

DETERMINAÇÃO DA RESISTÊNCIA ADESIVA A DENTINA ATRAVÉS DE UM DISPOSITIVO DE MICRO-TRAÇÃO

BOND STRENGTH TO DENTINE DETERMINE BY A NEW DEVELOPED MICRO-TENSILE TESTING DEVICE

Ricardo M. CARVALHO*

Hidehiko SANO**

Bernard CIUCCHI***

Masahiro YOSHIAMA****

David H. PASHLEY*****

RESUMO

A resistência de união a dentina do Scotchbond MP e Variglass foi determinada utilizando-se um novo método de ensaios por micro-tração. Esta nova metodologia permite testar a resistência adesiva a pequenas áreas através do desgaste da secção transversal dos espécimes até $0,5 \text{ mm}^2$. A principal observação deste estudo foi que a resistência a tração foi dependente da superfície da área adesiva. As superfícies adesivas variaram de $0,5$ a $5,0 \text{ mm}^2$, o que é muito menor do que as superfícies adesivas utilizadas rotineiramente em testes de laboratório. Uma relação inversa entre a resistência a tração e a área de superfície adesiva foi observada para ambos os materiais. Quando utilizaram-se as menores áreas, Scotchbond MP atingiu valores de até 46 MPa e Variglass resultou em valores de até 34 MPa .

UNITERMOS

Adesivos dentinários; Resistência à tração.

*Departamento de Dentística, Faculdade de Odontologia de Bauru, Bauru, SP, Brasil.

**Departamento de Dentística, Tokyo Medical and Dental University, Tóquio, 113, Japão.

***Departamento de Dentística e Endodontia, Universidade de Genebra, Genebra, Suíça.

****Departamento de Dentística Conservadora, Tokushima University, Tokushima, Japão.

*****Departamento de Biologia-Fisiologia Oral, Medical College of Georgia, Augusta, GA, USA.

INTRODUÇÃO

Recentemente tem havido muita preocupação no sentido de se padronizar os testes de adesão em laboratório. Isto ocorre devido a uma considerável variação nos resultados relatados a partir de estudos da resistência de união de sistemas adesivos a dentina (Causton, 1984; Susuki and Finger, 1988; Tagami et al., 1989; Tao et al., 1989; Perinka et al., 1992; Prati et al., 1992). Pouca ou nenhuma concordância existe entre os diferentes laboratórios porque diferentes metodologias são utilizadas e, particularmente, devido a complexidade do substrato. Idealmente, testes de adesão *in vitro* deveriam ser realizados em substratos que representem a situação clínica de dentina cariada, lesões cervicais ou dentina esclerosada. Estes substratos usualmente ocorrem em uma área pequena e delimitada, a qual é difícil de ser demarcada com a metodologias atualmente disponíveis. Testes nos quais a resistência de união de um sistema adesivo a diferentes paredes de um preparo cavitário pudessem ser realizados, são de grande interesse pois o modelo tri-dimensional de uma cavidade é muito mais realístico com relação a distribuição das forças de contração desenvolvidas durante a polimerização das resinas adesivas, o que afeta a resistência adesiva como um todo (Davidson et al., 1984). O objetivo deste estudo foi de avaliar um novo método de micro-tração para determinação da resistência de união de uma resina adesiva e um cimento de ionômero de vidro a dentina.

MATERIAIS E MÉTODOS

Preparação do Dente e Procedimentos Adesivos

Foram utilizados neste estudo 20 terceiros molares não irrompidos, extraídos e armazenados a 4°C em solução salina isotônica contendo cristais de azido de sódio a 0,2%.

O esmalte oclusal foi removido por um corte transversal ao longo eixo do dente, utilizando-se um disco de diamante em baixa rotação refrigerado a água (Isomet, Buehler Ltd., Lake Bluff, IL, USA) (fig. 1-A). O esmalte periférico das faces mesial e distal foram removidos da mesma maneira (fig.1-B). Após o polimento da superfície oclusal da dentina com lixa 600, toda a superfície de dentina foi tratada com um dos dois agentes adesivos descritos na tabela 1, de acordo com as instruções dos respectivos fabricantes. Em seguida, uma "coroa" foi construída pela técnica incremental, a uma altura de aproximadamente 3-5 mm

