

# RESISTÊNCIA AO CISALHAMENTO DE DOIS SISTEMAS DE UNIÃO EM DENTINA APÓS REMOÇÃO DO COLÁGENO

## *SHEAR BOND STRENGTH OF TWO DENTIN ADHESIVE AFTER COLLAGEN REMOVAL*

Paulo Henrique **DOS SANTOS**<sup>1</sup>  
 Vicente de Paulo Aragão **SABÓIA**<sup>2</sup>  
 Fernando Akio **MAEDA**<sup>3</sup>  
 Sabrina **PAVAN**<sup>4</sup>  
 Mário Alexandre Coelho **SINHORETI**<sup>5</sup>

### RESUMO

O objetivo desse trabalho foi verificar a resistência de união ao cisalhamento de dois sistemas adesivos dentinários após a remoção do colágeno. Quarenta incisivos bovinos foram incluídos em resina acrílica quimicamente ativada e suas superfícies aplainadas com lixas de granulação 180, 320, 400 e 600 até exposição de dentina. Os dentes foram divididos em 4 grupos de acordo com o procedimento adesivo: Grupos 1 e 2 – condicionamento com ácido fosfórico 35% e aplicação do sistema adesivo Prime & Bond 2. 1 (Dentsply); Grupos 3 e 4 -condicionamento com ácido fosfórico 35% e aplicação do sistema adesivo Gluma One Bond (Heraeus Kulzer). Os Grupos 2 e 4 – após o condicionamento ácido foi aplicado hipoclorito de sódio 10% durante 1 minuto antes do procedimento adesivo. Sobre a área de união em todas as amostras foi confeccionado um cilindro com resina composta Z100 (3M ESPE). A resistência de união foi verificada através do teste de cisalhamento, realizado em máquina de ensaio universal Instron a velocidade de 0,5 mm/min. As médias de resistência de união ao cisalhamento foram: Grupo 1 : 6,29 ± 1,05 MPa; Grupo 2 : 5,57 ± 0,97 MPa ; Grupo 3 : 4,58 ± 0,92 MPa e Grupo 4: 6,51 ± 1,24 MPa. Os resultados mostraram que a aplicação prévia de hipoclorito de sódio não causou alteração estatisticamente significativa para o Prime & Bond 2. 1 (p>0,05). Já para o Gluma One Bond a aplicação de hipoclorito de sódio aumentou os valores de resistência de união à dentina (p< 0,05).

**UNITERMOS:** Colágeno - remoção; dentina; sistema adesivo; resistência ao cisalhamento.

### INTRODUÇÃO

O objetivo de muitos estudos em Odontologia, nos últimos 40 anos, tem sido a união dos materiais restauradores às estruturas dentais, principalmente no que diz respeito aos materiais restauradores resinosos.

Em 1955, BUONOCORE<sup>4</sup> introduziu uma técnica para aumentar a resistência de união da resina acrílica ao esmalte dentário. Neste procedimento, utilizava-se um condicionador à base de ácido fosfórico sobre o esmalte, o qual alterava a morfologia superficial, criando microporosidades (BARKMEIER e ERICKSON,<sup>2</sup> 1994), onde uma resina fluída penetrava e se polimerizava, formando

uma união mecânica com o esmalte (SILVERSTONE et al.,<sup>17</sup> 1975).

Enquanto a união dos materiais restauradores resinosos ao esmalte tem tido grande sucesso, tanto em estudos laboratoriais quanto clínicos, a união à dentina tem sido um desafio aos pesquisadores e clínicos principalmente devido ao seu alto conteúdo orgânico, variação na composição intrínseca e grau de mineralização, presença de fluidos e processos odontoblásticos nos túbulos e presença da smear layer (BARKMEIER e ERICKSON,<sup>2</sup> 1994).

Independente se o sistema de união é de quarta, quinta ou sexta geração ocorre, nesse caso

1 - Professor Assistente Doutor do Departamento de Materiais Odontológicos e Prótese da Faculdade de Odontologia de Araçatuba – UNESP.

2 - Professor Adjunto Doutor do Departamento de Odontologia Restauradora da Faculdade de Farmácia, Odontologia e Enfermagem da Universidade Federal do Ceará – UFC.

