

EFEITO DA CONCENTRAÇÃO DE MONÔMEROS ÁCIDOS NA ESTABILIDADE DE UNIÃO À DENTINA DE ADESIVOS AUTOCONDICIONANTES

LEAL, Fernanda Barbosa¹; MADRUGA, Francine¹; LIMA, Giana da Silveira²; PIVA, Evandro¹; MORAES, Rafael¹; OGLIARI, Fabrício³

¹Faculdade de Odontologia- Universidade Federal de Pelotas- fernandableal@gmail.com

²Faculdade de Odontologia- Universidade de Várzea Grande

³Faculdade de Engenharia de Materiais- Universidade Federal de Pelotas- ogliari@gmail.com

1. INTRODUÇÃO

Adesivos autocondicionantes são cada vez mais utilizados na odontologia. A abordagem autocondicionante reduz o risco de sensibilidade pós-operatória reduzindo a diferença entre as profundidades de desmineralização (DE MUNCK et al., 2005) e infiltração de monômeros, normalmente associada aos sistemas de condicionamento total. Como os sistemas autocondicionantes são aplicados sobre o substrato seco, também eliminam a etapa de controle da umidade da dentina para a ligação adequada, o que reduz a sensibilidade da técnica de agentes de ligação (MOZNER et al., 2005, VAN MEERBEEK et al., 2005).

Primers autocondicionantes são compostos basicamente por monômeros funcionais ácidos, monômeros hidrofílicos, água e etanol. Os monômeros ácidos são responsáveis pela desmineralização da dentina; a água é necessária para promover a ionização desses monômeros funcionais e permitir o efeito de condicionamento (LIMA et al., 2008, HIRAISHI et al., 2005). Estudos anteriores têm relatado sobre a influência da concentração de água na resistência de união e agressividade do condicionamento dos *primers* autocondicionantes ao esmalte e à dentina (LIMA et al., 2008,2010). O etanol, por outro lado, é adicionado para ajudar na remoção do excesso de água após a aplicação do *primer*. A dentina é um tecido naturalmente úmido; portanto, monômeros hidrofílicos são necessários para melhorar a infiltração da solução no substrato desmineralizado.

Além do efeito da concentração de água, pouco se sabe sobre o efeito da concentração de monômeros ácidos *versus* concentração de monômeros hidrofílicos sobre a resistência de união à dentina. OGLIARI et al. 2008 relataram que a concentração de monômeros ácidos tem um impacto sobre a resistência de união imediata à dentina; no entanto o efeito da concentração de monômeros funcionais sobre a longevidade da adesão é desconhecida. O aumento da concentração de monômeros ácidos pode aumentar a agressividade de condicionamento da solução. No entanto, o aumento da agressividade nem sempre leva a melhora da resistência de união (LIMA et al., 2010), especialmente considerando a estabilidade a longo prazo do substrato condicionado.

Sabendo-se da importância dos monômeros ácidos presentes na composição dos sistemas adesivos autocondicionantes, é necessário determinar a influência da concentração destes na resistência de união à dentina. O objetivo deste estudo foi avaliar o efeito da concentração de monômeros metacrilatos funcionais na estabilidade de união à dentina de um sistema adesivo autocondicionante experimental de dois passos.

2. MATERIAL E MÉTODOS

A síntese de monômeros segue os procedimentos semelhantes aos descritos anteriormente (LIMA et al., 2008, LIMA et al., 2010, OGLIARI et al., 2008). Em resumo, um recipiente de fundo redondo a 0°C foi carregado com cloreto de metileno. Pentóxido de fósforo foi adicionado e a mistura vigorosamente agitada com barra magnética. Com um funil de adição, o monômero dimetacrilato de 1,3 glicerol (GDMA – Esstech Inc., Essington, PA, EUA), dissolvido em cloreto de metileno, foi acrescentado lentamente durante 2h, e a reação prosseguiu à temperatura ambiente. O produto foi filtrado, hidroxitolueno butilado adicionado como inibidor, e o cloreto de metileno foi removido sob destilação utilizando rotavapor. O produto final, uma mistura equimolar de mono- e di-ester fosfatos contendo dois ou quatro grupos metacrilato, respectivamente (GDMA-P). O produto da reação foi utilizado para formulação de *primers* autocondicionantes experimentais.

