#### UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS

FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE PIRACICABA

SANDRO LUIS BISCARO

Cirurgião-Dentista

# EFEITOS DA DOSE DE RADIAÇÃO X NA RESISTÊNCIA DE UNIÃO DE DIFERENTES SISTEMAS ADESIVOS À DENTINA

Tese apresentada à Faculdade de Odontologia de Piracicaba, da Universidade Estadual de Campinas, para obtenção do Título de Doutor em Radiologia Odontológica.

Orientador: Prof. Dr. Lourenço Correr Sobrinho

PIRACICABA 2009

## FICHA CATALOGRÁFICA ELABORADA PELA BIBLIOTECA DA FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE PIRACICABA

Bibliotecária: Marilene Girello – CRB-8<sup>a</sup>. / 6159

B541e	Biscaro, Sandro Luis. Efeitos da dose de radiação X na resistência de união de
	dif
	'erentes sistemas adesivos à dentina. / Sandro Luis Biscaro
	- Piracicaba, SP: [s.n.], 2009.
	Orientador: Lourenço Correr Sobrinho. Tese (Doutorado) – Universidade Estadual de Campinas, Faculdade de Odontologia de Piracicaba.
	1. Raio X. I. Correr Sobrinho, Lourenço. II. Universidade
	Estadual de Campinas. Faculdade de Odontologia de
	Piracicaba. III. Título.
	(mg/fop)

Título em Inglês: Effect of x-ray radiation dose on the bond strength of different adhesive systems to dentin

#### PALAVRAS-CHAVE EM INGLÊS (KEYWORDS): 1. X-RAY ÁREA DE CONCENTRAÇÃO: RADIOLOGIA ODONTOLÓGICA

Titulação: Título de Doutor em Radiologia Odontológica

Banca Examinadora: Lourenço Correr Sobrinho, Marcelo Gonçalves, Oswaldo Scopin de Andrade, Frab Norberto Boscolo, Mário Alexandre Coelho Sinhoreti

Data da Defesa: 13-02-2009

Programa de Pós-Graduação em Radiologia Odontológica



UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE PIRACICABA



A Comissão Julgadora dos trabalhos de Defesa de Tese de DOUTORADO, em sessão pública realizada em 13 de Fevereiro de 2009, considerou o candidato SANDRO LUIS BISCARO aprovado.

PROF. DR. LOURENÇO CORRER SOBRINHO PROF. DR. MARCELO GONÇALVES DR. OSWALDÓ SCOPIN DE ANDRADE PRO PROF. DR. FRAB NORBERTO BOSC PROF. DR. MARIO ALEXANDRE COELHO SINHORETI

A minha esposa **Márcia** por permanecer ao meu lado nos momentos mais difíceis da minha vida. Que Deus a abençoe.

Aos meus filhos **Natália e Gabriel**, minha razão para viver

Aos meus pais **Luiz Bíscaro e Leontina Leite Bíscaro** meu eterno obrigado por me permitir viver esta vida.

### AGRADECIMENTOS ESPECIAIS

Ao Prof. Dr. Lourenço Correr Sobrinho pelo apoio, orientação, amizade e estímulo para que eu pudesse terminar este trabalho.

Ao Prof. Dr. Frab Norberto Bóscolo pela oportunidade do Doutorado, pela paciência e amizade.

Ao Prof. Dr. Francisco Haiter Neto pela ajuda na minha formação, pelas dicas e orientação nas minhas dúvidas.

À Profa. Dra. Solange Maria de Almeida por estar sempre pronta quando precisei, pela paciência dispensada e oportunidade de crescimento.

Ao Prof. Dr. Mário Alexandre Coelho Sinhoreti pela ajuda na estatística dos resultados deste trabalho

Que Deus dê em dobro a todos vocês tudo que fizeram por mim.

#### AGRADECIMENTOS

À todos os colegas do Doutorado Adriana, Flávia, Débora, Fábio, Andréa Yanikian, Andréa Pontual, Raphael, Márcia, Juliana e Janaína pelo companheirismo e amizade. Espero que voltemos a nos encontrar e desde já desejo a todos vocês muito sucesso na vida. Obrigado.

Aos funcionários da Disciplina de Radiologia Odontológica Roberta, Giselda, Fernando e Waldeck pela amizade e presteza em todos os momentos.

Ao Amigo Engenheiro Marcos Blanco Cangiani, funcionário da Disciplina de Materiais Dentários pela indispensável ajuda no desenvolvimento deste trabalho.

