o ácido fosfórico metacrilato que desmineraliza e infiltra-se na superfície dental proporcionando retenção micromecânica^{13, 15}, parece não ser suficiente para promover uma união com resistência similar à de um cimento resinoso convencional.

Por outro lado, como comentado, a maior resistência de união para os sistemas convencionais de cimentos, com tratamento de superfície previamente à cimentação, pode ser explicada também pela facilidade de penetração dos sistemas adesivos. Ou seja, por serem menos viscosos podem penetrar melhor através da estrutura do esmalte e promover uma união mais segura. Assim, a maior viscosidade dos cimentos autocondicionantes, comparada à dos sistemas adesivos utilizados com cimentos resinosos convencionais, parece ser um dos fatores que explicam a menor penetração do material^{15, 20}. Esses argumentos parecem justificar também, neste estudo, o comportamento similar entre os cimentos resinosos convencional e autocondicionante quando o último foi aplicado sobre a superfície de esmalte condicionada previamente com ácido fosfórico e tratada com adesivo.

Com relação à resistência de união à dentina, observou-se neste estudo uma similaridade entre a resistência de união dos cimentos resinosos convencional e autocondicionante aplicados de acordo com as orientações do fabricante, assim como observado em alguns resultados da literatura^{15, 20}. Entretanto, para esse substrato ainda existe certa contrariedade^{18, 20}. O estudo desenvolvido por Al-Assaf et al. (2007) investigou as características da interface entre diferentes cimentos resinosos e dentina, incluindo testes de tração, modo de fratura, extensão de desmineralização e alterações morfológicas na formação de camada híbrida. No trabalho citado, os autores observaram diferenças estatisticamente significativas nas resistências de união, sendo os cimentos Bistite II e M-Bond superiores aos C&B Super-Bond, RelyX Unicem e Panavia F, que foram estatisticamente similares entre si. Quando avaliaram microscopicamente o cimento RelyX Unicem, os mesmos autores verificaram que não houve formação de uma camada híbrida visível. Esse material de cura dual utiliza a reação redox para polimerização da fase resinosa e reação ácido-base, resultando na formação de fosfato de cálcio, com o mecanismo de adesão semelhante ao dos ionômeros de vidro, pois formam interface intermediária incorporando parcialmente as partículas

dissolvidas da lama dentinária. Sabe-se, portanto, que a incorporação da lama dentinária, como acontece com os ionômeros de vidro, estabelece um elo fraco de união com a dentina. Seguindo esse raciocínio, De Munck et al. (2004), mesmo verificando desempenho similar para o cimento autocondicionante comparado ao convencional, observaram por meio de cortes transversais em microscopia eletrônica que a interação entre a superfície de dentina e o cimento RelyX Unicem é uma interação superficial, indicando túbulos dentinários não preenchidos pelo material e sem formação de *tags* resinosos, assim, sem formação de uma camada híbrida real. Acrescenta-se, ainda, a observação de bolhas de ar no cimento e especialmente na interface cimento dentina²⁰.

Assim como para o esmalte, este estudo realizou tratamento com ácido fosfórico e adesivo na superfície de dentina previamente à aplicação do cimento autocondicionante, obtendo resultados de resistência de união estatisticamente superiores em relação aos que utilizaram cimentos resinosos convencional e autocondicionante aplicados de acordo com os fabricantes, ou seja, respectivamente com e sem condicionamento ácido e sistema adesivo, contrariando outros estudos^{21, 22}. A capacidade do ácido fosfórico de remover a lama dentinária, expondo os túbulos dentinários e permitindo que o adesivo (Single Bond) estabeleça o elo entre cimento e estrutura dental, formando a camada híbrida de modo similar ao de um cimento convencional aplicado com adesivo, provavelmente tenha contribuído para uma adesão efetiva.

A superioridade na resistência de união à dentina do cimento autocondicionante nos grupos que utilizaram condicionamento ácido prévio e aplicação do sistema adesivo, estaticamente superior em relação ao grupo que utilizou cimento autocondicionante sem condicionamento ácido e sistema adesivo, não é suficiente para que uma mudança de procedimento seja adotada. Ou seja, como a presente pesquisa não avaliou a ocorrência ou não de alterações biológicas no tecido pulpar, não se pode sugerir o condicionamento ácido prévio para materiais autocondicionantes, antes que seja avaliada a compatibilidade biológica do procedimento. Destaca-se que, além do baixo pH do ácido fosfórico, a aplicação de um material com pH também ácido em uma dentina com permeabilidade já aumentada pelo condicionamento ácido prévio, talvez seja indesejável do ponto de vista

biológico. Portanto, novas pesquisas são necessárias para avaliar o assunto, abordando outras variáveis, inclusive às relacionadas aos aspectos biológicos.

Este estudo incluiu uma análise por MEV, com caráter ilustrativo, a partir da seleção aleatória de dois espécimes de cada grupo (Figuras 4 e 5), após a realização dos ensaios de cisalhamento.

Em esmalte, nas imagens com aumento de 25X (Figuras 4a, 4b e 4c), observam-se falhas sugestivamente adesivas para todas as variáveis. Todavia, ainda em esmalte, com aumento de 25X para o grupo 1 (Figura 4d), verifica-se imagem sugestiva de prolongamentos resinosos e cimento cobrindo a estrutura dos prismas previamente condicionados com ácido fosfórico e submetidos ao sistema adesivo (Single Bond) e cimento resinoso convencional (RelyX ARC), caracterizando, portanto, falha predominantemente coesiva no material resinoso. Por outro lado, onde foi utilizado cimento resinoso autocondicionante (RelyX Unicem) seguindo-se as recomendações do fabricante (grupo 2, Figura 4e), ou seja, sem condicionamento ácido e sem sistema adesivo, observa-se estrutura sugestiva de interação superficial entre cimento e esmalte, indicando falha com características de adesiva. Já em esmalte condicionado com ácido fosfórico e submetido ao sistema adesivo (Single Bond) e ao cimento resinoso autocondicionante (RelyX Unicem), grupo 4 (figura 4f), presume-se que parte do cimento também tenha permanecido aderida ao substrato, sugerindo falha coesiva no material resinoso.

Em dentina, onde as superfícies receberam condicionamento com ácido fosfórico e foram submetidas ao sistema adesivo (Single Bond), grupos 4 e 6 (Figuras 5d e 5f) seguido por aplicação dos cimentos resinosos convencional (RelyX ARC) e autocondicionante (RelyX Unicem), observa-se que houve abertura dos túbulos dentinários e preenchimento dos mesmos com material, com provável formação de camada híbrida, sendo observado também cimento aderido, caracterizando falha coesiva nos materiais. Ainda em dentina, onde foi utilizado cimento resinoso autocondicionante (RelyX Unicem) de acordo com as recomendações do fabricante, ou seja, sem condicionamento ácido e sem adesivo (grupo 5, Figura 5e), observa-se superfície com estrutura sugestiva de lama dentinária combinada com material cimentante.

Conclusões

1) O condicionamento ácido da dentina e do esmalte seguidos da aplicação de adesivo (Single Bond), comparados à técnica sem essas variáveis, aumentou significativamente a resistência de união do cimento autocondicionante (RelyX Unicem).

2) Em esmalte, o cimento resinoso autocondicionante (RelyX Unicem) aplicado de acordo com as recomendações do fabricante, ou seja, sem condicionamento ácido e sem sistema adesivo, proporcionou resistência de união estatisticamente inferior à do cimento resinoso convencional (RelyX ARC) aplicado com sistema adesivo (Single Bond).

3) Em dentina, o cimento resinoso autocondicionante (RelyX Unicem) aplicado de acordo com as recomendações do fabricante, ou seja, sem condicionamento ácido e sem sistema adesivo, proporcionou resistência de união estatisticamente similar à do cimento resinoso convencional (RelyX ARC) aplicado com sistema adesivo (Single Bond).

References

1. Piwowarczyk A, Lauer H C & Sorensen J A (2005) The shear bond strength between luting cements and Zircônia ceramics after two pre-treatments. *Operative Dentistry* **30(3)** 383-388.
2. Rosentiel S P, Land M F & Crispin B J (1998) Dental luting agents: a review of current literature. *Journal Prosthetic Dentistry* **80(3)** 280-301.
3. Michell C A, Abbariki M & Orr J F (2000) The influence of luting cement on the probabilities of survival and modes of failure of cast full-coverage crowns. *Dental Materials* **16** 198-196.
4. Fleming G J P, Marquis P M & Shortall (1999) The influence of clinically induced variability on the distribution of compressive fracture strengths of a hand-mixed zinc phosphate dental cement *Dental Materials* **15** 87-97.
5. Noort R (2002) Adesão ao esmalte e a dentina In: Noort R *Introdução aos materiais dentários* Artmed, Porto Alegre 175-195.

6. Bowen R L (1963) Properties of a silica-reinforced polymer for dental restorations *Journal of Dental American Association* **66 (1)** 57-64.
7. Buonocore M G (1955) A simple method of increasing the adhesion of acrylic filling materials to enamel surfaces *Journal Dental Research* **34(6)** 849-853.
8. Behr M, Regent T & Handel (2004) Marginal adaptation in dentin of a self-adhesive universal resin cement compared with well-tried systems *Dental Materials* **20** 191-197.
9. Gernhardt C R, Bekes K & Schaller H (2005) Short-term retentive values of zirconium oxide posts cemented with glass ionomer and resin cement: an in vitro study and case report *Quintessence International* **36(8)** 593-601.
10. Balbosh A, Ludwig K & Kern M (2005) Comparison of titanium dowel retention using four different luting agents *Journal Prosthetic Dentistry* **94(3)** 227-233.
11. Miranda C, Biasi E B, Prates L H M, Maia H P & Calvo M C M (2005) Avaliação das propriedades de cimentos resinosos de dupla ativação *Prótese Clínica e Laboratória* **35(7)** 57-65.
12. Piwowarczyk A, Lauer H C & Sorensen (2005) Microleakage of various cementing agents for full cast crowns *Dental Materials* **21** 445-453.
13. Gerth H U V, Dammaschke T, Züchner H & Schäfer E (2005) Chemical analysis and bonding reaction of RelyX Unicem and Bifix composites – A comparative study. *Dental Materials* **22(10)** 934-941.
14. Ibarra G, Johnson G H, Geurtsen W & Vargas M (2007) Microleakage of porcelain veneer restorations bonded to enamel and dentin with a new self-adhesive resin-based dental cement *Dental Materials* **23(2)** 218-225.
15. Abo-Hamar S E, Hiller K, Heike J, Federlin M, Friedf & Schmalz (2005) Bond strength of a new universal self-adhesive resin luting cement to dentin and enamel *Clinical Oral Investigation* **9** 161-167.
16. Kumbuloglu O, LASSILA L VJ, USER A, TOKSAVUL S & VALLITTU P K (2005) Shear bond strength of composite resin cements to lithium disilicate ceramics *Journal Oral Rehabilitation* **32** 128-133.
17. Palacios R P et al (2006) Retention of oxide ceramic crowns with three types of cement *Journal Prosthetic Dentistry* **96(2)** 104-114.
18. Al-Assaf K, Chakmarkchi M, Palaghias G, Karanika-Kouma A & Eliades G (2007) Interfacial characteristics of adhesive luting resin and composites with dentine *Dental Materials* **23** 829-839.