3 - Aluno do Curso de Graduação da Faculdade de Odontologia de Araçatuba – UNESP.

4 - Mestre e Doutoranda em Reabilitação Oral da Faculdade de Odontologia de Araraquara – UNESP.

5 - Professor Associado do Departamento de Odontologia Restauradora da Faculdade de Odontologia de Piracicaba-UNICAMP.

a formação da camada híbrida desde que todos os passos de aplicação do material e preparo do substrato sejam seguidos corretamente. Isto inclui a permanência da umidade na superfície dentinária, já que a maioria dos sistemas de união mais recente é hidrófila e necessitam da umidade para melhor efetividade de penetração no substrato descalcificado. Além disso, a umidade dentinária sustenta a rede de fibras colágenas evitando assim, o colapso das mesmas, que se dá principalmente pela secagem excessiva com jato de ar.

Devido à técnica se tornar mais crítica devido à presença do colágeno na dentina, alguns trabalhos sugerem sua remoção utilizando-se hipoclorito de sódio, previamente aos procedimentos de união. UNO e FINGER<sup>18</sup> (1995), afirmaram que o colágeno interfere negativamente na união com a dentina, quando utilizaram um sistema adesivo contendo glutaraldeído, que, teoricamente, se une quimicamente ao colágeno. A remoção da camada de colágeno pode trazer benefícios para difusão da resina pelo aumento da permeabilidade dentinária e pela alteração da composição da dentina, deixando este tecido com a parte mineral exposta em sua superfície (VARGAS et al.,<sup>19</sup> 1997). Uma adesão mais efetiva poderia ser conseguida diretamente com a hidroxiapatita do substrato dentinário. Além disso, a ausência de uma banda de colágeno não encapsulado pelo adesivo na interface dentina-resina poderia prevenir a degradação desta interface (NAKABAYASHI et al.,<sup>11</sup> 1992). Alguns trabalhos mostram que a zona de colágeno não oferece nenhuma contribuição direta para a resistência adesiva (GWINETT,<sup>6</sup> 1994).

No entanto, relatos dos valores de resistência de união à dentina desproteïnizada têm sido conflitantes na literatura. WAKABAYASHI et al.<sup>20</sup> (1994), demonstraram maiores valores de união quando a dentina foi tratada com hipoclorito de sódio 10% após o condicionamento ácido. Outros trabalhos como de PERDIGÃO et al.<sup>12</sup> (2000), mostraram que a desproteïnização da dentina diminuiu os valores de resistência de união e que a interação das fibras colágenas com monômero adesivo ainda deveria ser considerado como base para o mecanismo de união. Além da resistência adesiva, a diminuição da adaptação marginal também foi relatada por FRANKENBERGER et al.<sup>5</sup> (2000) após o tratamento da dentina com hipoclorito de sódio à 5%.

A qualidade e composição do sistema adesivo também parece ter influência na resistência de união à dentina desproteïnizada (BEDRAN DE CASTRO et al.,<sup>3</sup> 2000; SABÓIA et al.,<sup>15</sup> 2000). Sendo assim, o objetivo deste trabalho foi verificar a influência da aplicação de hipoclorito de sódio na resistência de união de dois sistemas adesivos à dentina.

## MATERIAL E MÉTODO

Foram utilizados neste estudo 40 dentes bovinos do grupo dos incisivos selecionados e armazenados em soro fisiológico à temperatura ambiente até o início do experimento. Os dentes foram submetidos à profilaxia usando pasta de pedra pomes e água com escova tipo pincel, em baixa rotação.

As raízes dos dentes foram seccionadas e as coroas remanescentes incluídas com resina ativada quimicamente (Clássico, Artigos Odontológicos Ltda) em tubos plásticos, com 20 mm de diâmetro 20 mm de altura, com a face vestibular voltada para cima e projetada 1mm além da borda do tubo plástico.

Em seguida, com o auxílio de uma politriz horizontal (APL-4, Arotec) e lixas de óxido de alumínio com granulações número 180, 320, 400 e 600, a superfície dentária foi desgastada, sob refrigeração, até se conseguir uma área plana de pelo menos 6 mm de diâmetro na superfície da dentina. Após o desgaste, a superfície foi examinada em lupa estereoscópica (Carl Zeiss, Germany) com 63 vezes de aumento para verificar se nenhuma estrutura remanescente de esmalte permaneceu na superfície.