Aos alunos do Doutorado em Materiais Dentários Luciano de Souza Gonçalves e Américo Bortolazeo Correr pela força e orientação neste trabalho.

A todas as pessoas, que eu não tenha lembrado de colocar aqui, mas que participaram de forma efetiva ou não deste trabalho, meu muito obrigado.

A Deus pela vida, pela sabedoria, pela vontade, por todas essas amizades, pela minha família, pela oportunidade de estar nesse corpo físico trabalhando a minha evolução.

Existem apenas duas maneiras de se ver a vida. Uma é pensar que não existem milagres e a outra é que tudo que existe é um milagre.

vi

#### RESUMO

O objetivo neste estudo foi avaliar a influência de diferentes doses de radiação X na resistência de união de restaurações adesivas à dentina, mediadas por sistemas que apresentam diferentes estratégias para união. Foram obtidas superfícies planas de dentina em molares humanos e amostras cilíndricas foram construídas com compósito (Z250, 3M ESPE), para o teste de resistência de união ao microcisalhamento, utilizando três sistemas de união: um adesivo de condicionamento total de dois passos (Single Bond 2 - SB2, 3M ESPE), um autocondicionante de dois passos (Clearfil SE Bond - CSE, Kuraray) e um autocondicionante de passo único (Adper Prompt – ADP, 3M ESPE). As amostras foram separadas em 4 grupos (n= 10), de acordo com a dose de radiação X: 0 (controle), 5, 35 ou 70 Gy. A radiação foi direcionada para a superfície dos cilindros de compósito. O teste de microcisalhamento foi realizado após 24 h, e os modos das falhas classificadas com aumento de 200x. Os dados foram submetidos à Análise de Variância dois fatores e teste de Holm-Sidak's (p < 0,05). Uma análise de regressão não-linear foi conduzida com "resistência de união" como variável dependente. Os resultados de resistência de união (MPa) foram dose e material dependentes. SB2: controle > 5 = 35 > 70; CSE: controle = 5 > 35 = 70; ADP: controle = 5 = 35 = 70. Generalizando, SB2 > CSE > ADP. A análise de regressão não-linear mostrou que, em geral, um aumento na dose de radiação promoveu diminuição na resistência de união ( $R^2 < 0.905$ ). Os modos de falhas foram dependentes do sistema de união, mas, em geral, não houve influência significativa da radiação. Concluindo, a radiação-X apresentou um efeito dosedependente significativamente negativo na adesão à dentina.

Palavras-Chave: Sistemas adesivos, resistência de união, dentina, radiação, raio X.

#### ABSTRACT

This study investigated the influence of different x-ray radiation doses on the bond strength of adhesive restorations to dentin mediated by systems presenting distinct bonding strategies. Flat dentin surfaces in human molars were obtained and cylinder-shaped specimens for the microshear bond test were build-up with a composite (Z250, 3M ESPE), using three adhesive systems: a total-etch, two-step (Single Bond 2 - SB2, 3M ESPE), a self-etching, two-step (Clearfil SE Bond -CSE, Kuraray), or a self-etching, single step (Adper Prompt – ADP, 3M ESPE). The specimens were assigned to 4 groups (n = 10), according to the x-ray dose: 0 (control), 5, 35 or 70 Gy. Radiation was directed to the surface of the resin cylinders. Microshear testing was conducted after 24 h, and the failure modes classified under magnification (200x). Data were submitted to two-way ANOVA and Holm-Sidak's test (p<0.05). A non-linear regression analysis was carried out with 'bond strength' as dependent variable. Bond strength results were dose- and material-dependent. SB2: control > 5 = 35 > 70; CSE: control = 5 > 35 = 70; ADP: control = 5 = 35 = 70. Generally, SB2 > CSE > ADP. The non-linear regression plots showed that in general, an increase in radiation dose may predict a decrease in bond strength ( $R^2 \le 0.905$ ). Failure modes were dependent on the bonding system, generally with no significant influence of radiation. X-ray radiation presented a significant, dose-dependent detrimental effect on the bond to dentin. **Keywords,:** adhesive systems, bond strength, dentin, radiation, x-ray.