19. Cotto R A C (2002) A influência do óxido de zinco e eugenol para restauração temporária na resistência de união de sistemas adesivos, Pontifca Universidade Católica do Rio Grande do Sul, Porto Alegre.
20. De Munck J D, Vargas M, Landuyt K V, Hikita K, Lambrechts P & Van Meerbeek B (2004) Bonding an auto-adhesive luting material to enamel and dentin *Dental Materials* **20** 963-971.
21. Yang B, Ludwig K, Adelung R & Kern M (2006) Micro-tensile bond strength of three luting resins to human regional dentin *Dental Materials* **22** 45-56.
22. Hikita K, Van Meerbeek B, De Munck J, Ikeda t, Van Landuyt K, Maida T, Lambrechts P & Peumans M (2007) *Dental Materials* **23** 71-80.

2.2 Versão em inglês:

Conventional and Self-adhesive Resin Cements Bond Strength to enamel and dentin for different surface treatments

Renata Fontanella Sander ^a, Prof. Dr. Luiz Henrique Maykot Prates ^b, Prof. Dr. Marcelo Carvalho Chain ^c and Sérgio Fernando Torres de Freitas ^d

^a Student of Odontologia pos-graduate, Dental Materials, Federal University of Santa Catarina, Florianópolis, Santa Catarina, Brazil.

^{b, c, d} Professors of Odontologia pos-graduate, Federal University of Santa Catarina, Florianópolis, Santa Catarina, Brazil.

Corresponding author:

^a Renata Fontanella Sander

Rua Luis Oscar de Carvalho, 207, Bl 4, Ap 302 - Trindade

Florianópolis/ Santa Catarina/ Brasil - CEP: 88.036-400

Phone: +55 (048) 96021543

e-mail: renatasander@yahoo.com.br

^b Luiz Henrique Maykot Prates

Universidade Federal de Santa Catarina, Centro de Ciências da Saúde,
Departamento de Odontologia, Campus Universitário - Trindade

Florianópolis / Santa Catarina / Brasil - CEP 88.040-900

Phone: +55 (48) 37219523

e-mail: lhprates@terra.com.br

^c Marcelo Carvalho Chain

Universidade Federal de Santa Catarina, Centro de Ciências da Saúde,
Departamento de Odontologia.- Campus Universitário - Trindade

Florianópolis / Santa Catarina / Brasil - CEP 88040-900

Phone: +55 (48) 372119523
e-mail: marcelochain@bol.com.br

^d Sérgio Fernando Torres de Freitas
Universidade Federal de Santa Catarina, Centro de Ciências da Saúde
Campus Universitário - Trindade
Florianópolis / Santa Catarina / Brasil - CEP 88040-900
Telefone: +55 (48) 37219388

Artigo formatado segundo as normas da revista ***Operative Dentistry***.

Conventional and Self-adhesive Resin Cements Bond Strength to enamel and dentin for different surface treatments

Clinical Relevance: The acid conditioning to the dentin and adhesive application, compared to the technique without these variables, significantly increased the bond strength of the self-adhesive cement. The procedure on enamel, before the use of self-adhesive material did not alter the bond strength when compared to a conventional resin cement application.

Summary

This study compared in vitro the shear bond strength (SBS) of conventional and self-resin adhesive cements (RelyX ARC-3M ESPE) (RelyX Unicem-3M ESPE) when applied to the enamel and dentin. For this, it was used 36 permanent human molars, whose crowns, after separation from the roots, were submitted to mesiodistal cuttings, obtaining 72 dental faces. The fragments obtained were embedded with epoxy resin with PVC pipes, so that the buccal or lingual faces were exposed. The sample was randomly distributed in two groups, enamel and dentin bond, being these surfaces worn with carbide paper grinding No. 120, 280, 400, 600 and 1200 until the enamel planning or dentin exposure. In turn, the groups were divided into 3 subgroups (n = 12) according to the material tested. The enamel in G1 (RelyX ARC, 3M ESPE) and G2 (RelyX Unicem, 3M ESPE) groups, it was observed the manufacturers' recommendations, being the materials applied, respectively, with and without acid conditioning and adhesive system. In G3 Group (RelyX Unicem, 3M ESPE) however, not recommended by the manufacturer, the specimens were submitted to acid conditioning and adhesive system application. In dentin, the G4, G5 and G6 groups, repeated these variables. With a Teflon matrix-aid adapted to a metallic device, it was made cement cylinders, on the dentin and enamel surfaces. Later, the specimens were washed in a testing machine for carrying out the RUC tests, with a speed of 0.5 mm / min, until the bodies-of-

proof fracture. The data were analyzed by ANOVA (2 way) and Tukey Test ($p < 0.05$). The results were in MPa: G1: 29, 92 (11.14); G2: 15, 79 (6.4); G3: 32, 81 (6.24); G4-14, 40 (4.59); G5: 13, 38 (5.0) and G6: 25.75 (10.67). Thus, the acid-conditioning of enamel and dentin and the adhesive application compared to the technique without these variables increased significantly the bond strength of the self-adhesive cement.

Key-words: resin cements; cementation; shear strength; dental cements; dental materials.

Introduction

The indirect restoration and fixed prosthesis performances depend, among other factors, the lutting process. Currently, available materials for prostheses fixation were cited the following cements: zinc phosphate, conventional glass-ionomer, modified glass-ionomer, conventional and self-adhesive resin, the latter recently developed¹.

The zinc phosphate cement has been one of the most used for setting prothesis^{2, 3}. This material, however, does not present adhesive property³, that together with the solubility shows some of the disadvantages of it. The zinc phosphate cement may also have its performance committed by the proportion and manipulation⁴ variations. The glass ionomer cements, on the other hand, presents as advantages the ability to join the enamel and dentin and to release fluor⁵. When compared the zinc phosphate cement with cement ionomer, they show superiority, however, they are lower than resin cements¹.

The current resin cements emerged from the Bis-GMA resin development by Bowen⁶ and composite resins. These materials, at first, are used with adhesive systems that were developed as materials able to promote the bond between tooth and restoration. The adhesive procedures were developed after the technique introduction of enamel acid conditioning by Buonocore⁷, creating irregularities and allowing the adhesive material monomers to penetrate and provide the bond with the tooth⁵. Even the resin

cements that still offer some inconvenient, such as higher cost² and susceptible application to the manipulation⁸ variables provide satisfactory performance^{1, 9, 10}. Thus, the increasing use of resin cements justifies it by the superiority of them on the restraint prosthesis when compared to zinc phosphate cement and glass ionomer cement¹. However, the adhesive luting procedure applied to conventional resin cements, as mentioned before, is susceptible to variable manipulations, it requires several application steps and it can be exposed to contamination by saliva and wetness⁸. In order to minimizing these difficulties, it has recently emerged a new alternative for adhesive luting, called self-adhesive resin cements. These materials combine easy handling of the glass-ionomer cement with mechanical properties, aesthetic and the resin cement sealing¹², besides to release the dental acid conditioning surface^{8, 12, 13, 14}. Despite, the self-adhesive cements have been recently available, and studies involving these materials show some controversies about the effectiveness of them^{1,15,16,17,18}.

The purpose of this study was to evaluate the bond strength, with shear tests, of the conventional and self-adhesive resin cements (RelyX ARC, 3M ESPE, st. Paul, USA), (RelyX Unicem, 3M ESPE, Seefeld, Germany) applied to the enamel and dentin, being the first material applied after conditioning of the different surfaces with phosphoric acid 37% (Condac 37%, FGM, Joinville, Brasil) and adhesive system application (Single-Bond, 3M ESPE, Irvine, USA) and the latter applying, or not these procedures.

Materials and methods:

Specimens preparation:

It was selected for these study 36 human molars, healthy and newly extracted. The research project was approved by the Research Ethics Committee in Human beings of UFSC / No 042/07. Thus, the teeth were stored in Thymol solution of 0.1% (Sesi – Manipulation Pharmacy, Florianopolis, Santa

Catarina, Brazil) for no longer than 6 months before the research laboratorial development.

After adequate cleaning, the dental elements were selected at the cement-enamel junction and mesiodistal with diamond disc-aids (Norton Abrasives, Guarulhos, Brazil) adapted to the cutting machine (ISOMET 1000, Buehler, Lake Bluff, IL, USA). These cuttings allowed buccal and lingual face utilization, totaling 72 dental surfaces, which were fixed through the buccal or lingual surfaces on 7 wax sheets. Then, these were surrounded by PVC tubes (20mm in diameter and 20mm tall), being the epoxy resin poured in them. After the epoxy resin setting time, the 72 cylinders were distributed into two groups, being 36 for enamel and 36 for dentine. For each type of substrate the bodies-of-proof were randomly divided, into 3 groups, with 12 bodies-of-proof in each group.

After, the resin blocks with embedded dental fragments were, individually adapted to the central hole of a circular metallic base set by a screw side for holding the sequential wear of the dental surface. The base used aimed to obtain a flat surface of enamel or dentin, perpendicular to a long PVC pipe axis. The wear was performed in a politriz (Panambra Struers, PA-10, Panambra, Sao Paulo, Brazil), under refrigeration with water in four directions, for ten seconds each, totaling 40 seconds in each sandpaper. It was used for the dentin bodies-of-proof SiC paper numbered 100, 180, 400, 600 and 1200. While the sample part for enamel lutting was held only in the surface planning with paper 600 and 1200. After this procedure the specimens were washed and stored in distilled water at 37°C temperature.

For this study were selected 36 human molars, healthy and newly extracted. The project for development of this research was approval of the Board of Ethics in Research Involving Human Subjects of UFSC / No 042/07. Thus, the teeth were stored in solution of thymol 0.1% (Sesi manipulation Pharmacy, Florianopolis, Santa Catarina, Brazil) for no longer than 6 months before the laboratory part of the research.

After properly cleaning, the dental elements were cut at the cement-enamel junction and mesiodistal with a diamond discs (Norton Abrasives, Guarulhos, Brazil) adapted to the machine cuts (ISOMET 1000, Buehler, Lake Bluff, IL, USA). These cuts got buccal and lingual facing, totaling 72 dental

surfaces, which were established through the areas buccal or lingual on sheets of wax 7. Then, this were surrounded by PVC tubes (20mm in diameter and 20mm tall), and epoxy resin was poured within this. After the epoxy resin setting time, the 72 cylinders were distributed into two groups, and 36 for enamel and 36 for bonding. For each type of substrate the specimens were divided random, into 3 groups, with 12 specimens in each group.

Then, the blocks of tubes-resin-tooth were, individually adapted to the hole of a metallic core and ring set by a screw side for the achievement of the surface wear sequential dental. The use of the device aimed to obtain a flat surface or enamel, dentin, perpendicular to the long axis of PVC pipe. The resurfacing was performed in a politriz (Panambra Struers, PA-10, Panambra, Sao Paulo, Brazil), under refrigeration with water in four directions, for ten seconds each, totaling 40 seconds in each sandpaper. For specimens of dentin were used SiC paper numbered 100, 180, 400, 600 and 1200. While part of the sample to cementing enamel was conducted only in the plane of the surface with paper 600 and 1200. Following this procedure the specimens were rised and storage in distilled water, at 37°C temperature.