### Divisão da amostras.

Os 40 dentes foram divididos em 4 grupos de 10 dentes cada, de acordo com o tratamento superficial para a remoção do colágeno e sistema adesivo utilizado, assim sendo:

Grupo 1 – Sem hipoclorito de sódio e sistema adesivo Prime Bond 2. 1 (Dentsply);

Grupo 2 – Com hipoclorito de sódio e sistema adesivo Prime Bond 2. 1 (Dentsply);

Grupo 3 – Sem hipoclorito de sódio e sistema adesivo Gluma One Bond (Heraeus Kulzer);

Grupo 4 – Com hipoclorito de sódio e sistema adesivo Gluma One Bond (Heraeus Kulzer).

### Preparação dos corpos-de-prova para o ensaio de cisalhamento.

Após a preparação da superfície, uma fita adesiva (Contact) circular com um orifício central de 4mm de diâmetro foi aderida sobre a dentina, com a finalidade de delimitar a área onde foi efetuada a união adesivo-material restaurador.

As amostras foram condicionadas com ácido fosfórico 35% durante 20 segundos (Scotch Bond, 3M Espe), seguindo as instruções do fabricante. Após o procedimento de condicionamento ácido, nas amostras dos grupos 2 e 4 foi aplicada solução de hipoclorito de sódio 10% (Proderma) por 60 segundos, seguida da lavagem por 30 segundos, para a remoção das fibras colágenas. Em todos

os grupos, o excesso de umidade foi removido com bolinhas de algodão hidrófilo.

Em todos os grupos, sobre a superfície condicionada de dentina, foi aplicado com auxílio de um pincel, o sistema adesivo em duas camadas, de acordo com as instruções do fabricante. O adesivo foi polimerizado pela exposição à luz visível (XL 3000, 3M Espe), durante 10 segundos, antes da inserção do compósito restaurador.

Uma matriz circular em silicone foi posicionada sobre o dente incluído em resina acrílica (corpo-de-prova). A região central da matriz circular de silicone possuía uma perfuração de 4 mm diâmetro por 5 mm de altura, que coincide com a área demarcada pela fita adesiva (Contact) na superfície da dentina do corpo-de-prova.

Logo após, o compósito Z100 (3M Espe) foi inserido no orifício central da matriz de silicone, em três camadas, por meio de um instrumento plástico e adaptação do material às paredes da cavidade foi obtida com movimentos de compactação. Cada camada foi fotoativada por 40 segundos. A seguir, o silicone foi removido, obtendo-se os corpos-de-prova para o ensaio de cisalhamento.

### Ensaio de resistência ao cisalhamento.

Os corpos-de-prova foram submetidos ao teste de cisalhamento em uma máquina de ensaio universal Instron (modelo 4411) à velocidade de 0,5 mm/minuto. Para isso, foi posicionada uma tira metálica de aço inoxidável com 5mm de largura por 10 cm de comprimento, formando uma alça que envolvia o cilindro confeccionado em compósito, aderido à superfície da dentina, para fazer o esforço de tração. A resistência de união ao cisalhamento foi calculada pela seguinte fórmula :  $Rc = F / A$

Onde: Rc é a resistência ao cisalhamento; F, a força aplicada; e A, a área de união.

### Análise estatística

Os resultados da resistência da união ao cisalhamento foram submetidos à análise de variância (ANOVA) e as médias comparadas pelo teste Tukey (5%), a fim de se verificar a significância dos valores obtidos no ensaio.