utilizando-se resina composta e ionômero de vidro, respectivamente (fig. 1-C). Os espécimes foram armazenados em água a 37°C. Após 24 horas, as raízes foram removidas (fig. 1-D). Fatias variando de 0,5 mm a 3 mm de espessura foram então obtidas por cortes paralelos no sentido do longo eixo do dente (fig. 1-E, 1-F), através do material e da dentina. Essas fatias foram então desgastadas e refinadas com pontas diamantadas de granulação super-fina, de maneira a formar uma curva suave, com a menor largura na região da interface adesiva (fig. 1-G). A área da superfície adesiva foi calculada antes do teste, pela medida da largura e espessura de cada espécime, as quais variaram de aproximadamente 0,5 x 0,5 mm a 2 x 3 mm. A quantidade de dentina remanescente entre a superfície adesiva e o corno pulpar mais próximo foi medida para cada espécime com um micrótomo digital e anotada. Os espécimes foram afixados a um dispositivo de testes Bencor-Multi-T (Danville Engineering Co., Danville, CA, USA) com o auxílio de um adesivo a base de cianoacrilato (Sano et al., 1994), e submetidos ao ensaio de tração em uma máquina Instron a uma velocidade de 1 mm/min (fig. 1-H). Após o teste, a natureza da fratura de cada espécime foi observada sob microscópio de dissecação e anotada.

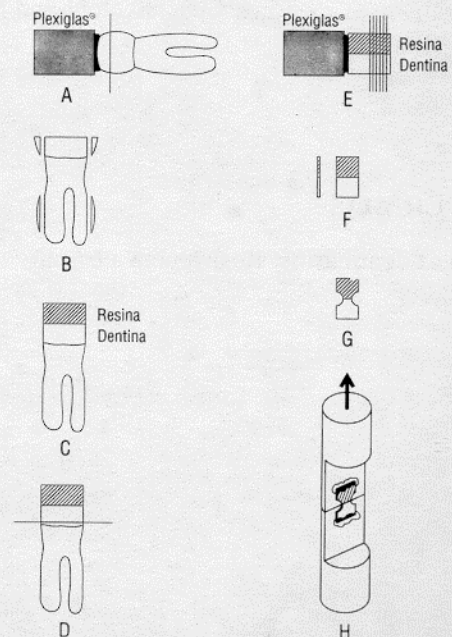


FIGURA 1- Preparação dos espécimes para o teste de micro-tração: (A,B) o segmento da coroa foi preparado e a superfície da dentina polida com lixa 600; (C,D) confecção da coroa com resina composta/ionômero de vidro após a aplicação dos agentes adesivos e corte da raiz; (E,F) as finas fatias foram obtidas por cortes transversais à interface; (G) os espécimes foram desgastados para formar uma curva suave ao longo da interface; (H) os espécimes foram afixados ao dispositivo de teste com adesivos a base de cianoacrilato e testados a uma velocidade de 1 mm/min.

TABELA 1 - Agente Adesivos	
Scotchbond Multi-Purpose (SBMP), 3M Dental Products, St. Paul, MN, USA.	
1.	Scotchbond Multi-Purpose Etchant.
2.	Scotchbond Multi-Purpose Primer.
3.	Scotchbond Multi-Purpose Adhesive.
4.	Z100 Resina Composta
Variglass Multi-Purpose Glass Ionomer Cement (VG), Caulk Dentsply, Millförd, DE, USA.	
1.	Variglass Primer Probond
2.	Variglass Liquid and Powder

Análise Estatística

A força necessária para romper a adesão, em quilogramas, foi dividida pela área da secção transversal da união para obtenção dos valores de resistência adesiva, a qual foi expressa em MPa. A correlação entre a resistência e a área adesiva foi examinada através de análise de regressão. Os dados foram submetidos a regressão linear para determinação do menor quadrado e dos coeficientes de correlação. Intervalos de confiança (95%) foram calculados em cima das retas de regressão.

RESULTADOS

Observou-se uma relação inversa entre a resistência a tração (RT) e a área de superfície adesiva (ASA) para ambos os materiais testados (figs. 2A, 2B).

Scotchbond MP (SBMP) apresentou uma maior força de união do que o Variglass (VG). A área de superfície adesiva para o SBMP variou de 0,45 - 4,95 mm².

Nenhuma fratura coesiva da dentina foi observada e todas falhas foram consideradas de natureza adesiva. A fig 2A representa a relação entre RT e o logaritmo natural da ASA a qual pode ser expressa pela equação: $y = -10.79 x + 26.67$. Esta relação inversa foi estatisticamente significativa ($R = -0.67, p < 0.001$). As áreas de superfícies foram transformadas em logaritmo natural para linearizar os dados e facilitar a análise de regressão.