Adhesive procedure:

The cements evaluated were the conventional and self-adhesive resin cement RelyX ARC RelyX Unicem. In groups G1, G2, G4 and G5 the materials were applied following the manufacturers' recommendations, or rather, with acid-conditioning and adhesive application in G1 and G4 groups and without previous treatment it was used the self-adhesive cement RelyX Unicem. However, in G3 and G6 groups, were used self-adhesive material RelyX Unicem applied on conditioned surfaces with phosphoric acid followed by adhesive application changed the manufacturer's recommended protocol. The Table 1 shows the substrate, surface treatment and material used in each group. To hold the surface lutting procedures were marked using circular adhesive plastic with central hole in a diameter of 3mm, delimiting the area for the adhesive procedure.

The specimens submitted to surface treatment received 37% of phosphoric acid application, by 15 seconds and rinsed with water, for 30

seconds, following by effective drying on the enamel and superficial of dentin. The adhesive system was applied on the surfaces using brushes, in two layers, for 15 seconds, following by air jet for 3 seconds and light-curing for 10 seconds using LED light-curing (radii e , SDI, Bayswater, Austrália), with 400mW/cm² of intensity, confirmed by SDS-Kerr 910726 (Kerr Corporation, EUA).

To hold the cement “restorations”, the resin-teeth cylinders were adapted in a stainless steel device composed by two metallic structures, one inferior and the other superior, both containing a hole of 20mm diameter. The structure includes two screws installed at the superior surface, that allowed join to them in vertical direction, and two lateral screws, one for each structure used, respectively, to fix the cylinder on the inferior cylinder, and to fix one Teflon in superior structure (Figure 1). The bi-start Teflon matrix was used matrix as mould for “restorations”, standardizing the cement cylinders size.

Table 1: specimens second substrate, cement and surface treatment distribution.

Group	Surface	Acid conditioning (Condac 37%, FGM)	Adhesive application (Single Bond, 3M)	Material (Manufacturer)
G1	enamel	15s	light curing 10s	RelyX ARC (3M ESPE) light-curing, 40s
G2	enamel	—	—	RelyX Unicem (3M ESPE) light-curing, 40s
G3	enamel	15s	light curing por 10s	RelyX Unicem (3M ESPE) light-curing, 40s
G4	dentin	15s	light curing por 10s	RelyX ARC (3M ESPE) light-curing, 40s
G5	dentin	—	—	RelyX Unicem (3M ESPE) light-curing, 40s
G6	dentin	15s	light curing 10s	RelyX Unicem (3M ESPE) light-curing, 40s

To hold the cement “restorations”, the resin-teeth cylinders were adapted in a stainless steel device composed by two metallic structures, one inferior and

the other superior, both containing a hole of 20mm diameter. The structure includes two screws installed at the superior surface, that allowed join to them in vertical direction, and two lateral screws, one for each structure used, respectively, to fix the cylinder on the inferior cylinder, and to fix one Teflon in superior structure (Figure 1). The bi-start Teflon matrix was used matrix as mould for "restorations", standardizing the cement cylinders size.

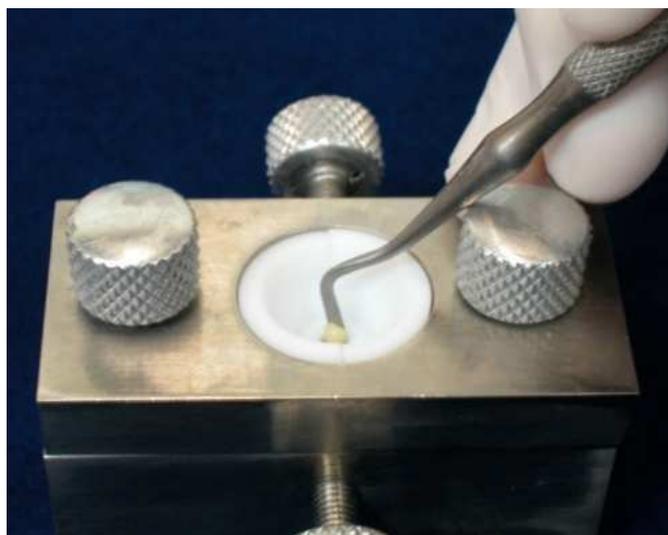


Figure 1: Cement application in the central hole of the Bi-start Teflon matrix, adapted in the metallic device and placed at the delimited area.

For the resin cement application, each resin-tooth block, with cylindrical format, was first individually inserted in the inferior metallic base, being the side screw adjusted in a way that the tooth base surface was the same base surface planning. Afterwards, the second base was adapted and the superior screws adjusted. The bi-start Teflon matrix, with a central hole, with 2mm in diameter and 2mm in height, was then adapted in the superior metallic screw matrix adjusted with the delimited area in the dental surface.

Then, the "restored" procedures were achieved from the Teflon matrix filling with cement, into a single increasing, and with light-curing device type LED (radii and - SDI, $400\text{mW}/\text{cm}^2$) as was previously mentioned. After light-curing, the screws were carefully loosened and each specimen removed being assessed in order to verify the flaw presence and / or excesses, a scalpel were

used to remove small excesses. The specimens that showed flaws were discarded and replaced by new ones, to obtain the specimens the method was based on the described by Cotto ¹⁹.

Thus, the ready bodies-of-proof were stored in distilled water for 24 hours, at 37°C temperature until the testing time.

Shear bond strength test:

To hold the test, each specimen was adapted into a metallic device that allowed the individual adaptation and detention of specimens. The set formed by the metallic device and specimen were taken to the testing machine (Instron, 4444) so that an active semicircle tip, with 2mm diameter, was applied alongside the dental structure interface and resin cement. The load was applied, with constant speed of 0.5 mm / minute, until the bond break of the resin cement and dental structure. The values were recorded in quilonewtons and bond strength calculated in MPa, relating the loads obtained to the bond surface area.

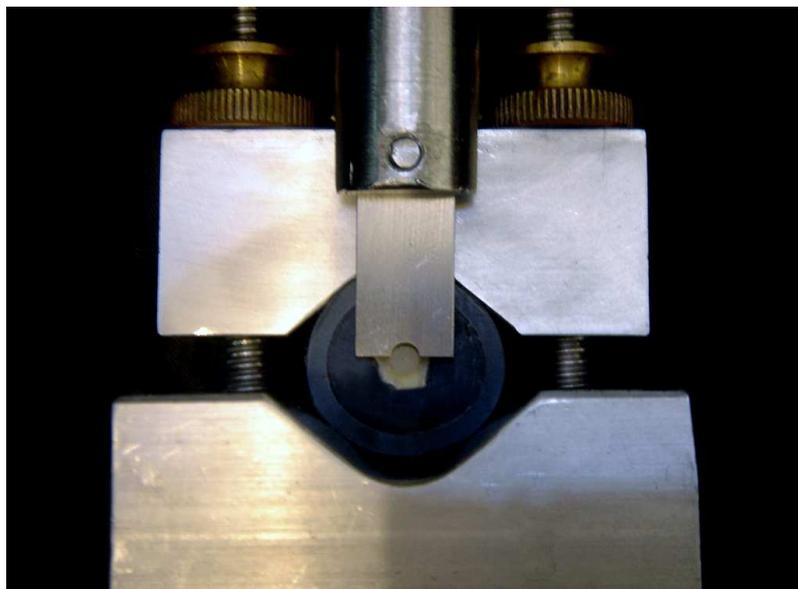


Figure 2: View of the specimens in the test machine, with active semicircle tip applied in the moment of load.

Statistical analysis:

At the end of the experiment, the values were submitted to the variance analysis (ANOVA) and the Tukey test ($p < 0.05$), in order to verify the existence or not of the significant differences between the results provided by each group.

Analysis in SEM:

After the fracture, were selected randomly, two specimens of each group for evaluating in scanning electron microscopy (SEM). Therefore, the specimens were dried vacuum and covered with gold-plated connectors (SCD 005, Bal-tech). The observations was showed an increasing of 25 and 800 times.

Results

The results in the enamel showed higher bond resistance, statistically significant, for G1 (ARC RelyX and Single Bond), used as a control group, when compared to G2 (RelyX Unicem), which used a self-adhesive material without previous acid conditioning and adhesive system. On the other hand, G3 that used the same cement (RelyX Unicem), meanwhile holding previously acid conditioning and adhesive application (Single Bond), when compared to G1, obtained similar statistics. For dentin the results showed that the groups G4 (ARC RelyX and Single Bond) and G5 (RelyX Unicem) previously without conditioning and acid adhesive system had similar results. However, G6 (RelyX Unicem and Single Bond) was statistically higher than G4 and G5. The average values for RUC are shown in Table 2 and Figure 2. Figures 3 and 4 show the enamel and dentin surface obtained through photomicrographs (SEM), with an increase of 800X, of specimens randomly selected in each group.

Table 2: Average values (MPa) for shear bond strength to enamel and dentin.

Cement	Surface	
	Enamel	Dentin
	Mean (SD)	Mean (SD)
RelyX ARC	29,92 (11,14)Aa	14,4 (4,59)Bb
RelyX Unicem	15,79 (6,4)Ba	13,38 (5,0)Ba
RelyX Unicem and Single-Bond	32,81 (6,24)Aa	25,75 (10,67)Aa

Diferent capital letters in the same column and diferent lowercase letters in the same line indicate statistical difference by ANOVA and Tukey test, $p < 0.05$. SD = standard deviation;

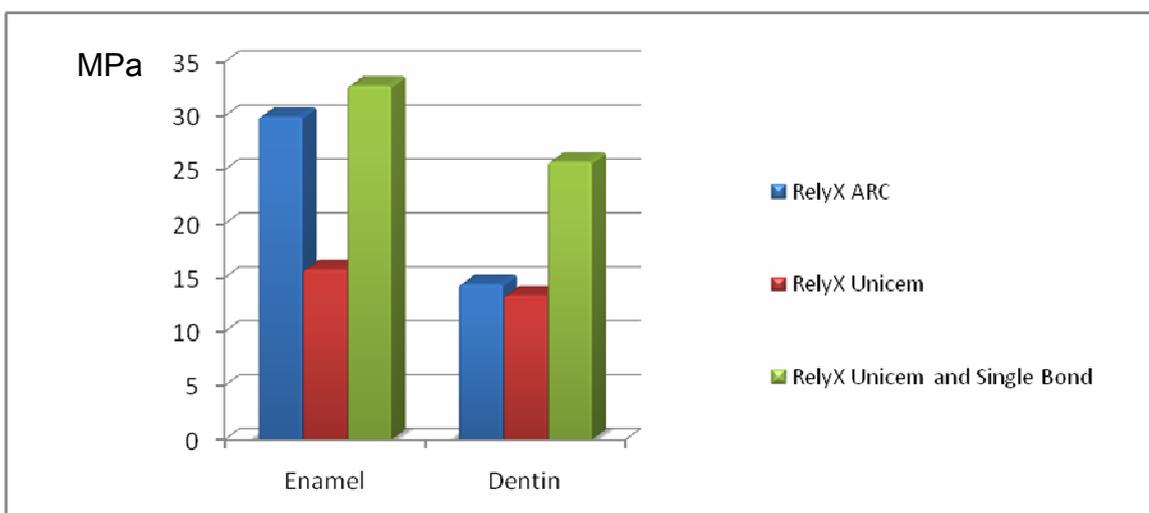


Figure 3: Graphic representation of the average values (MPa) to enamel and dentin (Diferent capital letters indicate statisticals differences in enamel and diferent lowercase letters indicate statisticals differences by Tukey test, 5%).