## RESULTADO

Os resultados expostos na Tabela 1 mostraram que a aplicação de hipoclorito de sódio 10% não alterou os valores de resistência de união para o sistema adesivo Prime & Bond 2. 1 ( $p > 0,05$ ), enquanto essa aplicação aumentou a resistência de união para o sistema adesivo Gluma One Bond ( $p < 0,05$ )

Quando a comparação foi feita entre as amostras usando o sistema adesivo Prime & Bond

2. 1, as amostras sem a remoção de colágeno apresentaram valores médios de  $6,29 \pm 1,05$  MPa, diferença não significativa ( $p > 0,05$ ) para as amostras onde o colágeno foi removido, as quais apresentaram valores médios  $5,57 \pm 0,97$  MPa (Tabela 1). Quanto aos grupos tratados com o sistema adesivo Gluma One Bond (Tabela 1), as amostras sem a remoção de colágeno apresentaram valores médios de  $4,58 \pm 0,92$  MPa, com diferença significativa para as amostras onde o colágeno foi removido com valores médios de  $6,51 \pm 1,24$  MPa ( $p < 0,05$ ).

Quando a comparação foi feita entre os sistemas adesivos (Tabela 2), tanto nas amostras que receberam ou não a aplicação de hipoclorito de sódio, não houve diferença estatisticamente significativa entre o Prime & Bond 2. 1 e o Gluma One Bond ( $p > 0,05$ ).

TABELA 1 - Resistência de união de adesivos dentinários à dentina, com e sem a aplicação de hipoclorito de sódio 10%.

	Prime & Bond 2. 1	Gluma One Bond
Sem hipoclorito de sódio 10%	$6,29 \pm 1,05$ MPa A	$4,58 \pm 0,92$ MPa A
Com hipoclorito de sódio 10%	$5,57 \pm 0,97$ MPa A	$6,51 \pm 1,24$ MPa B

Médias seguidas por letras distintas, maiúsculas na coluna, diferem entre si ao nível de 5% de significância.

TABELA 2 - Comparação da resistência de união dos dois sistemas de união, dentro dos grupos experimentais.

	Sem hipoclorito de sódio 10%	Com hipoclorito de sódio 10%
Prime & Bond 2. 1	$6,29 \pm 1,05$ MPa A	$5,57 \pm 0,97$ MPa A
Gluma One Bond	$4,58 \pm 0,92$ MPa A	$6,51 \pm 1,24$ MPa A

Médias seguidas por letras distintas, maiúsculas na coluna, diferem entre si ao nível de 5% de significância.

## DISCUSSÃO

A busca por uma união efetiva, estável e duradoura à estrutura dental tem sido um dos principais objetivos da odontologia adesiva. O condicionamento da superfície, com soluções ácidas se tornou um procedimento comum para aumentar a capacidade de penetração dos adesivos à dentina desmineralizada. Além disso, o desenvolvimento de adesivos hidrófilos contribuiu de sobremaneira para o aumento na resistência de união, em virtude de uma penetração e difusão mais efetiva desse material para o interior da dentina (BARKMEIER e COOLEY,<sup>1</sup> 1992).

A eficácia do sistema adesivo depende, sobremaneira, da sua capacidade de penetração para o interior da dentina desmineralizada, formando uma zona de interdifusão com o colágeno conhecida como camada híbrida (NAKABAYASHI et al.,<sup>11</sup>

1992). No entanto, caso o colágeno não esteja completamente preenchido pelo adesivo, a durabilidade da união poderá estar comprometida pela hidrólise destas fibras, levando ao processo conhecido como nanoinfiltração (SANO et al.,<sup>16</sup> 1995). Apesar de necessário para a formação desta camada, o colágeno parece não oferecer contribuição direta para obtenção de maiores resultados de união (GWINNETT,<sup>6</sup> 1994). REIS et al.<sup>14</sup> (2000) observaram que a camada híbrida não seria essencial para obtenção de uma resistência adesiva adequada. Além disso, a aplicação de hipoclorito de sódio possibilitaria maior padronização clínica no procedimento adesivo, já que neste caso a condição de umidade dentinária (seca ou úmida) não interferiria nos valores de resistência de união. WAKABAYASHI et al.,<sup>20</sup> (1994) mostraram maiores valores de resistência de união após imersão em água por longo período para amostras onde a camada de colágeno foi removida após o condicionamento ácido, sugerindo que a degradação da união ocorria pela hidrólise dessas fibras que não estiveram protegidas pelo componente adesivo.