# SUMÁRIO

1 – INTRODUÇÃO	1
2 – REVISÃO DA LITERATURA	
3 – PROPOSIÇÃO	
4 – MATERIAIS E MÉTODOS	
<ul> <li>4.1 – Materiais</li></ul>	34 35 36 39 45 47 48 48 50
	00
6 – DISCUSSÃO	
7 – CONCLUSÂO	
REFERÊNCIAS	
ANEXO	

### 1 – INTRODUÇÃO

Nos últimos anos, a Odontologia restauradora tem buscado uma melhora na adaptação entre o material restaurador e as paredes cavitárias, tentando diminuir a microinfiltração e aumentar a longevidade das restaurações. A qualidade da adesão está diretamente relacionada à eficiência da penetração dos monômeros nos espaços interfibrilares, ao completo envolvimento pela solução adesiva das fibras colágenas expostas pelo condicionamento ácido e ao grau de conversão do adesivo (Pashley *et al.* 2000).

Inicialmente, a técnica de adesão empregava o condicionamento com ácido fosfórico, seguido pela aplicação do primer e do adesivo. Com a finalidade de diminuir as dificuldades da técnica e simplificar os procedimentos de aplicação dos adesivos, foi desenvolvido um sistema no qual os primers autocondicionantes compostos por monômeros ácidos são aplicados sobre a dentina e posteriormente aplicado o adesivo.

Algum tempo atrás foi introduzido um sistema adesivo de passo único denominado de auto-condicionante. Esses adesivos promovem o condicionamento, infiltração e adesão num único procedimento (Tay & Pashley 2001). A técnica é estabelecida pela desmineralização e penetração de seus monômeros concomitantemente, evitando o colapso das fibrilas de colágeno pela secagem com ar e a ocorrência de fibrilas desprotegidas pela resina aplicada (Watanabe *et al* 1994, Tay & Pashley 2001, Carvalho *et al* 2005).

Paralelamente pesquisas têm sido feitas no desenvolvimento de resinas compostas buscando melhorias nas propriedades físicas, químicas e estéticas,

pois há diversos fatores aos quais os materiais restauradores estão expostos, que podem afetar suas propriedades físicas e mecânicas causando degradação (Lovell *et al.* 2001, Sideridou *et al.* 2002). Além disso, sabe-se que as propriedades mecânicas dos adesivos podem influenciar a interface de união e podem estar relacionadas com a longevidade das restaurações.

Porém, pouco se sabe da influência da radiação X, proveniente de exames para o radiodiagnóstico ou radioterapia, nos compósitos e sistemas adesivos (Ferracane *et al.* 1985; Von Fraunhofer *et al.* 1989; Curtis *et al.* 1991; Haque *et al.* 2001; Behr *et al.* 2006). A radioterapia de tumores malignos nas regiões de cabeça e pescoço com raio-X é baseada no fornecimento de dose de radiação mínima à tumores de massa, pois tem sido descrito que a maioria das complicações orofaciais são dose-dependentes (Rothwell, 1987). As fontes de energia utilizadas podem ser obtidas por aparelhos que emitem raios X e elétrons, ou a partir de fontes de isótopos radioativos, como por exemplo, pastilhas de cobalto-60, as quais emitem raios gama. Os equipamentos que produzem raios X e elétrons utilizados em radioterapia são chamados de aceleradores lineares. Portanto, na prática odontológica, além dos tecidos sadios, cariados e escleróticos, o esmalte e dentina irradiados também podem ser substratos para procedimentos de união.

O esmalte irradiado foi mostrado ser mais vulnerável ao condicionamento ácido (Grotz *et al.* 1998) e apresentou diminuição nas propriedades mecânicas (Franzel *et al.* 2006). Com relação à dentina irradiada, foram descritas reduções significativas na dureza (Franzel *et al.* 2006 e Kielbassa *et al.* 1997), na estabilidade da junção amelodentinária (Pioch *et al.* 1992) e na resistência ao

desgaste (Davis 1975). Além disso, os danos das fibrilas colágenas pela irradiação (Cheung *et al.* 1990) poderiam interferir com a resistência de união à dentina (Pioch *et al.* 1992).

Estudos prévios avaliaram a influência da radiação antes de procedimentos restauradores adesivos (Gernhardt *et al.* 2001; Sperandio *et al.* 2001; Behr *et al.* 2005A, 2005b, 2005c, 2006; Bulucu *et al.* 2006). Entretanto, procedimentos restauradores podem ser realizados em pacientes com tumores antes e após a irradiação. Tem-se sugerido que restaurações com compósito podem mostrar menor longevidade em pacientes irradiados (Gernhardt *et al.* 2001). Langel e Louro 1986, Von Fraunhofer *et al.* 1989, Curtis *et al.* 1991 e Haque *et al.* 2001 demonstraram que as propriedades físicas e mecânicas dos materiais odontológicos resinosos sofrem alterações quando são submetidos a radiação ionizante. Entretanto, nenhum tipo de avaliação foi realizada na interface denterestauração verificando a eficiência dos sistemas adesivos.