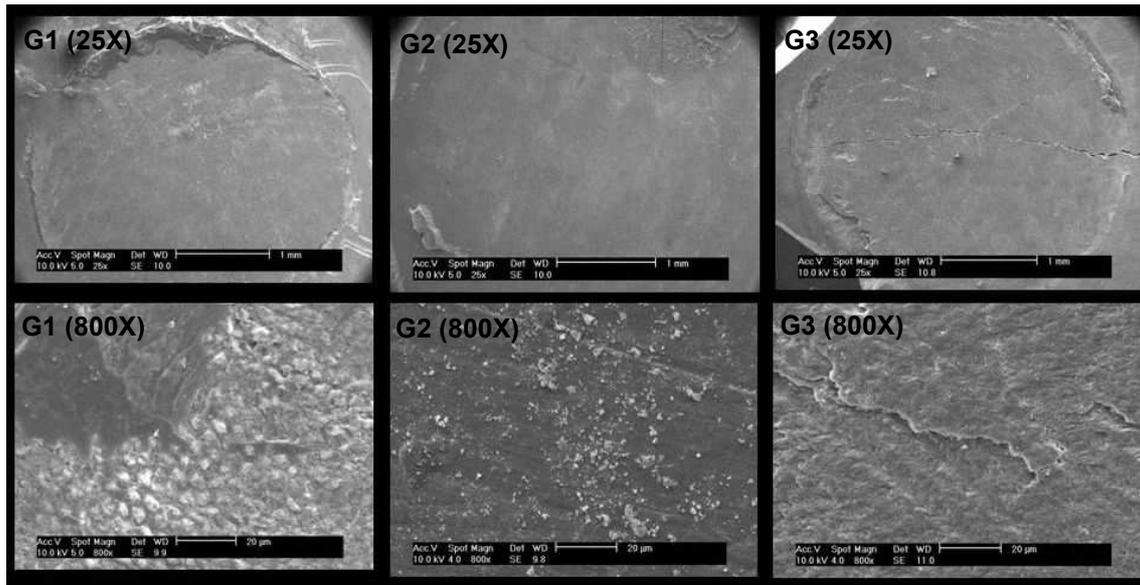


Figure 4: Micrographs (SEM) of the areas of specimens of the groups G1 (ARC RelyX and Single Bond), G2 (RelyX Unicem) and G3 (RelyX Unicem and Single Bond), in enamel with an increase of 25X and 800X (d, e, f), after the shear tests.

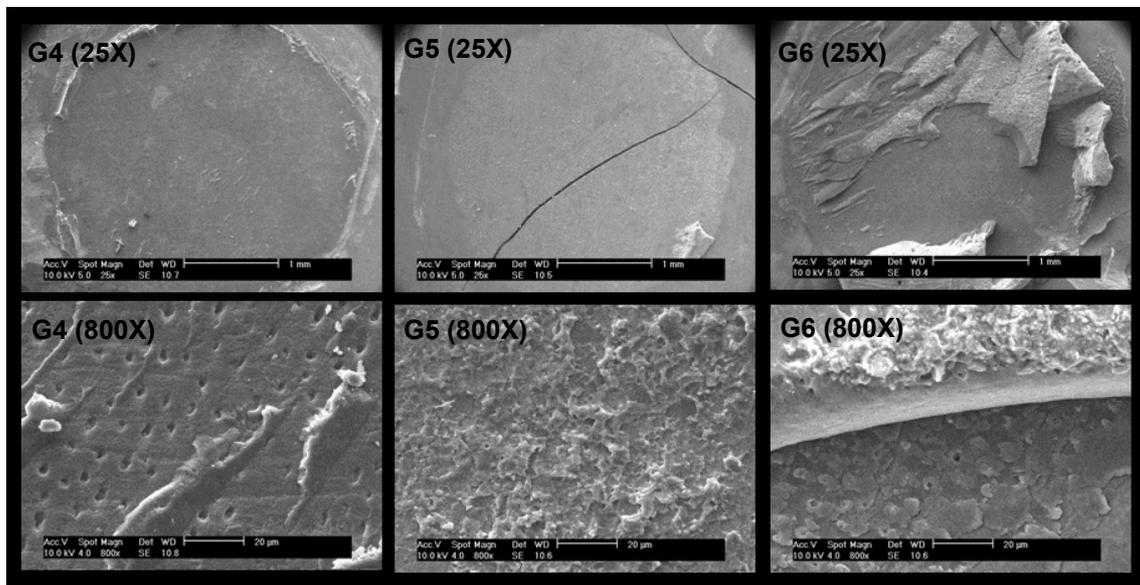


Figure 5: Micrographs (SEM) of the specimens of groups G4 (ARC RelyX and Single Bond), G5 (RelyX Unicem) and G6 (RelyX Unicem and Single Bond), in dentin with an increase of 25X and 800X, after the shear tests.

Discussion

The present study evaluated the bond strength, under shear, between the dental substrates (enamel and dentin) and conventional and self-adhesive resinous cements, being the conventional ones applied according to the manufacturer's recommendations, after previous acid-conditioning and self-adhesive system application with or without this variable.

The results found here are in line with the available studies in the literature. The study by De Munck et al. (2004)²⁰, using self-conditioning tests compared the bond strength to the conventional enamel resin cements, used as control group, and self-conditioning with and without previous acid attack. As the data presented here the results to enamel showed inferiority to the material self-conditioning material applied according to the manufacturer's recommendations, but when used acid-conditioning and adhesive the results were similar to the control group. Similarly, Abo-Hamar et al. (2005)¹⁵, that investigated the RelyX Unicem cement, found that the bond strength for enamel to RelyX Unicem was statistically lower than that of conventional resin cements tested.

Among the possibilities to justify the least effective bond of the self-conditioning material to enamel, can include the bond mechanism to the surface of this substrate, which occurs due to roughness microscopically increased caused by chemical treatment with previous phosphoric acid⁵. Moreover, this factor increases the surface power and improves the wetting substrate. Thus, the increase of the roughness surface and consequently the area, according to the bond due to Micromechanical whitening is viable⁵. Therefore, the acid conditioning procedure used previously to the conventional cement resin applications are relevant in the bond procedure to enamel. Therefore, the pH of RelyX Unicem (less than 2 in the first minute), although it is low, possibly have not been enough to the surface dental condition⁹. Therefore, the self-adhesive property of RelyX Unicem cement that is obtained through one of its components, the methacrylate phosphoric acid, which demineralizes and infiltrates into the dental surface giving micromechanical retention^{13, 15}, it

seems to be insufficient to become a bond strength with similar resistance to a conventional resin cement.

On the other hand, the bond strength to conventional cement systems, with surface treatment previously to the conventional luting systems, can be explained by easy penetration of adhesive systems. In other words, for being less viscous, they can penetrate better through the surface causing a more secure bond. Thus, the highest self-adhesive cement viscosity, compared to the adhesive systems used with conventional resin cements, apparently, becomes difficult to penetrate the material^{15, 20}. These arguments also seem to justify the similar behavior between conventional and self-adhesive resin cements when the latter was applied on the enamel surface previously conditioned with phosphoric acid and treated with adhesive.

In relation to bond strength to dentin, it was observed in this study a similarity between the bond strength of conventional and self-adhesive resin cements applied according to the manufacturer's guidelines, as observed in some results in the literature^{15, 20, 21}. However, about it there are still some controversies of this substrate^{18, 20}. The study developed by Al-Assaf, et al. (2007) investigated the interface characteristics between resin cements with different characteristics and dentin, including traction tests, fracture way, demineralization extension and morphological changes in the hybrid layer formation. The same authors have found statistical difference for these materials, indicating traction superiority tests for cement: Bistite II and M-Bond when compared with C & B Super-Bond, RelyX Unicem and Panavia F, being the last three statistically similar. To the authors the interface between the cement and dentin is related to the quality and extent of the hybrid layer, viscosity and polymer degree present in this bond. When microscopically evaluated the RelyX Unicem cement, the authors verified that there was no formation of a visible hybrid layer. This material of dual cure uses the redox reaction to resin phase polymerization and acid-base reaction resulting in the formation of calcium phosphate, with the adhesive mechanism similar to the ionomer glass, as it forms intermediate interface incorporating the partial particles dissolved from the mud dentin. It is known, therefore, that the mud dentin incorporation, as it happens with the ionomer glass establishes a weak bond link with the dentin. Following this, De Munck et al. (2004), has noticed

that similar performance for the self-adhesive cement compared to the conventional one, observed through electron microscopy, through cross-cuts that the interaction between the dentin surface and RelyX Unicem cement is a superficial interaction, indicating dental tubules without being filled by the material and resinous tag formations without forming a real hybrid layer, besides the air bubble observations in cement especially in the dentin cement interface. As for the enamel, low pH and high viscosity of this material seems to be able to interfere in the bond strength to the dentin, therefore the application with certain pressure can be considered during the RelyX Unicem cement application.

As for the enamel, this study was held with phosphoric acid and self-adhesive treatment to the dentin surface previously to the cement application, obtaining higher results than the ones showed in the other groups, and which are opposite to the previous ones^{20, 22}. On the other hand, the phosphoric acid seems to remove the mud dental layer exposing the dentin tubules, and then allowing the adhesive (Single Bond) to establish the intermediate link between cement and dental structure, as mentioned before, and infiltrating by dental tubules causing a more effective adhesive. Another point includes the hybrid adhesive that would penetrate firstly by the dentin forming the first layer that light-curing separately decreases in the hybrid layer.

The superiority on the bond strength to the self-adhesive cement of the dentin in the groups using that used previously acid-conditioning adhesive system application, statically higher in relation to the groups that used self-adhesive cement without acid-conditioning and adhesive system is not sufficient for a procedure change to be adopted, or rather, as the present study did not evaluate the occurrence of biological changes in pulp tissue can not be suggested previous acid-conditioning for self-adhesive materials, before it is evaluated the procedure biological compatibility. It is highlighted, besides the low pH of phosphoric acid, the application of a material also with acidic pH in a dentin with permeability already increased by previous acid-conditioning; it may be undesirable from the biological point of view. Therefore, further research is needed to evaluate the issue, approaching other variables, including the related to the biological aspects.

This study included an analysis by SEM with illustrative purposes, from the random selection of two bodies-of-proof of each group (Figures 3 and 4), after shear bond tests.

In enamel, the images with increased 25x (Figures 4a, 4b and 4c), there are flaws suggestively adhesive for all variables. However, even in enamel, with an increase of 25x for the group 1 (Figure 4d), there is suggestive image extensions of resin and cement covering the structure of prisms previously conditioned with phosphoric acid and subjected to the adhesive system (Single Bond) and conventional resin cement (RelyX ARC), characterizing therefore predominantly cohesive failure in the resin material. On the other hand, which was used self-etching resin cement (RelyX Unicem) following the manufacturer's recommendations (group 2, Figure 4e), ie without acid etching and without adhesive system, there is structure suggestive of superficial interaction between cement and enamel, showing failure with adhesive feature. Already in enamel conditioning with phosphoric acid and subjected to the adhesive system (Single Bond) and the self-etching resin cement (RelyX Unicem), group 4 (Figure 4f), it is assumed that part of the cement also remained attached to the substrate, suggesting cohesive failure the resin material.