Seis *primers* autocondicionantes experimentais foram formulados utilizando metacrilato de 2-hidroxietila (HEMA), GDMA-P, etanol e/ou água destilada. GDMA-P foi adicionado em série em substituição ao HEMA. Os *primers* foram rotulados como P₀ a P₁₀₀, de acordo com a concentração de monômero ácido. O pH dos *primers* foi mensurado usando um pHmetro (An2000; Analion, Ribeirão Preto, Sp, Brazil). Uma resina experimental sem carga (AD-50) composta de dimetacrilatos, metacrilatos hidrófilos, fotoiniciadores e estabilizadores foi utilizada como resina de cobertura.

Trinta incisivos bovinos extraídos foram utilizados. As faces vestibulares foram desgastadas para criar uma superfície plana em dentina média. A superfície dentinária foi polida sob refrigeração com lixas de carbetto de silício (SiC) de granulação 600 por 1min para padronizar a lama dentinária. Os espécimes foram aleatoriamente divididos em seis grupos de acordo com o *primer* utilizado. Os *primers* foram aplicados vigorosamente por 30s sobre as superfícies preparadas de dentina com *microbrush* e o solvente evaporado com jato de ar por 10s. Uma camada de adesivo foi aplicada e fotoativada por 20s utilizando diodo emissor de luz com irradiância de 800mW/cm² (Radii; SDI, Bayswater, Victoria, Australia).

Uma restauração de resina foi construída sobre cada superfície dental com incrementos de 2mm de resina composta (Charisma; Heraeus Kulzer, Hanau, Alemanha), sendo cada incremento fotoativado por 20s. Após a armazenagem em água destilada a 37°C, por 24h, os espécimes foram seccionados perpendicularmente à interface de união com disco diamantado para obtenção de corpos de prova de aproximadamente 0,5 mm² de área de secção transversal que foram separados de forma aleatória em três períodos (24h, 6 meses e 1 ano) e armazenados em água destilada a 37°C.

Após cada período de armazenagem os corpos de prova foram fixados em dispositivo para ensaio de microtração em máquina de ensaios mecânicos (DL500; EMIC, São José dos Pinhais, PR, Brazil) a uma velocidade de 0,5 mm/min até a falha. Os resultados da resistência de união foram calculados em MPa. Após o teste, os espécimes fraturados foram cuidadosamente removidos do dispositivo e analisados em microscópio óptico em aumento de 100 e 500× e os modos de falha classificados.

3. RESULTADOS E DISCUSSÕES

O aumento da concentração de monômero ácido está relacionado à diminuição exponencial no pH ($R^2 = 0.999$; $P < 0.001$) como mostrado na Tabela 1.

Tabela 1. Composição e pH dos *primers* experimentais (% massa)

| | P ₀ | P ₁₅ | P ₃₀ | P ₅₀ | P ₇₀ | P ₁₀₀ |
|--------|----------------|-----------------|-----------------|-----------------|-----------------|------------------|
| HEMA | 70 | 55 | 40 | 20 | 0 | 0 |
| GDMA-P | 0 | 15 | 30 | 50 | 70 | 100 |
| Etanol | 15 | 15 | 15 | 15 | 15 | 0 |
| Água | 15 | 15 | 15 | 15 | 15 | 0 |
| pH | 4.6 | 1.3 | 1.1 | 0.9 | 0.8 | * |

* O pH não pode ser mensurado pois o material não apresenta água.

Todos os espécimes dos grupos P₀, P₇₀ e P₁₀₀ descolaram prematuramente. Este achado indica que uma massa de pelo menos 20% de HEMA na composição do adesivo autocondicionante é necessário para adesão à dentina de forma eficaz. O efeito do HEMA é atribuído às suas propriedades polares e pequena dimensão, melhorando as capacidade de molhamento do *primer* e a eficácia de penetração na dentina [7,8], facilitando a penetração posterior da resina de ligação que irá copolimerizar com o *primer*.