Por outro lado, não se sabe se as restaurações odontológicas irradiadas podem ter tempo de vida útil reduzida quando comparada às restaurações nãoirradiadas. Além disso, faltam na literatura estudos relacionados aos efeitos combinados de diferentes doses de radiações e estratégias de adesão na resistência de união de restaurações em compósito.

Assim, o estudo teve como objetivo avaliar o efeito de diferentes doses de radiação-X na resistência de união de restaurações com compósitos unidos a dentina.

## 2 – REVISÃO DA LITERATURA

Davis, em 1975, verificou a hipótese de que os dados de abrasividade são independentes de quaisquer alterações que possam ocorrer na matriz dentinária, como resultado das condições de armazenagem e irradiação das amostras de dentina antes do ensaio de abrasão. Foram utilizados 12 incisivos humanos, que foram divididos em 2 grupos. Metade dos dentes foram armazenados em água destilada por 1 mês, e durante este tempo eles foram irradiados e a abrasividade da dentina verificada utilizando diferentes pastas abrasivas. A resistência ao desgaste e a dureza Knoop dos dentes não-irradiados foi verificada antes e após a armazenagem em água destilada por 28 dias. Os resultados mostraram que a resistência ao desgaste diminuiu após a irradiação cerca de 25%. Para os dentes não-irradiados, o desgaste aumentou e a dureza Knoop diminuiu após armazenagem em água destilada por 28 dias.

Ferracane, em 1985, realizou um estudo onde verificou a correlação entre a dureza knoop e o grau de conversão (GC) de duplas ligações de carbono. A correção foi determinada por infra-vermelho, durante a reação de presa de três resinas compostas sem carga. Segundo o autor do estudo os resultados obtidos com a resina composta mostrou que o aumento na dureza Knoop está bem correlacionado com o aumento de GC durante a reação de presa. Entretanto, um número absoluto de dureza não pode ser usado para predizer o GC quando diferentes resinas compostas são comparadas. As duas técnicas usadas para

determinação do grau de polimerização das resinas compostas não podem ser usadas de maneira 'intercambiável', pois cada técnica é sensível a diferentes variáveis.

Em 1986, foi investigada por meio da técnica de Ressonância Paramagnética de Elétrons (RPE), por Langel e Louro, a ação da radiação X e gama, induzindo radicais livres no compósito odontológico Adaptic (Bis-GMA, Bis-GMA e TEDMA). Os corpos-de-prova do material foram confeccionados e irradiados com raios X (PW 2184 Philips, 50Kv e 10mA) com as seguintes taxas de absorção: 7,5 e 9,0Gy, e outro grupo com raios gama (unidade de terapia Gamatron-S) com as taxas de absorção: 15,5 e 31,6Gy. Os espectros foram obtidos por meio do RPE. Os resultados do estudo mostraram que os raios X e gama produzem radicais livres no compósito, porém os raios gama são sete vezes mais eficientes na produção de radicais livres do que os raios X.

Rothwell, em 1987, relatou que a radioterapia de tumores malignos de cabeça e pescoço frequentemente causa alterações extensas e permanentes nas glândulas salivares, osso alveolar periodontal e estruturas mucosas. A prática odontológica negligente e inapropriada pode causar complicações. O autor realizou uma revisão dos possíveis efeitos colaterais da radioterapia, bem como estratégias para o tratamento odontológico de pacientes programados para continuar a radioterapia.

Von Fraunhofer et al. estudaram, em 1989, por meio de testes físicos a ação da radiação gama em cinco materiais restauradores odontológicos. Foram utilizados o amálgama e quatro compósitos, sendo um de polimerização química e três fotoativados. Foram aplicadas doses crescentes de radiação de 2Gy a 80Gy. Os resultados demonstraram que a resina quimicamente ativada e o amálgama não apresentaram alteração estatisticamente significativa. Porém, alterações foram observadas nas propriedades físicas das resinas fotoativadas, de acordo com o aumento da dose de radiação. Foi observado também aumento linear na dureza das resinas fotoativadas, com o aumento da dose, sendo que o coeficiente para relação linear foi maior que 0,9 em todos os casos. Concluindo, a radiação promoveu alterações nos materiais analisados, sendo que nos compósitos fotoativados as alterações foram estatisticamente significativas. Além disso, ocorreu aumento da dureza, que contribuiu para diminuir a absorção de água e a solubilidade. Segundo os autores, esse comportamento frente à irradiação poderia ser benéfico para o material.