In dentin, where the area received conditioning with phosphoric acid and were subjected to the adhesive system (Single Bond), group 4 and 6 (Figures 5d and 5f) followed by application of conventional resin cements (RelyX ARC) and self (RelyX Unice), it is observed that there was opening of dentinal tubules and filling them with material, with probable formation of hybrid layer, being observed also joined cement, characterizing cohesive failure in materials. Also in dentin, which was used resin cement self (RelyX Unice) according to the manufacturer's recomendações, ie without acid etching and without adhesive (group 5, Figure 5e), it is observed with surface structure characteristic of mud combined dentin with cementing material.

Conclusions

1) The acid conditioning of dentin and enamel followed by the application of adhesive (Single Bond), compared to the technique without these variables, significantly increased the bond strength to self-adhesive cement (RelyX Unicem).

2) In enamel, self-adhesive cement (RelyX Unicem) applied according to the manufacturer's recommendations, without conditioning acid and without adhesive system, provided bond strength statistically lower than conventional resin cement (RelyX ARC) applied with adhesive system (Single Bond).

3) In dentin, self-adhesive cement (RelyX Unicem) applied according to the manufacturer's recommendations, without conditioning acid and without adhesive system, providing bond strength statistically similar to the conventional resin cement (RelyX ARC) applied with adhesive system (Single Bond).

References

1. Piwowarczyk A, Lauer H C & Sorensen J A (2005) The shear bond strength between luting cements and Zircônia ceramics after two pre-treatments. *Operative Dentistry* **30(3)** 383-388.
2. Rosentiel S P, Land M F & Crispin B J (1998) Dental luting agents: a review of current literature. *Journal Prosthetic Dentistry* **80(3)** 280-301.
3. Michell C A, Abbariki M & Orr J F (2000) The influence of luting cement on the probabilities of survival and modes of failure of cast full-coverage crowns. *Dental Materials* **16** 198-196.
4. Fleming G J P, Marquis P M & Shortall (1999) The influence of clinically induced variability on the distribution of compressive fracture strengths of a hand-mixed zinc phosphate dental cement *Dental Materials* **15** 87-97.
5. Noort R (2002) Adesão ao esmalte e a dentina In: Noort R *Introdução aos materiais dentários* Artmed, Porto Alegre 175-195.
6. Bowen R L (1963) Properties of a silica-reinforced polymer for dental restorations *Journal of Dental American Association* **66 (1)** 57-64.

7. Buonocore M G (1955) A simple method of increasing the adhesion of acrylic filling materials to enamel surfaces *Journal Dental Research* **34(6)** 849-853.
8. Behr M, Regent T & Handel (2004) Marginal adaptation in dentin of a self-adhesive universal resin cement compared with well-tried systems *Dental Materials* **20** 191-197.
9. Gernhardt C R, Bekes K & Schaller H (2005) Short-term retentive values of zirconium oxide posts cemented with glass ionomer and resin cement: an in vitro study and case report *Quintessence International* **36(8)** 593-601.
10. Balbosh A, Ludwig K & Kern M (2005) Comparison of titanium dowel retention using four different luting agents *Journal Prosthetic Dentistry* **94(3)** 227-233.
11. Miranda C, Biasi E B, Prates L H M, Maia H P & Calvo M C M (2005) Avaliação das propriedades de cimentos resinosos de dupla ativação *Prótese Clínica e Laboratória* **35(7)** 57-65.
12. Piwowarczyk A, Lauer H C & Sorensen (2005) Microleakage of various cementing agents for full cast crowns *Dental Materials* **21** 445-453.
13. Gerth H U V, Dammaschke T, Züchner H & Schäfer E (2005) Chemical analysis and bonding reaction of RelyX Unicem and Bifix composites – A comparative study. *Dental Materials* **22(10)** 934-941.
14. Ibarra G, Johnson G H, Geurtsen W & Vargas M (2007) Microleakage of porcelain veneer restorations bonded to enamel and dentin with a new self-adhesive resin-based dental cement *Dental Materials* **23(2)** 218-225.
15. Abo-Hamar S E, Hiller K, Heike J, Federlin M, Friedl & Schmalz (2005) Bond strength of a new universal self-adhesive resin luting cement to dentin and enamel *Clinical Oral Investigation* **9** 161-167.
16. Kumbuloglu O, LASSILA L VJ, USER A, TOKSAVUL S & VALLITTU P K (2005) Shear bond strength of composite resin cements to lithium disilicate ceramics *Journal Oral Rehabilitation* **32** 128-133.
17. Palacios R P et al (2006) Retention of oxide ceramic crowns with three types of cement *Journal Prosthetic Dentistry* **96(2)** 104-114.
18. Al-Assaf K, Chakmarkchi M, Palaghias G, Karanika-Kouma A & Eliades G (2007) Interfacial characteristics of adhesive luting resin and composites with dentine *Dental Materials* **23** 829-839.
19. Cotto R A C (2002) A influência do óxido de zinco e eugenol para restauração temporária na resistência de união de sistemas adesivos, Pontifícia Universidade Católica do Rio Grande do Sul, Porto Alegre.

20. De Munck J D, Vargas M, Landuyt K V, Hikita K, Lambrechts P & Van Meerbeek B (2004) Bonding an auto-adhesive luting material to enamel and dentin *Dental Materials* **20** 963-971.
21. Yang B, Ludwig K, Adelung R & Kern M (2006) Micro-tensile bond strength of three luting resins to human regional dentin *Dental Materials* **22** 45-56.
22. Hikita K, Van Meerbeek B, De Munck J, Ikeda t, Van Landuyt K, Maida T, Lambrechts P & Peumans M (2007) *Dental Materials* **23** 71-80.

REFERÊNCIAS

ABO-HAMAR, S. E. et al. Bond strenght of a new universal self-adhesive resin luting cement to dentin and enamel. **Clinical Oral Investigation**, n. 9, p. 161-167. 2005.

AL-ASSAF, K. et al. Interfacial characteristics of adhesive luting resin and composites with dentine. **Dental Materials**, v. 23, p. 829-839, 2007.

BALBOSH, A.; LUDWIG, K.; KERN, M. Comparison of titanium dowel retention using four different luting agents. **Journal Prosthetic Dentistry**, v. 94, n. 3, p. 227-233, Sep 2005.

BEHR, M.; REGENT T.; HANDEL G. Marginal adaptation in dentin of a self-adhesive universal resin cement compared with well-tried systems. **Dental Materials**, v. 20, p. 191-197, 2004.

BOWEN, R. L. Properties of a silica-reinforced polymer for dental restorations. **Journal of Dental American Association**, v. 66, n.1, p. 57-64, Jan. 1963.

BUONOCORE, M. G. A simple method of increasing the adhesion of acrylic filling materials to enamel surfaces. **Journal Dental Research**, v. 34, n.6, p. 849-853, Dec. 1955.

COTTO, R. A. C. **A influência do óxido de zinco e eugenol para restauração temporária na resistência de união para sistemas adesivos.** 2002. 111f. Dissertação (Materiais Dentários) – Pontifica Universidade Católica do Rio Grande do Sul, Porto Alegre.

FLEMING, G. J. P.; MARQUIS P. M.; SHORTALL, A. C. C. The influence of clinically induced variability on the distribution of compressive fracture strengths of a hand-mixed zinc phosphate dental cement. **Dental Materials**, v.15, p. 87-97, 1999.

GERTH, H. U. V, et al. Chemical analysis and bonding reaction of RelyX Unicem and Bifix composites – A comparative sudy. **Dental Materials**. 2005. Disponível em: <www.intl.elsevierhealth.com/journals/dema>. Acesso em: 26 Abr. 2006.

GERNHARDT, C. R.; BEKES, K.; SCHALLER, H. Short-term retentive values of zirconium oxide posts cemented with glass ionomer and resin cement: an in vitro sstud and case report. **Quintessence International**, v. 36, n. 8, p. 593-601, Sep. 2005.

HOLDEREGGER, C. et al. Shear bond strength of resin cements to human dentin. **Dental Materials**, v. 24, p. 944-950, 2008.

IBARRA, G. et al. Microleakage of porcelain veneer restorations bonded to enamel and dentin with a new self-adhesive resin-based dental cement. **Dental Materials**.2006. Disponível em: <www.intl.elsevierhealth.com/journals/dema>. Acesso em: 26 Abr. 2006.

JAGER, N.; PALLAV, P.; FEILZER, A. J. Finite element analysis model to simulate the behavior of luting cements during setting. **Dental Materials**, v. 21, p. 1025-1032, 2005.

KIMBULOGLU, O., et al. Shear bond strength of composite resin cements to lithium disilicate ceramics. **Journal Oral Rehabilitation**, v. 32, p. 128-133, 2005.

MICHELL, C. A.; ABBARIKI, M.; ORR, J. F. The influence of luting cement on the probabilities of survival and modes of failure of cast full-coverage crowns. **Dental Materials**, v. 16, p. 198-196, 2000.

MIRANDA, C. et al. Avaliação das propriedades de cimentos resinosos de dupla ativação. **Prótese Clínica e Laboratorial**, v. 7, n. 35, p. 57-65, jan/mar. 2005.

NOORT, R. Adesão ao esmalte e a dentina. In: _____. NOORT, R. **Introdução aos materiais dentários**, 2 ed. Porto Alegre: Artmed, 2002. cap 2.5, p. 175-195.

PALACIOS, R. P. et al. Retention of oxide ceramic crowns with three types of cement. **Journal Prosthetic Dentistry**, v. 96, n. 2, p. 104-114, Aug. 2006.

PIWOWARCZYK. A; LAUER, H. C; SORENSEN, J. A. The shear bond strength between luting cements and Zircônia ceramics after two pre-treatments. **Operative Dentistry**, v. 30, n.3, p. 383-388, 2005.

PIWOWARCZYK. A; LAUER, H. C; SORENSEN, J. A. Microleakage of various cementing agents for full cast crowns. **Dental Materials**, v. 21, p. 445-453, 2005.

RelyX ARC™, Adhesive Resin Cement System™, 3M ESPE. **Technical Product Profile**. EUA, 2002. Disponível em: <http://solutions.3m.com>. Acesso em: 24 de julho de 2007.

RelyX RelyX™ Unicem, Self-Adhesive Universal Resin Cement, 3M ESPE. **Technical Product Profile**. EUA, 1998. Disponível em: <http://solutions.3m.com>. Acesso em: 24 de julho de 2007.

ROSENTIEL, S. P. et al. Dental luting agents: a review of current literature. **Journal Prosthetic Dentistry**, v. 80, n. 3, p. 280-301, Sep. 1998.

Sistema Adesivo Adper™ Single Bond 2, 3M ESPE, **Perfil técnico do produto**. EUA, 2002. Disponível em: <http://solutions.3m.com>. Acesso em: 24 de julho de 2007.

VAN MEERBEEK, et al. Adhesion to enamel and dentin: current status and future challenges. **Operative Dentistry**, v. 28, n. 3, p. 215-235, 2003.