A Tabela 2 mostra que após 24h, a resistência de união P₅₀ > P₃₀ = P₁₅. Após 6 meses e 1 ano, P₅₀ = P₃₀ > P₁₅. A resistência de união após 6 meses foi similar a 24h para P₁₅ and P₅₀, mas estatisticamente menor após 1 ano. P₃₀ não mostrou diferença estatística na resistência de união ao longo do período de armazenamento de 1 ano. Isso indica que uma concentração de 15% de monômero ácido não é suficiente para desmineralizar a dentina e obter uma adesão de longa duração. Para P₅₀, apesar de sua maior força de união imediata, a degradação hidrolítica foi mais acentuada em comparação com P₃₀. Este resultado pode ser explicado por uma provável hibridização mais homogênea obtida com o primer contendo 30% de GDMA-P. A alta concentração de GDMA-P no P₅₀ pode tornar esta solução com maior capacidade para desmineralizar a superfície; este efeito, no entanto, poderia tornar mais difícil para a resina de ligação se infiltrar completamente nas irregularidades criadas sobre a dentina. Áreas não infiltradas podem permitir que a água acesse o polímero, aumentando a degradação do conjunto de ligação durante o armazenamento.

Tabela 2. Médias e desvio-padrão de resistência de união (MPa)*

| | 24 horas | 6 meses | 1 ano |
|-----------------|----------------------------|-----------------------------|----------------------------|
| P ₁₅ | 41.8 (11.6) ^{A,b} | 37.6 (10.7) ^{AB,b} | 29.2 (13.4) ^{B,b} |

| | | | |
|-----------------|----------------------------|-----------------------------|----------------------------|
| P ₃₀ | 47.5 (6.4) ^{A,b} | 50.7 (12.9) ^{A,a} | 44.7 (15.1) ^{A,a} |
| P ₅₀ | 58.8 (13.1) ^{A,a} | 53.3 (10.3) ^{AB,a} | 44.5 (12.0) ^{B,a} |

Letras maiúsculas diferentes na mesma linha indicam diferenças no período de armazenamento. Diferentes letras minúsculas na mesma coluna indicam diferença para a concentração de monômero ácido. *Não foi possível testar os espécimes dos *primers* P0, P70 e P100 pois todos descolaram prematuramente durante o corte.

A predominância de falhas mistas foi detectada em todos os *primers* no período de 24h. Após seis meses, P₃₀ e P₅₀ apresentaram predomínio de falha adesiva. Após um ano o modo de falha predominante foi coesiva em dentina para todos os *primers*.

4. CONCLUSÕES

A incorporação crescente de monômero ácido está associada a uma diminuição exponencial do pH de *primers* autocondicionantes. A fração de massa de 50% de monômeros ácidos é um limite a ser adicionado. A resistência de união imediata foi maior para o *primer* com 50% de monômero de ácido, mas o *primer* com 30% obteve os melhores resultados quanto à longevidade da resistência de união.

5. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

DE MUNCK J, VAN LANDUYT K, PEUMANS M, POITEVIN A, LAMBRECHTS P, BRAEM M, et al. A critical review of the durability of adhesion to tooth tissue: methods and results. **J Dent Res** 2005;84:118–32.

HIRAIISHI N, NISHIYAMA N, IKEMURA K, et al. Water concentration in self-etching primers affects their aggressiveness and bonding efficacy to dentin. **J Dent Res** 2005;84:653-8.

LIMA Gda S., OGLIARI FA, DA SILVA EO, et al. Influence of water concentration in an experimental self-etching primer on the bond strength to dentin. **J Adhes Dent** 2008;10:167-72.

LIMA GS, OGLIARI FA, MORAES RR, et al. Water content in self-etching primers affects their aggressiveness and strength of bonding to ground enamel. **J Adhes** 2010;86:937-50.

MOSZNER N, SALZ U, and ZIMMERMANN J, Chemical aspects of self-etching enamel-dentin adhesives: a systematic review. **Dent Mater** 21, 895–910 (2005).

OGLIARI, FA, DA SILVA EO, LIMA Gda S, et al. Synthesis of phosphate monomers and bonding to dentin: esterification methods and use of phosphorus pentoxide. **J Dent** 2008;36:171-7.

VAN MEERBEEK B, VAN LANDUYT K, DE MUNCK J, HASHIMOTO M, PEUMANS M, LAMBRECHTS P, et al. Technique-sensitivity of contemporary adhesives. **Dent Mater J** 2005;24:1-13.