Os valores de RT obtidos com o cimento de ionômero de vidro foram menores do que aqueles obtidos com a resina adesiva. A área de superfície adesiva para o VG variou entre 0,42 - 4,01 mm². Nenhuma falha coesiva em dentina foi observada, entretanto, várias falhas coesivas ocorreram no material. A equação da reta que se aplica a relação entre RT e o logaritmo natural da ASA para o VG foi: $y = -6.02 x + 18.43$. O coeficiente de correlação foi estatisticamente significativo ($R = -0.67, p < 0.001$).

As figuras 3A e 3B mostram, respectivamente, os resultados da relação entre RT do SBMP e VG e a espessura de dentina remanescente (EDR). Não houve correlação estatisticamente significativa entre esses dois parâmetros no presente estudo ($R = 0.13$, and $R = 0.01$, respectivamente para SBMP e VG).

DISCUSSÃO

Uma importante característica observada entre as publicações sobre resistência de união in vitro é a variabilidade de resultados. Além das diferentes metodologias empregadas, as características do substrato dentina são fatores que certamente afetam os resultados. Entre os fatores relacionados ao substrato, a concentração de cálcio (Causton, 1984; Perinka et al.,

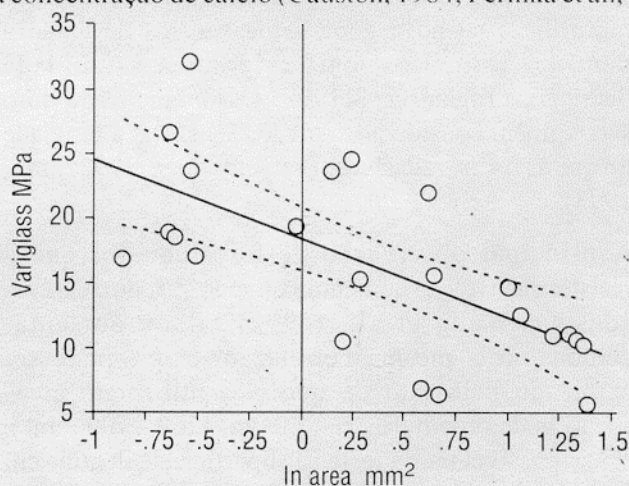
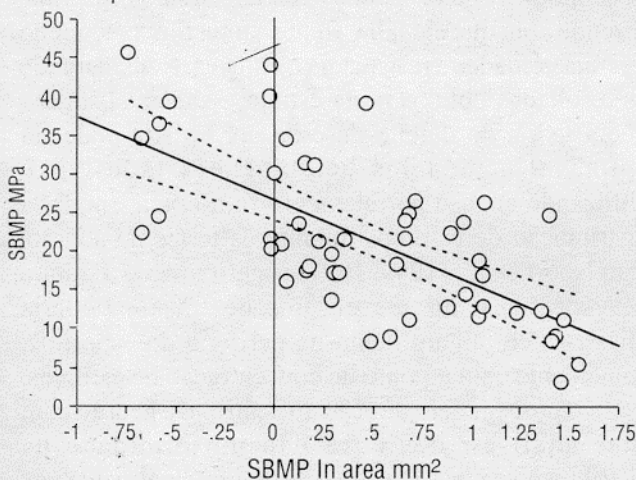


FIGURA 2A e 2B - Relação entre ln da área de superfície adesiva (ASA) e resistência a tração (RT).