Cheung *et al.*, em 1990, observaram como as moléculas de colágeno são danificadas pela radiação γ (Gama), por doses geralmente utilizadas para esterilização de produtos biomédicos. Com 1 Mrad, enquanto a efetividade da radiação com baixa dosagem para esterilizar completamente um material é questionável, menos dano foi causado a estrutura de peptídeos colagenosos. Acima desta dosagem, entretanto, danos significativos foram claramente observados em colágenos isolados ou em uma matriz com ligações cruzadas. O

estudo de digestão enzimática mostrou que o material exposto à dosagem muito alta de radiação resistiu à degradação pela pronase. Entretanto, a análise do peso molecular mostrou um número significativo de clivagem pela radiação entre as ligações peptídicas, que poderiam causar alterações consideráveis a longo prazo nas características do material. Portanto, os tecidos expostos a altas dosagens de radiação γ deveriam ser avaliados para alterações funcionais a longo prazo. Os autores alertaram quanto à utilização do modelo de degradação enzimática como um teste universal para todos os derivados bioprotéticos dos tecidos biológicos.

Jansma *et al.*, em 1990, avaliaram as propriedades de permeabilidade do esmalte bovino, realizando medidas de impedância complexas e experimentos de difusão de radioisótopos antes e após o esmalte ser submetido a irradiação com raio-X em dose única de 72 Gy. Os autores observaram que as medidas de impedância e os experimentos de difusão não apresentaram alterações significativas na permeabilidade do esmalte bovino.

Os efeitos da radiação gama em três compósitos para restaurações anteriores, dois fotoativados (p-50/3M e Silux Plus/3M), um quimicamente ativado (Concise/3M) e um compósito para restaurações posteriores fotoativado (Valux/3M), foram analisados num estudo *in vitro* por Curtis Jr. *et al.* em 1991. Após a confecção, os corpos-de-prova foram expostos a 1, 5, 10, 20, 50 e 80Gy de radiação  $\gamma$  por uma fonte de cobalto-60. Um grupo de cada material não foi irradiado servindo como controle. As amostras foram submetidas a 100, 200, 300,

400 e 500 ciclos de desgaste em um aparelho abrasivador. A espessura de cada corpo-de-prova foi mensurada em três pontos aleatórios antes e após o ensaio de abrasão. Os resultados do estudo indicaram que não houve efeitos sobre as características de abrasão dos compósitos odontológicos investigados quando eles foram expostos a irradiação gama. Assim, a radiação gama não promove efeito danoso na resistência à abrasão de compósitos usados como materiais restauradores.

Pioch et al., em 1992, verificaram a influência dos raios gama ionizantes na estabilidade da junção dentina-esmalte. O esmalte da superfície vestibular de 30 incisivos bovinos foi removido até a junção dentina-esmalte, de modo que uma área circular de esmalte com 2 mm de diâmetro foi deixada e um cilindro de esmalte foi criado. Quinze dentes foram irradiados com fonte de Cobalto-60 (dose de energia de 70Gy). Os outros 15 dentes não receberam irradiação (controle). A resistência ao cisalhamento foi verificada pela quebra dos cilindros de esmalte e os modos de falha foram verificados em microscopia eletrônica de varredura (SEM). A comparação dos resultados de resistência ao cisalhamento mostrou que a estabilidade na região da junção dentina-esmalte foi significativamente menor entre os dentes irradiados em relação aos dentes sem irradiação. O valor médio de resistência ao cisalhamento para os dentes submetidos à radiação gama foi 19,1 MPa e dos dentes não irradiados 37,4 MPa. Os dentes não-irradiados apresentaram superfícies fraturadas somente na dentina em 10 casos e em 5 casos na dentina e esmalte. Entretanto, os dentes irradiados apresentaram superfícies fraturadas somente na dentina em 12 casos e em 3 casos na dentina e

esmalte. Os autores concluíram que alterações nas propriedades biofísicas dos dentes pode ser causada pela radiação ionizante.