APÊNDICES

APÊNDICE A – Carta de doação



UNIVERSIDADE FEDERAL DE SANTA CATARINA
CENTRO DE CIÊNCIAS DA SAÚDE
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ODONTOLOGIA

CARTA DE DOAÇÃO

Meu nome é Renata Fontanella Sander e estou desenvolvendo a pesquisa que tem o título: “Resistência de união de cimentos resinosos convencional e auto-condicionantes ao esmalte e dentina em função de diferentes tratamentos de superfície” que tem por objetivo verificar se alguns cimentos utilizados para fixar (“colar”) próteses dentais se unem bem ao dente, verificando se esses materiais suportam a força usada durante a mastigação e se podem ser utilizados sem ocorrerem falhas. O(s) seu(s) dente(s) não será(ão) extraído(s) para realizar esta pesquisa, mas por outros motivos (dente incluso, doença periodontal avançada, motivo ortodôntico ou protético), que não possibilitem a recuperação e manutenção do dente na arco dental.

Se você tiver alguma dúvida em relação à pesquisa ou não quiser mais fazer parte dela, pode entrar em contato pelo telefone (48) 33381675 ou (48)96021543 e falar com a dentista Renata Sander. Se você estiver de acordo em participar, esclarecemos que os dentes coletados estarão sendo utilizados apenas neste trabalho.

NOME: _____

Declaro estar ciente que estou doando o órgão dental para finalidade de pesquisa, e estar ciente que não terei qualquer benefício ou remuneração pela participação na pesquisa.

Ass do doador

Data: ____/____/____

Assinatura Pesquisador

Assinatura Orientado

APÊNCICE B - Tabela com sistema adesivo e cimentos utilizados

GRUPO	SISTEMA ADESIVO	LOTE	CIMENTO RESINOSO	CLASSIFICAÇÃO	LOTE	FABRICANTE
G1	Single Bond	6HM	RelyX ARC	Convencional	FJGA	3M ESPE
G2	—	—	RelyX Unicem	Autocondicionante	283797	3M ESPE
G3	Single Bond	6HM	RelyX Unicem	Autocondicionante	283797	3M ESPE
G4	Single Bond	6HM	RelyX ARC	Convencional	FJGA	3M ESPE
G5	—	—	RelyX Unicem	Autocondicionante	283797	3M ESPE
G6	Single Bond	6HM	RelyX Unicem	Autocondicionante	283797	3M ESPE

APÊNDICE C - Tabela com a composição dos materiais utilizados (conforme fabricante)

Material	Classe Material	Composição
Single Bond	adesivo	Água, etanol, HEMA, Bis-GMA, dimetacrilatos, sistemas fotoiniciadores, metacrilato funcional de copolímeros do ácido poliacrílico, poli-itacônico e polialquenoico.
RelyX ARC	cimento resinoso	Bis-GMA, TEG-DMA, partículas de carga (zircônia/sílica) polímero dimetacrilato (patenteado) Pasta A: pigmentos, amina e sistema fotoiniciador Pasta B: peróxido de benzoíla
RelyX Unicem	cimento resinoso	Pó: pó de vidro, iniciador, sílica, substituto da pirimidina, hidróxido de cálcio, componente peróxido e pigmento Líquido: Ester, dimetacrilato, acetato estabilizador, iniciador

APÊNDICE D - Tabela com as recomendações do fabricante para manipulação dos materiais

MATERIAL	RECOMENDAÇÕES
Single Bond	<ol style="list-style-type: none"> 1. Aplicar ácido fosfórico 35%, aguardar 15 segundos, lavar por 10 segundos remover o excesso de umidade com papel absorvente, deixando a dentina úmida; 2. Imediatamente após a secagem, aplicar duas camadas consecutivas de adesivo no esmalte e dentina condicionados, com pincel saturado de material agitando-o gentilmente na superfície por 15 segundos. Seque gentilmente para evaporar o solvente. Fotopolimerize por 10s.
RelyX ARC	<ol style="list-style-type: none"> 1. Aplicar o sistema adesivo Single Bond, seguindo as recomendações do fabricante; 2. Dispensar quantidade suficiente das duas pastas e homogenizar por 10 segundos, acomodar o material e remover os excessos após 3 a 5 minutos, fotoativar por 40 segundos cada face
RelyX Unicem	<ol style="list-style-type: none"> 1. Inserir a cápsula no ativador Aplicap™ Activator (3M ESPE). Empurrar o ativador e segurar por 2 segundos. 2. Levar a capsula em um misturador de alta frequência por 15 segundos ou no misturador próprio por 10 segundos.

APÊNDICE E – Tabela com os valores individuais

1 Valores de Resistência de União ao Cisalhamento (MPa) para os grupos em esmalte.

GRUPO	CORPO- DE-PROVA	SUPERFÍCIE	SISTEMA ADESIVO	CIMENTO RESINOSO	MPa
G1	C1	esmalte	Single Bond	RelyX ARC	42,9
G1	C2	esmalte	Single Bond	RelyX ARC	18,92
G1	C3	esmalte	Single Bond	RelyX ARC	24,04
G1	C4	esmalte	Single Bond	RelyX ARC	34,43
G1	C5	esmalte	Single Bond	RelyX ARC	42,13
G1	C6	esmalte	Single Bond	RelyX ARC	44,71
G1	C7	esmalte	Single Bond	RelyX ARC	12,51
G1	C8	esmalte	Single Bond	RelyX ARC	25,53
G1	C9	esmalte	Single Bond	RelyX ARC	33,5
G1	C10	esmalte	Single Bond	RelyX ARC	40,44
G1	C11	esmalte	Single Bond	RelyX ARC	17,74
G1	C12	esmalte	Single Bond	RelyX ARC	22,2
G2	C1	esmalte	–	RelyX Unicem	10,22
G2	C2	esmalte	–	RelyX Unicem	18,91
G2	C3	esmalte	–	RelyX Unicem	13,21
G2	C4	esmalte	–	RelyX Unicem	11,81
G2	C5	esmalte	–	RelyX Unicem	21,4
G2	C6	esmalte	–	RelyX Unicem	16,15
G2	C7	esmalte	–	RelyX Unicem	11,46
G2	C8	esmalte	–	RelyX Unicem	12,77
G2	C9	esmalte	–	RelyX Unicem	8,79
G2	C10	esmalte	–	RelyX Unicem	22,45
G2	C11	esmalte	–	RelyX Unicem	30,57
G2	C12	esmalte	–	RelyX Unicem	11,75
G3	C1	esmalte	Single Bond	RelyX Unicem	32,42
G3	C2	esmalte	Single Bond	RelyX Unicem	29,11
G3	C3	esmalte	Single Bond	RelyX Unicem	44,33
G3	C4	esmalte	Single Bond	RelyX Unicem	35,25
G3	C5	esmalte	Single Bond	RelyX Unicem	44,14

G3	C6	esmalte	Single Bond	RelyX Unicem	25,86
G3	C7	esmalte	Single Bond	RelyX Unicem	31,43
G3	C8	esmalte	Single Bond	RelyX Unicem	35,83
G3	C9	esmalte	Single Bond	RelyX Unicem	28,53
G3	C10	esmalte	Single Bond	RelyX Unicem	26,69
G3	C11	esmalte	Single Bond	RelyX Unicem	27,07
G3	C12	esmalte	Single Bond	RelyX Unicem	33,06

2 Valores de Resistência de União ao Cisalhamento (MPa) para os grupos em dentina.

GRUPO	CORPO- DE-PROVA	SUPERFÍCIE	SISTEMA ADESIVO	CIMENTO RESINOSO	MPa
G4	C1	dentina	Single Bond	RelyX ARC	22,83
G4	C2	dentina	Single Bond	RelyX ARC	20,44
G4	C3	dentina	Single Bond	RelyX ARC	11,59
G4	C4	dentina	Single Bond	RelyX ARC	18,12
G4	C5	dentina	Single Bond	RelyX ARC	16,34
G4	C6	dentina	Single Bond	RelyX ARC	14,55
G4	C7	dentina	Single Bond	RelyX ARC	15,16
G4	C8	dentina	Single Bond	RelyX ARC	12,99
G4	C9	dentina	Single Bond	RelyX ARC	10,89
G4	C10	dentina	Single Bond	RelyX ARC	14,01
G4	C11	dentina	Single Bond	RelyX ARC	8,25
G4	C12	dentina	Single Bond	RelyX ARC	7,61
G5	C1	dentina	–	RelyX Unicem	15,032
G5	C2	dentina	–	RelyX Unicem	8,34
G5	C3	dentina	–	RelyX Unicem	9,36
G5	C4	dentina	–	RelyX Unicem	8,13
G5	C5	dentina	–	RelyX Unicem	21,75
G5	C6	dentina	–	RelyX Unicem	18,95
G5	C7	dentina	–	RelyX Unicem	11,37
G5	C8	dentina	–	RelyX Unicem	6,37
G5	C9	dentina	–	RelyX Unicem	13,76
G5	C10	dentina	–	RelyX Unicem	20,16

G5	C11	dentina	–	RelyX Unicem	14,68
G5	C12	dentina	–	RelyX Unicem	12,61
G6	C1	dentina	Single Bond	RelyX Unicem	48,73
G6	C2	dentina	Single Bond	RelyX Unicem	7,99
G6	C3	dentina	Single Bond	RelyX Unicem	21,81
G6	C4	dentina	Single Bond	RelyX Unicem	21,56
G6	C5	dentina	Single Bond	RelyX Unicem	32,32
G6	C6	dentina	Single Bond	RelyX Unicem	19,33
G6	C7	dentina	Single Bond	RelyX Unicem	30,44
G6	C8	dentina	Single Bond	RelyX Unicem	23,92
G6	C9	dentina	Single Bond	RelyX Unicem	33,12
G6	C10	dentina	Single Bond	RelyX Unicem	25,13
G6	C11	dentina	Single Bond	RelyX Unicem	12,64
G6	C12	dentina	Single Bond	RelyX Unicem	32,02

APÊNDICE F – Análise estatística

Quadro da Análise de Variância (ANOVA 2)

Efeitos da variação	Soma dos quadrados	Graus de liberdade	Quadrado médio	Valor F	Valor P
Superfície	1249,67	1	1249,67	20,5958	0,000025
Técnica	2592,88	2	1296,44	21,3667	0,000000
Superfície*Técnica	530,01	2	265,00	4,3675	0,016544
Resíduo	4004,61	66	60,68		

A comparação individual entre os grupos foi realizada por intermédios do teste de Tukey, em nível de 5%, cujos valores de p são apresentados no quadro abaixo.

	G2	G3	G4	G5	G6
G1	0,000597	0,943043	0,000218	0,000154	0,777844
G2		0,000143	0,997920	0,973314	0,029854
G3			0,000132	0,000130	0,242856
G4				0,999567	0,008560
G5					0,003183

APÊNDICE G – Fotografias



Figura 1: Terceiro molar humano, extraído, hígido e limpo, selecionado para a pesquisa.