O hipoclorito de sódio é um grande agente proteolítico não específico capaz de remover material orgânico, muito utilizado para a remoção das fibras colágenas após o condicionamento ácido da dentina (INABA et al.,<sup>8</sup> 1996). INABA et al.<sup>7</sup> (1995) mostraram um aumento na abertura dos túbulos dentinários de 1,8 para 4,0  $\mu\text{m}$  após o tratamento com hipoclorito de sódio 10%. As observações em microscopia eletrônica de varredura feita por PRATI et al.<sup>13</sup> (2000) mostraram efeito similar, devido à perda de dentina peritubular desmineralizada, a qual também diminui a área de dentina peritubular residual.

Neste estudo, a aplicação de solução de hipoclorito de sódio sobre a dentina desmineralizada aumentou os valores de resistência de união para o adesivo Gluma One Bond. Este resultado concorda com outros autores (VARGAS et al.,<sup>19</sup> 1997; INAI et al.,<sup>9</sup> 1998; SABÓIA et al.,<sup>15</sup> 2000), os quais mostraram que a remoção do colágeno seria capaz de aumentar os valores de união para adesivos à base de acetona. No entanto, outros componentes do adesivo além da presença da acetona também poderiam interferir nos valores de resistência de união, visto que apesar da mesma estar presente no adesivo Prime & Bond 2. 1, este não apresentou aumento nos valores de união após a remoção do colágeno. Outras pesquisas deverão ser conduzidas neste sentido para comprovar tal hipótese.

O efeito positivo do hipoclorito de sódio na força de união do sistema adesivo à base de acetona pode ser explicado pela difusão mais alta da acetona como também sua capacidade mais alta para deslocar água (JACOBSEN e SODERHOLM,<sup>10</sup> 1995). Estes fatores poderiam melhorar o contato

do monômero com a estrutura de dentina intertubular irregular exposta pelo tratamento de NaOCl. Além disso, removendo colágeno poderiam melhorar o contato do adesivo e cristais de hidroxiapatita aumentando a permeabilidade de dentina (SABÓIA et al.,<sup>15</sup> 2000).

## CONCLUSÃO

De acordo com os resultados mostrados neste trabalho, a remoção prévia de colágeno pode ser importante ao se utilizar um sistema adesivo à base de acetona. Porém, estudos laboratoriais e clínicos com um prazo maior de controle são necessários para elucidar a efetividade deste tratamento da dentina.

## ABSTRACT

*The aim of this study was to verify the shear bond strength of two adhesive systems to dentin after collagen removal. Forty bovine incisors were embedded in acrylic resin and flat by wet grinding on silicon carbide paper #180, 320, 400 and 600. The teeth were divided in 4 groups according to the bond procedure: Groups 1 and 2 - conditioning with 35% phosphoric acid and bond with Prime & Bond 2. 1 (Dentsply); Groups 3 and 4 - conditioning with 35% phosphoric acid and bond with Gluma One Bond (Heraeus Kulzer). The Groups 2 and 4 after the etch procedure, 10% sodium hypochlorite was applied for 1 minute before the bond procedure. A Z100 (3M Espe) cyclinder was made on the bond area in all of the samples. The shear bond strength was measured in a Instron universal test machine (model 4411) with a crossread speed of 0,5 mm/min. The means of shear bond strength were: Group 1: 6. 29 + 1. 05 MPa; Group 2: 5. 57 + 0. 97 MPa; Group 3: 4. 58 + 0. 92 MPa and Group 4: 6. 51 + 1. 24 MPa. The results showed that the previous application of sodium hypochlorite cause no change on bond strength for Prime & Bond 2. 1 ( $p>0,05$ ). For Gluma One Bond the application of sodium hypochlorite increased the shear bond strength values ( $p<0,05$ ).*

**UNITERMS:** *Collagen removal; dentin; adhesive systems; shear strength*

## REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- 1 - BARKMEIER, W. W.; COOLEY, R. L. Laboratory evaluation of adhesive systems. **Oper Dent**, suppl. 5, p. 50-61, July 1992.
- 2 - BARKMEIER, W. W.; ERICKSON, R. L. Shear bond strength of a composite to enamel and dentin using Scotchbond Multi-Purpose. **Am J Dent**, v. 7, n. 3, p. 175-179, Jun. 1994.