2A = Scotchbond MP 2B = Variglass

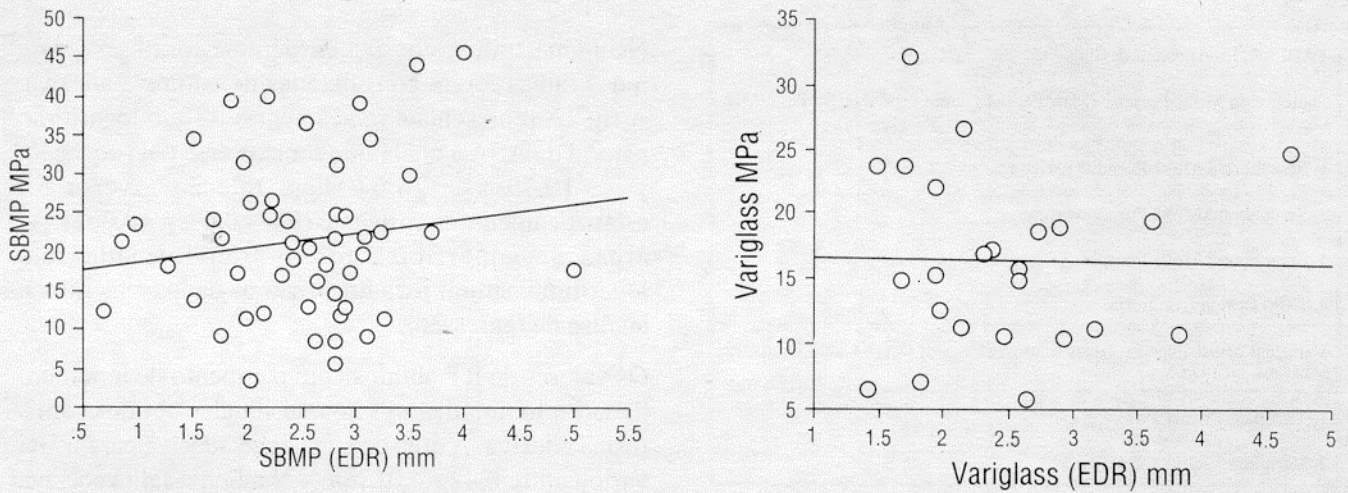


FIGURA 3A e 3B - relação entre espessura de dentina remanescente (EDR) e resistência a tração (RT). Não houve diferença estatisticamente significativa entre EDR e RT para ambos os materiais.

3A = Scotchbond MP

3B = Variglass

1992), espessura de dentina remanescente (Susuki e Finger, 1988; Tagami et al., 1989; Perinka et al., 1992; Panighi e G'Sell, 1992), permeabilidade dentinária (Tao e Pashley, 1989; Tagami et al., 1989; Prati e Pashley, 1992) e idade da dentina (Tagami et al., 1993), encontram-se entre aqueles que produzem consideráveis diferenças na resistência de união. É geralmente aceito que a dentina profunda determina menores valores de resistência adesiva. A umidade encontrada em dentina profunda pode diluir ou precipitar o agente adesivo, diminuindo a força de união (Prati e Pashley, 1992). No presente estudo, não houve correlação entre profundidade de dentina e resistência a tração. A literatura recente tem demonstrado pequena ou nenhuma relação entre profundidade de dentina e resistência de união com os agentes adesivos de última geração (Prati e Pashley, 1992; Prati, 1993). A inclusão de substâncias hidrofílicas na nova geração de agentes de união a dentina, tornou-os mais tolerantes a umidade dentinária (Tagami et al., 1992). Os ionômeros de vidro são também considerados menos sensíveis a umidade do que as resinas adesivas (Prati e Pashley, 1992; Prati, 1993).

A principal observação deste estudo foi que a resistência a tração aumentou quando se reduziu a área adesiva. Wang et al., (1972) falhou ao tentar demonstrar a mesma correlação, o que pode ser explicado pelo fato de que eles utilizaram áreas adesivas da ordem de 2,5 - 7,0 cm² (250 - 700 mm²). Não é possível unir a resina a superfície de dentina em áreas menores que 5 - 7 mm² utilizando-se as rotineiras matrizes circulares e/ou divididas. No método de micro-tração, a cavidade ou a superfície preparada é

preenchida com o material de maneira a se criar uma "restauração" ou coroa. O espécime é então seccionado através do material e da dentina para se obter fatias que são então desgastadas para obtenção final de pequenas áreas adesivas na interface. Os valores mais altos de RT (46 MPa para o SBMP, 34 MPa para VG) foram obtidos com áreas menores que 1 mm² (0,48 e 0,58 mm², respectivamente). O aumento da área adesiva resultou em decréscimo da resistência de união. Isto pode ser explicado pela presença de defeitos e/ou geradores de tensão na interface ou no substrato. Ao se testar um material homogêneo em tração, a resistência do material diminui quando aumenta-se as dimensões do corpo de prova (Griffith, 1920). Considera-se que espécimes de maior tamanho devem conter mais defeitos estruturais quando comparados com espécimes de menor tamanho. Isso pode modificar a distribuição de tensões no espécime, fazendo com que ele falhe frente a uma força menor do que sua verdadeira resistência intrínseca. Considerando os resultados obtidos neste estudo, é razoável sugerir que a teoria do defeito descrita por Griffith pode ser aplicável a modelos heterogêneos (adesivos). Utilizando análise por elemento finito para estudar a distribuição de esforços durante os testes de adesão, Van Noort et al., (1989, 1991) sugeriram que a fratura de espécimes durante ensaios de tração, poderia iniciar-se em algum ponto na periferia do espécime, coincidente com o ponto de concentração de esforços, e então propagar em direção ao centro. De acordo com suas análises, devido a não uniformidade da distribuição da tensão na interface, principalmente nos ângulos, onde o esforço é máximo, houve uma alta probabilidade de que os defeitos possam ter dominado a propagação da fratura adesiva. Este tipo de