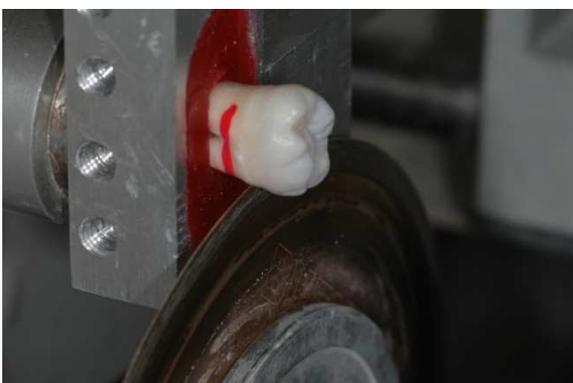


Figura 2: Dente fixo com cera pegajosa ao dispositivo da máquina de cortes, para execução do corte abaixo do limite ameocementário, objetivando a separação entre a coroa e a raiz.

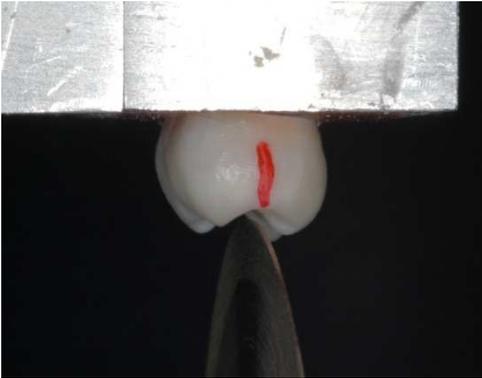


Figura 3: Corte no sentido mésio-distal da coroa para obtenção das faces lingual e vestibular.



Figura 4: Fragmento da coroa dental fixado em lâmina de cera 7.

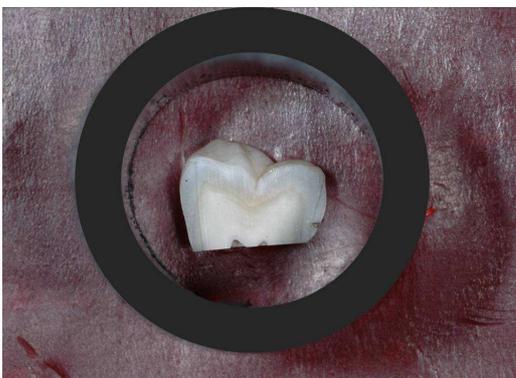


Figura 5: Fragmento da coroa dental fixado em lâmina de cera 7 e centralizado na luz do tubo de PVC.

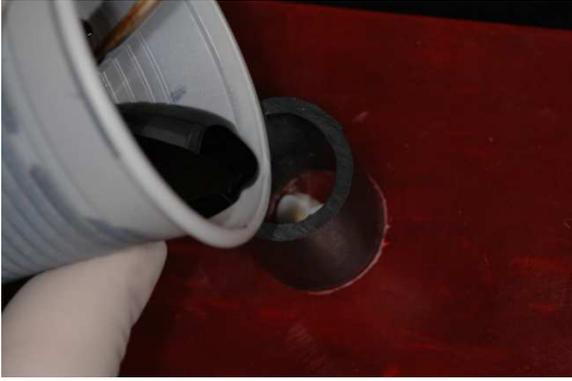


Figura 6: Preenchimento do tubo de PVC com resina epóxi, visando o embutimento do fragmento dental.

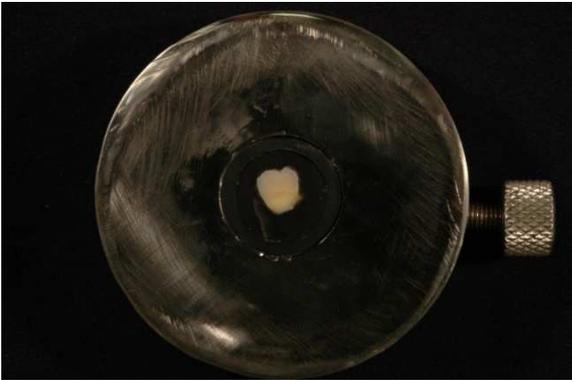


Figura 7: Espécime posicionado no suporte metálico utilizado para planificar a superfície.



Figura 8: Superfície dental sendo desgastada em politriz, sob refrigeração, utilizando-se lixas de carbeto de silíci



Figura 9: Espécime após desgaste e planificação.



Figura 10: Delimitação da área destinada ao procedimento adesivo.

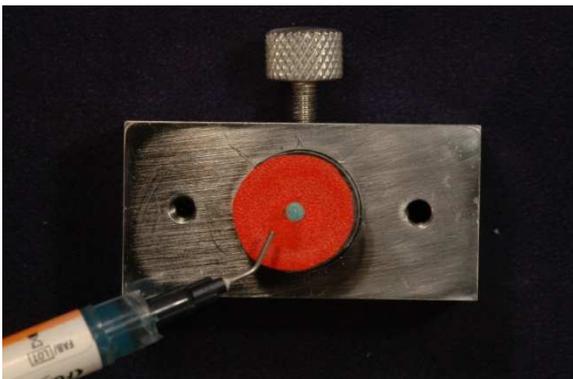


Figura 11: Espécime fixo à estrutura inferior do dispositivo utilizado para confecção das “restaurações” padronizadas, recebendo aplicação do ácido fosfórico 37%, realizado nos grupos G1, G3, G4 e G6.

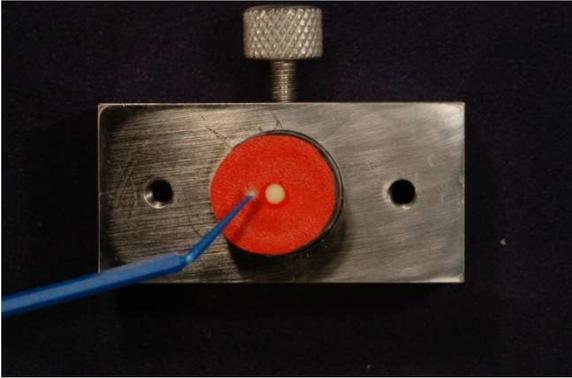


Figura 12: Espécime fixo à estrutura inferior do dispositivo, recebendo aplicação do sistema adesivo, realizado nos grupos G1, G3, G4 e G6.

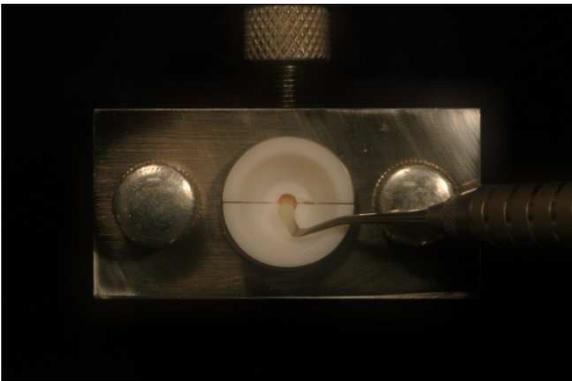


Figura 13: Estrutura superior do dispositivo metálico contendo a matriz de teflon bipartida centralizada e coincidindo com a área delimitada no espécime fixo à estrutura inferior, seguido por inserção do cimento resinoso.



Figura 14: Fotoativação do cimento resinoso.



Figura 15: Remoção dos excessos de cimento, finalizando a confecção dos corpos-de-prova.

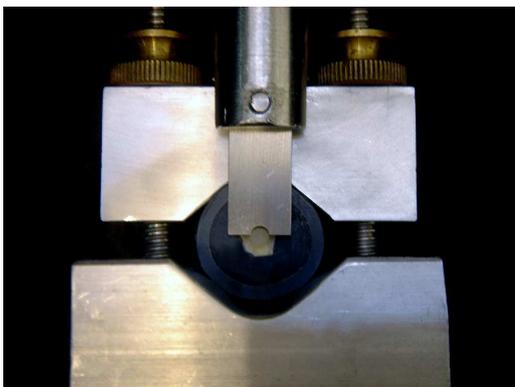
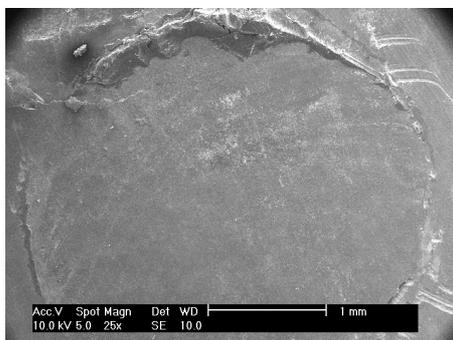


Figura 16: Vista frontal do corpo-de-prova posicionado na máquina de testes, com ponta ativa em forma de semi-círculo, no momento de aplicação da carga.

APÊNDICE H – Fotomicrografias (MEV)



Figuras 18: Fotomicrografia (MEV) de superfície de um espécime do G1 (aumento de 25X) sugerindo falha predominantemente adesiva, após a realização do ensaio.

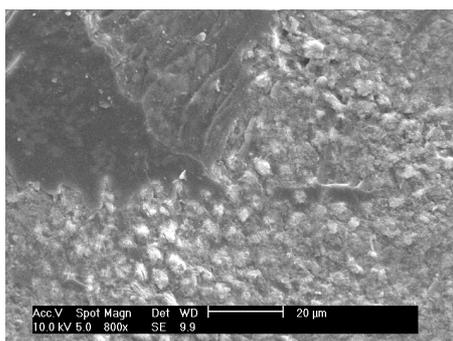


Figura 19: Fotomicrografia (MEV) de superfície de um espécime do G1 (aumento de 800X), após a realização do ensaio, onde observa-se fragmentos sugestivos de sistema adesivo e cimento, aderidos a estrutura do esmalte.

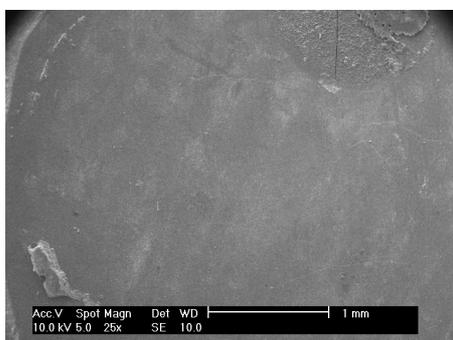


Figura 20: Fotomicrografia (MEV) de superfície de um espécime do G2 (aumento de 25X) sugerindo falha predominantemente adesiva, após a realização do ensaio.

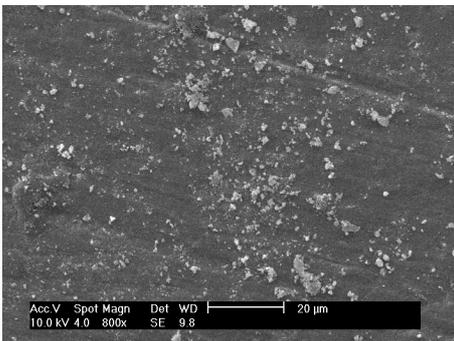


Figura 21: Fotomicrografia (MEV) de superfície de um espécime do G2 (aumento de 800X), após a realização do ensaio, onde observa-se pequenos fragmentos, sugestivamente de cimento, sobre o esmalte.