- 3 - BEDRAN DE CASTRO, A. K.; HARA, A. T.; PIMENTA, L. A. Influence of collagen removal on shear bond strength of the one-bottle adhesive systems in dentin. **J Adhes Dent**, v. 2, n. 4, p. 271-277, Winter, 2000.
- 4 - BUONOCORE, M. G. A simple method for increasing the adhesion of acrylic filling materials to enamel surfaces. **J Dent Res**, v. 34, n. 6, p. 849-853, Dec. 1955.
- 5 - FRANKENBERGER, R. et al. Dentin bond strength and marginal adaptation after NaOCl pre-treatment. **Oper Dent**, v. 25, n. 1, p. 40-45, Jan. - Feb. 2000.
- 6 - GWINNETT, A. J. Altered tissue contribution to interfacial bond strength with acid conditioned dentin. **Am J Dent**, v. 7, n. 5, p. 243-246, Oct. 1994.
- 7 - INABA, D. et al. The effect of a sodium hypochlorite treatment on demineralized root dentin. **Eur J Oral Sci**, v. 103, n. 6, p. 368-374, Dec. 1995.
- 8 - INABA, D. et al. Effect of sodium hypochlorite treatment on remineralization of human root dentine in vitro. **Caries Res**, v. 30, n. 3, p. 218-224, May - Jun. 1996.
- 9 - INAI, N. et al. Adhesion between collagen depleted dentin and dentin adhesives. **Am J Dent**, v. 11, n. 3, p. 123-127, Jun. 1998.
- 10 - JACOBSEN, T.; SODERHOLM, K. J. Some effects of water on dentin bonding. **Dent Mat**, v. 11, n. 2, p. 132-136, Mar. 1995.
- 11 - NAKABAYASHI, N.; ASHIZAWA, M.; NAKAMURA, M. Identification of a resin-dentin hybrid layer in a vital human dentin created in vivo: durable bonding to vital dentin. **Quintessence Int**, v. 23, n. 2, p. 135-141, Feb. 1992.
- 12 - PERDIGÃO, J. et al. Effect of a sodium hypochlorite gel on dentin bonding. **Dent Mater**, v. 16, n. 5, p. 311-323, Sep. 2000.
- 13 - PRATI, C. et al. Marginal hybrid layer in Class V restorations. **Oper Dent**, v. 25, n. 3, p. 228-233, May-Jun. 2000.
- 14 - REIS, A. et al. Influencia do colágeno na resistência de união à dentina úmida e seca. **RPG Rev Pós Grad**, v. 7, n. 2, p. 133-139, abr. - jun. 2000.
- 15 - SABÓIA, V. P. A.; RODRIGUES, A. L.; PIMENTA, L. A. F. Effect of collagen removal on shear bond strength of two single-bottle adhesive systems. **Oper Dent**, v. 25, n. 5, p. 395-400, Sep. - Oct. 2000.
- 16 - SANO, H. et al. Nanoleakage: leakage within the hybrid layer. **Oper Dent**, v. 20, n. 1, p. 18-25, Jan. - Feb. 1995.
- 17 - SILVERSTONE, L. M. et al. Variation in the pattern of acid etching of human dental enamel examined by scanning electron microscopy. **Caries Res**, v. 9, n. 5, p. 373-387, Sep. -Oct. 1975.
- 18 - UNO, S.; FINGER, W. J. Function of the hybrid zone as a stress-absorbing layer in resin-dentin bonding. **Quintessence Int**, v. 26, n. 102, p. 733-738, Oct. 1995.
- 19 - VARGAS, M. A.; COBB, D. S.; ARMSTRONG, S. R. Resin-dentin shear bond strength and interfacial ultrastructure with and without hybrid layer. **Oper Dent**, v. 22, n. 4, p. 159-166, July - Aug. 1997.
- 20 - WAKABAYASHI, Y. et al. Effect of dissolution of collagen on adhesion to dentin. **Int J Prosthodont**, v. 7, n. 4, p. 302-306, July - Aug. 1994.

#### Endereço para correspondência:

Paulo Henrique dos Santos  
Rua José Bonifácio, 1193  
Cep: 16015-050 Araçatuba – SP  
E mail: paulosantos@foa.unesp.br

Recebido para publicação em 06/10/2004

Enviado para análise em 08/10/2004

Aprovado para publicação 13/12/2004