distribuição de tensões pode iniciar fraturas nos defeitos, resultando em uma menor resistência adesiva quando uma superfície larga for empregada para os testes. Os novos agentes de união a dentina produzem uma interface agente de união/dentina particular, constituída de uma camada de dentina desmineralizada, "tags" de resina, camada híbrida, etc, o que pode complicar ainda mais a análise da distribuição dos esforços em tais interfaces.

Vários estudos têm relatado fraturas coesivas em dentina com forças na ordem de 5 MPa (Perinka et al., 1992) a 18 MPa (Silva e Souza et al., 1993). Quando isso ocorre, a real resistência de união permanece desconhecida, embora presume-se que seja maior do que os valores conseguidos. No presente estudo, todas as falhas com SBMP foram de natureza adesiva, mesmo sob forças maiores do que as que têm sido descritas previamente na literatura. Considerando que a resistência a tração da dentina é da ordem de 50 MPa a 100 MPa (Bowen e Rodriguez, 1962; Sano et al., 1994) e que a resistência a tração da resina adesiva SBMP é 83 MPa (Sano et al., 1994), a metodologia sugerida é empregada neste estudo parece ser mais apropriada para se testar a real resistência de união. Isto também se aplica a realidade clínica, uma vez que fraturas coesivas em dentina não são normalmente observadas na clínica. A distribuição anormal de esforços observada em grandes áreas adesivas explicam as fraturas em bloco no material ou no substrato quando submetidos a forças menores do que a real resistência adesiva. Sano et al., (1995) começaram observar fraturas coesivas em dentina utilizando o material ClearFil Liner Bond 2 (Kuraray Co., Ltd, Osaka, Japão) quando eles aumentaram a área adesiva acima de $7,0 \text{ mm}^2$, utilizando a mesma técnica de micro-tração. Ao reduzirem a área adesiva, a incidência de fraturas coesivas em dentina diminuiu. Em áreas inferiores a 1 mm^2 , todas as fraturas foram adesivas.

Cimentos de ionômero de vidro são materiais frágeis e menos resistentes do que resinas compostas. A resistência a tração do VG foi recentemente relatada com sendo da ordem de 23 MPa após 24 horas (Knobloch e Kerby, 1994). Em nosso estudo, várias fraturas ocorreram no ionômero durante os testes, o que está de acordo com nossos resultados prévios empregando o cimento Vitremer, sob a mesma metodologia (Sano et al., 1995).

É importante se empregar uma técnica adequada para testes de tração de maneira a se obter falhas na interface

adesiva (Tam e Piller, 1993). A grande variação na resistência a tração em relação a área adesiva pode ser controlada pelo uso de áreas adesivas na ordem de $1,5 - 2,0 \text{ mm}^2$ com esta metodologia. Isso determina uma menor variação nos resultados e facilita a manipulação dos espécimes. A principal vantagem desta técnica está na possibilidade de se testar resistência adesiva em pequenas e delimitadas áreas tais como dentina cariada e esclerótica em um modelo cavitário tri-dimensional. Também é possível se comparar diferenças regionais de resistência adesiva a diferentes paredes do preparo cavitário. Isso permitirá o estudo dos efeitos da configuração cavitária e das tensões de contração de polimerização das resinas compostas na resistência adesiva em preparos cavitários complexos ao invés de superfícies planas. Uma outra vantagem da técnica é que pode-se obter de 5 a 10 fatias por dente, o que permite cálculos de média por dente. Ainda, as diferentes fatias obtidas em cada dente podem ser utilizadas alternadamente para estudos de MEV e micro-infiltração, em conjunto com os testes de resistência adesiva. Em suma, a nova metodologia de micro-tração oferece um grande número de vantagens sobre as técnicas convencionais.

ABSTRACT

The tensile bond strength of Scotchbond MP and Variglass to dentin was determined by using a new developed micro-tensile testing device. This new methodology allows to test bond strength to small bonding areas by trimming the cross-sectional area of the specimens as little as 0.5 mm^2 . The main finding in this study was that the tensile bond strength was dependent upon the bonded surface area. The bonded areas varied in a range of 0.5 to 5.0 mm^2 which are much smaller than the bonding areas used in routine laboratory tests. An inverse relationship was observed between the tensile bond strength and the bonded area for both materials. When using the smallest bonding areas, Scotchbond MP reached values as high as 46 MPa and Variglass gave values up to 34 MPa.