Watanabe et al., em 1994, verificaram através da microscopia eletrônica de transmissão, a penetração de um sistema resinoso experimental através da camada de smear layer (SL) da dentina subjacente para formar uma camada híbrida que inclui a SL e a matriz de dentina subjacente. Trinta dentes bovinos foram preparados até a exposição de uma área plana de dentina. Após o desgaste, os dentes foram separados em 6 grupos, de acordo com o "primer" experimental utilizado: 0, 5, 10, 20, 30, ou 40% (grupos A, B, C, D, E e F, respectivamente) de Phenyl-P em 30% HEMA (% peso em água). As soluções foram aplicadas por 1 minuto antes do adesivo experimental. Em seguida, um cilindro de PMMA foi unido perpendicularmente ao adesivo para análise da resistência de união à tração. Para análise da penetração do adesivo, foram utilizados dentes bovinos, fraturados ou desgastados para formação da SL leve ou compacta (desgaste com lixa de granulação 180 e 60, respectivamente). Após o preparo da dentina, foram aplicadas as mesmas soluções "primers" utilizadas no teste de resistência de união. As amostras foram preparadas para microscopia eletrônica de transmissão e determinação da penetração do adesivo. Os resutados mostraram que a maior resistência de união foi obtida pelo grupo D (10,4 MPa). A microscopia eletrônica de transmissão mostrou que as amostras do grupo D desmineralizaram a dentina pela dissolução parcial do conteúdo mineral ao redor do colágeno. Quando aplicado à SL, este sistema resinoso desmineralizou a SL e a incorporou em seu interior. O adesivo penetrou pouco na

dentina e criou uma camada híbrida que continha a SL original. Os autores concluíram que a aplicação desta solução "primer" oferece muitas vantagens, permitindo que uma única solução seja condicionador e *primer*.

Kielbassa et al., em 1997, avaliaram o efeito da irradiação na microdureza da dentina. Blocos de dentina da região cervical de incisivos bovinos foram divididos em 4 grupos de acordo com os tratamentos: grupo 1 - sem irradiação (controle); grupo 2 - irradiação das amostras até 60 Gy (2Gy/dia, 5 dias/semana); grupo 3 - sem irradiação, mas com fluoretação das amostras por 5 min/dia; e, grupo 4 - irradiação das amostras e fluoretação diária. A dureza Knoop das amostras do grupo controle foi de 62,63 KHN sendo significativamente superior as amostras de dentina irradiada 8,74 KHN. A dureza das amostras de dentina fluoretada foi 11,19 KHN para o grupo das amostras não-irradiadas e 10,03 KHN no grupo irradiado, respectivamente. Os autores concluíram que a dentina é severamente afetada pela irradiação. Isto poderia ser uma explicação para o efeito colateral frequentemente observado da irradiação como perda de esmalte, formação de fenda na junção amelodentinária e cáries na região cervical. A fluoretação com géis ácidos diminuiu a microdureza da dentina e não preveniu o amolecimento causado pela irradiação quando a saliva está ausente.

Grötz *et al.*, em 1998, verificaram o efeito da radiação sobre as características morfológicas do esmalte humano. As amostras foram divididas em 5 grupos: grupo 1 - Dentes sadios (controle) n=10; grupo 2 – amostras de esmalte após aplicação de altas dosagens de radiação in vitro (500-2500 Gy) n=10; grupo

3 - após aplicação de irradiação experimental in situ (60 Gy) n=20; grupo 4 - com dentes de paciente que passaram por tratamento com radioterapia para tratamento de câncer (36 Gy) n=20; e, grupo 5 - com dentes que apresentaram cáries após a radioterapia tratamento de câncer (60 Gy) n=20. As superfícies do esmalte vestibular dos dentes foram expostas a desmineralização in vitro por gel de ácido lático pH=5,0. Cada amostra foi analisada histologicamente com microscopia de varredura com laser confocal (CLSM) após 90, 180 e 270 minutos de interação com o ácido. Os dados foram interpretados micromorfometricamente (largura da área desmineralizada) e micromorfologicamente. A largura da área desmineralizada variou entre os dois grupos irradiados in vivo (grupos 4 e 5) e os dentes irradiados in vitro com altas doses sendo significativamente diferente do grupo controle. A imagem histológica da desmineralização nas áreas subsuperficiais nos dentes dos pacientes que sofreram radioterapia é caracterizada pela total perda da estrutura prismática (substância amorfa homogênea). Os autores concluíram que houve diferenças micromorfométricas significativas no comportamento de desmineralização do esmalte irradiado. Obviamente, o esmalte é menos resistente ao ataque ácido após a irradiação.