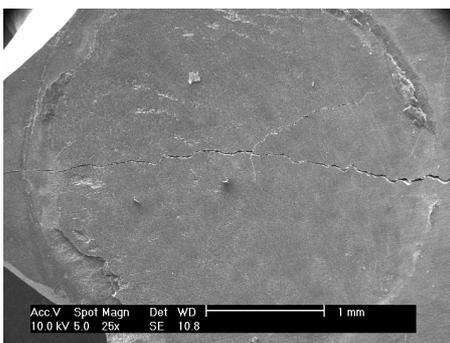


Figura 22: Fotomicrografia (MEV) de superfície de um espécime do G3 (aumento de 25X) sugerindo falha predominantemente adesiva, após a realização do ensaio.

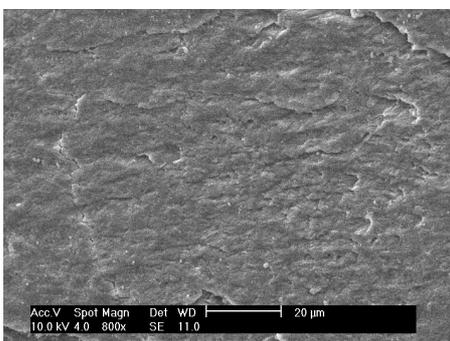


Figura 23: Fotomicrografia (MEV) de superfície de um espécime do G3 (aumento de 800X), após a realização do ensaio, onde pode ser observado estrutura sugestiva de resíduo de material.

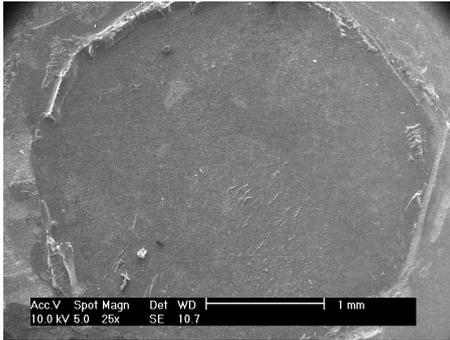


Figura 24: Fotomicrografia (MEV) de superfície de um espécime do G4 (aumento de 25X) sugerindo falha predominantemente adesiva, após a realização do ensaio.

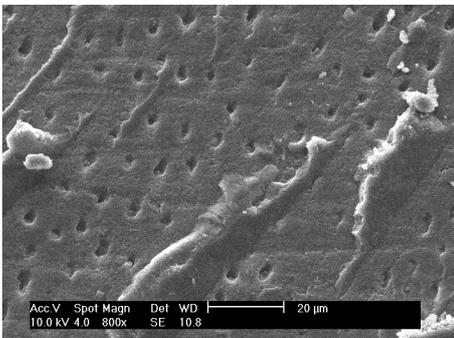


Figura 25: Fotomicrografia (MEV) de superfície de um espécime do G4 (aumento de 800X), após a realização do ensaio, observa-se abertura dos túbulos dentinários com provável formação de *tags* de resina.

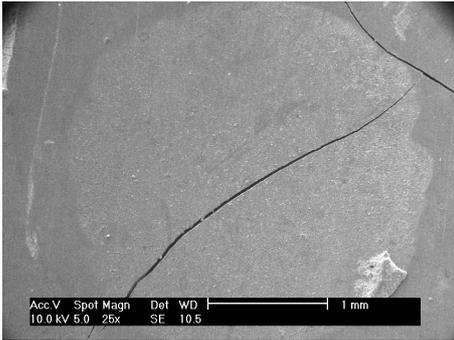


Figura 26: Fotomicrografia (MEV) de superfície de um espécime do G5 (aumento de 25X), sugerindo falha predominantemente adesiva, após a realização do ensaio.

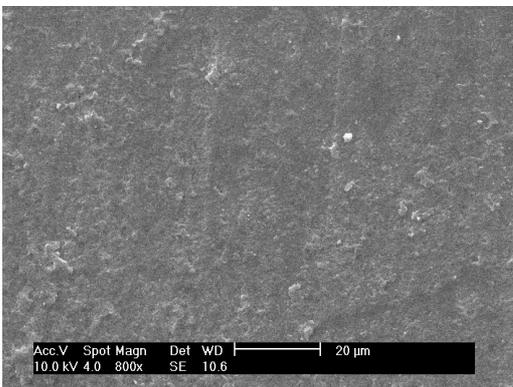


Figura 27: Fotomicrografia (MEV) de superfície de um espécime do G5 (aumento de 800X), após a realização do ensaio, onde observa-se estrutura sugestiva de resíduo do cimento.

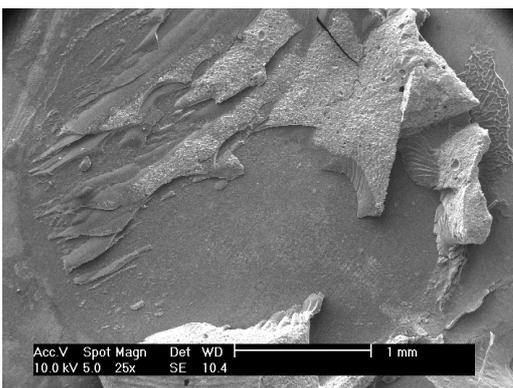


Figura 28: Fotomicrografia (MEV) de superfície de um espécime do G6 (aumento de 25X), apresentando falha com característica de falha mista, após a realização do ensaio.

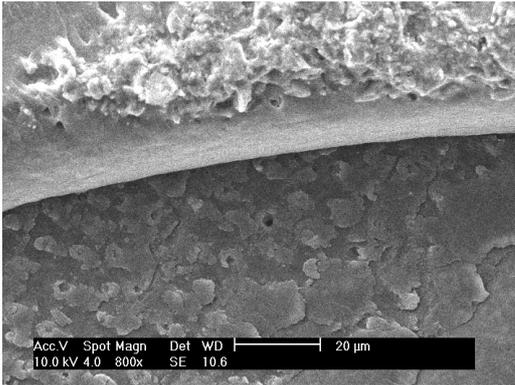


Figura 29: Fotomicrografia (MEV) de superfície de um espécime do G6 (aumento de 800X), após a realização do ensaio, observa-se abertura dos túbulos dentinários e preenchimento dos mesmos com material.

APÊNDICE I - Produção científica durante o mestrado

1 PRODUÇÃO BIBLIOGRÁFICA:

a) Resumos em anais de eventos ou publicados em periódicos:

Painéis científicos:

SANDER, R. F.; PRATES, L. H. M.; CHAIN, M. C.; ROSÁRIO, H. D.; GUEDES, L. L. S.; CALVO, M. C. M. Resistência de união à dentina de cimentos resinosos autocondicionantes. **Brasil Oral Research**, São Paulo, SP, v. 21, p. 315-315, 2007.

MATTOS, E. C. G.; SANDER, R. F.; ROSÁRIO, H. D.; GUEDES, L. L. S. Considerações sobre as propriedades mecânicas da resina de acetato para grampos de próteses parciais removíveis. In: CONGRESSO INTERNACIONAL DE ODONTOLOGIA DE SANTA CATARINA, 3., 2006, Florianópolis. **Anais eletrônicos**...Florianópolis: ABOSC, 2006. 1 CD-ROM.

SANDER, R. F.; MATTOS, E. C. G.; GUEDES, L. L. S.; ROSÁRIO, H. D. Propriedades das cerâmicas odontológicas: conhecer para saber escolher. In: CONGRESSO INTERNACIONAL DE ODONTOLOGIA DE SANTA CATARINA, 3., 2006, Florianópolis. **Anais eletrônicos**...Florianópolis: ABOSC, 2006. 1 CD-ROM.

apresentação oral:

SANDER, R. F.; ROSÁRIO, H. D. ; PRATES, L. H. M. ; CHAIN, M. C. ; CALVO, M. C. M. Avaliação da resistência de união entre cimentos resinosos convencionais e autocondicionantes à dentina. In: CONGRESSO INTERNACIONAL DE ODONTOLOGIA DO PARANÁ, 9., 2007, Curitiba. **Anais eletrônicos**...Curitiba: ABOPR, 2007. Tema livre. Disponível em: <<http://www.ciopar.com.br>>.

ROSÁRIO, H. D.; SANDER, R. F.; GUEDES, L. L. S.; MATTOS, E. C. G. Cimentos resinosos auto-condicionantes e auto-adesivos: considerações teóricas e clínicas sobre a nova tendência da odontologia restauradora. IN: CONGRESSO INTERNACIONAL DE ODONTOLOGIA DE SANTA CATARINA, 3., 2006, Florianópolis. **Anais eletrônicos**... Florianópolis: ABOSC, 2006. Tema livre. 1 CD-ROM.

b) Artigos completos enviados para publicação em periódicos (em análise):

SANDER, R. F.; PRATES, L. H. M.; CHAIN, M. C.; ROSÁRIO, H. D.; GUEDES, L. L. S.; CALVO, M. C. M. Resistência de união à dentina de cimentos resinosos autocondicionantes. **Revista de Odontologia da UNESP**, 2008.

ANEXOS

ANEXO A - PARECER DO COMITÊ DE ÉTICA



UNIVERSIDADE FEDERAL DE SANTA CATARINA - UFSC
COMITÊ DE ÉTICA EM PESQUISA COM SERES HUMANOS - CEP
PARECER CONSUBSTANCIADO - PROJETO Nº 042/07

I – Identificação:

Título do Projeto: Resistência de união de cimentos resinosos convencional e auto-condicionantes ao esmalte e dentina em função de diferentes tratamentos de superfície.

Área: odontologia

Pesquisador Responsável: Luiz Henrique Maikot Prates

Co-orientador: Marcelo Carvalho Chain

Pesquisador Principal: Renata Fontanella Sander

Data prevista para a coleta dados: 04/2007 a 06/2007

Local onde a pesquisa será conduzida: departamento de estomatologia da UFSC.

II - Objetivos:

Gerais: Avaliar, in vitro, a resistência de união de um cimento resinoso convencional dual, relyX ARC (3M ESPE) e dois cimentos resinosos auto-condicionantes, RelyX Unicem (3M ESPE) e Maxcem (Kerr) ao esmalte e a dentina, aplicando-se condicionador e adesivo previamente ao cimento convencional e com ou sem aplicação de condicionadores e adesivos previamente aos cimentos resinosos autocondicionantes.

III - Sumário do Projeto: Trata-se um projeto de mestrado em odontologia. Será solicitada a doação de 60 molares em clínicas particulares que serão retirados por motivos alheios a esta pesquisa. Os dentes coletados serão limpos e armazenados por um período de 60 dias (solução timol 0,5%) e serão formados 120 espécimes formando blocos resina-dente. Após a preparação dos corpos de prova serão distribuídos em 10 grupos de 12 unidades cada. Nos grupos 1 ao 5 será avaliado o esmalte e no grupo 6 ao 10 será avaliado a dentina. Em cada grupo será realizado um tratamento de superfície e um agente cimentante. Após o experimento será realizada a análise estatística adequada.

IV – Comentários: A pesquisa tem relevância científica e social. O tema faz parte da linha de atuação do pesquisador. O termo de consentimento livre e esclarecido (TCLE) está adequado. O projeto atende os requisitos estabelecidos por este comitê.

V – Parecer CEP:

Aprovado

Informamos que o parecer dos relatores foi aprovado por unanimidade, em reunião deste Comitê na data de 26 de março de 2007.

Prof. Washington Portela de Souza

Washington Portela de Souza
Coordenador do CEP

Fonte: CONEP/ANVS - Resoluções 196/ 96 e 251/ 97 do CNS.