UNITERMS

Dental adhesives; Tensile strenght.

AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem a Shirley Johnston pelo apoio de secretaria e ao Dr. Carl Russell pela consulta estatística. Este estudo foi desenvolvido com apoio financeiro do National Institute of Dental Research

(Grant # DE06427) e da FAPESP (Fundação de Amparo a Pesquisa do Estado de São Paulo) através do processo # 93/2020-3.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. BOWEN, R.L.; RODRIGUEZ MS. Tensile strength and modulus of elasticity of tooth structure and several restorative materials. **J. Amer. dent. Ass.** v.64, p.378-87, 1962.
2. CAUSTON, B.E. Improved bonding of composite restorative to dentine. **Brit. dent. J.**, v.167, p.308-11, 1984.
3. DAVIDSON, C.L.; DE GEE, A.J.; FEILZER, A. The competition between the composite-dentin bond strength and the polymerization contraction stress. **J. Dent. Res.**, v.63, p.1396-9, 1984.
4. GRIFFITH, A.A., The phenomena of rupture and flow in solids. **Phil. Trans. Roy Soc. London**, v.221, p.168-98.
5. KNOBLOCH, L., KERBY, R.E. Physical properties of light-cure and conventional glass ionomer cements. **J. Dent. Res.** v.73, 1994. Special Issue./ Abstract n.938/
6. LEHMAN, M.L. Tensile strength of human dentin. **J. Dent. Res.** v.46, p.197-201, 1964.
7. PANIGHI, M.; G'SELL, C. Influence of calcium concentration on the dentin wettability by an adhesive. **J. Biomed. Mater. Res.**, v.26, p.1081-9, 1992.
8. PERINKA L; SANO, H; HOSODA, H. Dentin thickness, hardness, and Ca-concentration vs bond strength of dentin adhesives. **Dent. Mat.**, v.8, p.229-33, 1992.
9. PRATI, C. Mechanisms of dentine bonding: Reaction paper, In: **Direct posterior filling materials and dentine bonding**, Leuven/ Belgium, Vander Poorten Printers, 1993.
10. PRATI, C; PASHLEY, D.H. Dentin wetness, permeability and thickness and bond strength of adhesive systems. **Amer. J. Dent.**, v.5, p.33-8, 1992..
11. SANO, H. et al. Tensile properties of mineralized and demineralized human and bovine dentin. **J. Dent. Res.**, 1994./ no prelo/
12. SANO, H. Relationship between surface area for adhesion and tensile bond strength - evaluation of a micro tensile bond test. **Dent. Mater.**, 1995./ no prelo.
13. SILVA E SOUZA JÚNIOR, M.H. da et al. Shear bond strength and microleakage of All-Bond. **Amer. J. Dent.**, v.6, p.148-54, 1993.
14. SUSUKI, T; FINGER, W.J. Dentin adhesives: site of dentin vs bonding of composite resins. **Dent. Mat.**, v.4, p.379-83, 1988.
15. TAGAMI, J. et al. Effect of aging on dentin bonding. **Amer. J. Dent.**, v.6, p.145-7, 1993.
16. TAGAMI, J., TAO, L., PASHLEY, D.H. Correlation among dentin depth, permeability and bond strength of adhesive resins. **Dent. Mat.**, v.6, p.45-50, 1989.
17. TAO, L., PASHLEY, D.H. The relationship between dentin bond strength and dentin permeability. **Dent. Mat.**, v. 5, p. 133-9, 1989.
18. VAN NOORT, R. et al., The effect of local interfacial geometry on the measurement of the tensile bond strength to dentin. **J. dent. Res.**, v.70, p.889-93, 1991.
19. VAN NOORT, R. et al., A critique of bond strength measurements. **J. Dent. Res.**, v.17, p.61-7, 1989.
20. WANG, T., RYAN, F., SCHONHORN, F. Effect of bonding defect on shear strength in tension of lap joints having brittle adhesive. **J. Appl. Poly Sc.**, v.16, p.1901-9, 1972.

Correspondência: Prof. Ricardo M. Carvalho Dept. of Oral Biology-Physiology, Medical College of Georgia, Augusta, GA,30912-1129, USA.