Em 1998, Phrukkanon, Burrow e Tyas estudaram uma técnica de união utilizando uma pequena área de superfície com o objetivo de determinar se a área de superfície pode influenciar os valores de resistência de união. Foram utilizados 60 molares, divididos em 4 grupos (n=15) de acordo com o sistema adesivo empregado (Scotchbond MP Plus, OptiBond FL, OptiBond Solo e One-Step). Cada grupo foi dividido em 3 subgrupos (n=5) para o preparo das amostras com

diferentes diâmetros (1,2 mm, 1,4 mm e 2,0 mm), formando diferentes áreas de superfície (1,1 mm<sup>2</sup>, 1,5 mm<sup>2</sup> e 3,1 mm<sup>2</sup>). Metade das amostras foi submetida ao ensaio de resistência à tração, e a outra metade ao ensaio de cisalhamento. Para o ensaio de cisalhamento as amostras foram desgastadas lentamente, de modo a reduzir as tensões criadas durante o corte, com a finalidade de obter cilindros de resina/dente, de acordo com o diâmetro desejado. Para o ensaio de resistência à tração as amostras foram desgastadas em forma de ampulheta com os mesmos diâmetros utilizados para o ensaio de cisalhamento. Após o ensaio de resistência à fratura as amostras foram examinadas em microscópio eletrônico de varredura para classificar as falhas: tipo 1 - adesiva entre resina e dentina; tipo 2 parcialmente adesiva entre resina de união e dentina e parcialmente coesiva na resina de união; tipo 3 - parcialmente coesiva na dentina; tipo 4 - coesiva na resina de união. Os resultados mostraram que a correlação entre a resistência de união e área de superfície foi alta. Houve diferença estatística entre o ensaio de resistência ao cisalhamento e à tração, somente para o sistema de união OptiBond Solo. Não houve diferença estatística entre os padrões de falhas quando as amostras foram submetidas ao ensaio de resistência ao cisalhamento e à tração. Entretanto, houve diferença estatística entre os padrões de falha para os diferentes diâmetros das amostras. Os autores concluíram que os ensaios empregados neste estudo podem ser utilizados, obtendo-se resultados similares.

Pashley *et al.*, em 2000, desenvolveram um macromodelo da camada desmineralizada de dentina que é formada após o condicionamento ácido e determinaram se a quantidade de HEMA absorvida foi eliminada pela secagem

com ar. A hipótese testada foi que o HEMA absorvido pela dentina desmineralizada depende do grau de expansão da rede de fibrilas colágenas. Cubos de dentina (2 x 2 x 2mm) foram preparados na dentina coronária de terceiros molares humanos. Eles foram inseridos em 100% de HEMA até 1000 minutos, removidos e secados para eliminar o excesso de HEMA. O HEMA aflorado na superfície de cada cubo foi removido em 2 ml de água por 1 h de agitação. O HEMA foi quantificado espectrofotometricamente. Os cubos de dentina foram desmineralizados em 0,5 MEDTA por 10 dias e o HEMA aflorado na superfície remensurado em 1, 10, 100 e 1000 minutos. Em seguida, os cubos foram secos com ar e o HEMA aflorado na superfície remensurado. Após a reexpansão das amostras em água, os cubos foram enrijecidos em concentrações ascendentes de acetona até 100% e deixados ao ar para secar novamente em estado mais expandido e o HEMA aflorado na superfície remensurado. Após a rehidratação, os cubos de dentina foram condicionados com ácido fosfórico 37% por 1 ou 10 minutos e o HEMA aflorado na superfície remensurado. Antes da desminerallização, pouco HEMA (4,8 x 10<sup>-7</sup> moles min<sup>-3</sup>) na superfície da dentina aflorou em relação a superfície após a desmineralização quando a absorção por 10, 100 e 1000 minutos de 27,4; 43,8 e 51,4 x 10<sup>-3</sup> moles min<sup>-3</sup>. O condicionamento ácido por 1 ou 10 minutos não teve efeito significativo na absorção do HEMA. A secagem com ar promoveu contração volumétrica de 72%, com redução de 97% na absorção. Quando a matriz desmineralizada foi enrijecida em acetona antes da secagem com ar, a contração volumétrica foi de 27% e a absorção de HEMA diminuiu somente 16% comparado com a condição úmida totalmente expandida. Os resultados suportaram a hipótese de que a absorção de

HEMA pela dentina desmineralizada depende do grau de expansão da matriz dentinária.

Em 2001, Gernhardt et al. avaliaram a resistência de união à tração de quatro sistemas adesivos dentinários à dentina humana irradiada, simulando tratamento radioterápico, e não irradiada. Foram utilizados 120 dentes humanos hígidos, dos quais 60 deles foram irradiados com dose total de radiação de 60Gy, aplicadas em doses fracionadas de 2Gy, 5 dias por semana, durante 6 semanas, enquanto os demais dentes permaneceram sem irradiação. Os dentes irradiados ou não foram desgastados na superfície oclusal para expor área de dentina e divididos em 4 grupos (n=15), sobre a qual foram aplicados para cada condição: Grupo A - Scotchbond 1; Grupo B - Solobond Plus; Grupo C - Prime&Bond 2.1; Grupo D - Syntac. Todos os sistemas de união foram aplicados segundo as recomendações do fabricante. O compósito Tetric Ceram foi aplicado e as amostras submetidas ao ensaio de resistência de união à tração. Os resultados mostraram que não houve diferença estatisticamente significativa entre os grupos irradiados e o grupo controle. A comparação entre os sistemas de união mostrou que o Scotchbond 1 apresentou valores de resistência de união à tração estatisticamente superior em relação ao Solobond Plus e Prime&Bond 2.1. Para os grupos irradiados os sistemas de união Scotchbond 1 e Prime&Bond 2.1 apresentaram valores de resistência de união à tração estatisticamente superiores ao Solobond Plus (p<0,05). Os autores relataram que as alterações na dureza, estrutura cristalina e matriz de colágeno, provocadas pela irradiação, não promoveram efeito na resistência de união destes sistemas à dentina. Os autores

concluíram que os procedimentos restauradores adesivos podem ser utilizados com sucesso em pacientes irradiados devido ao câncer de cabeça e pescoço.

Em 2001, Haque *et al.* estudaram o aumento da resistência mecânica e alterações moleculares de resinas dentárias à base de UDMA quando expostos à radiação gama e íons de C12. Nesse estudo, as resinas foram preparadas sem carga, apenas para analisar a reação do monômero quando irradiado, e as análises foram feitas por ensaios mecânicos e análises espectrométricas. A irradiação foi feita com a dose 640Gy de raios gama e de íon C12 de um gerador Síncroton. Analisaram-se as amostras no intervalo de 6 a 576 horas após a irradiação, comparando com o controle sem irradiação. Os resultados mostraram diferenças mecânicas e químicas nos corpos irradiados com íons de C12 e com raios gama. A radiação promoveu aumento nas propriedades mecânicas, sendo que o C12 mostrou melhor eficiência para melhora desses materiais. Os autores concluíram que a melhora nas propriedades mecânicas observadas no material foi devido ao aumento no grau de conversão da resina pela reticulação das moléculas de carbono.

Lovell *et al.*, em 2001, avaliaram o efeito da taxa de polimerização nas propriedades mecânicas da resina experimental a base de dimetacrilato (75/25 wt%, bis-GMA/TEGDMA). A taxa de polimerização e o grau de conversão final das amostras usadas para o ensaio das propriedades mecânicas foram monitoradas por espectroscopia de infravermelho (IR). A temperatura de transição do vidro T(g) e o módulo, em função da temperatura foram analisadas através da análise

mecânica dinâmica (DMA). Sistemas iniciadores foram empregados para promover uma polimerização parcial sem qualquer tipo de radical. A eliminação dos radicais do sistema pode ser caracterizado em função das temperaturas e das ligações cruzadas sem indução temperatura adicional durante a polimerização. Amostras do co-polímero foram polimerizadas com ultra-violeta e luz visível. A intensidade da luz ultravioleta variou em quatro magnitudes, sendo que a temperatura diferiu em 60° C. A taxa de polimerização dessas resinas foi diferente. Similar T(g) e módulo foram medidos nas amostras polimerizadas para o mesmo grau de conversão. Assim, os autores concluíram que a alta quantidade de ligações cruzadas de sistemas a base de dimetacrilato, como bis-GMA/TEGDMA mostraram similar estrutura e propriedades em função do grau de conversão das ligações duplas, métodos e taxas de polimerização.

Em 2001, Sperandio *et al.* avaliaram o efeito da radiação gama na resistência de união do compósito resinoso Z100 à dentina e na sua morfologia de superfície. Para o ensaio de resistência ao cisalhamento, foram utilizados 40 prémolares que tiveram suas raízes removidas na junção cemento-emalte. As coroas foram aleatoriamente divididas em 2 grupos (n=20). No grupo controle, as coroas foram armazenadas em solução salina e no grupo experimental as amostras foram submetidas à radiação gama com 25 KGy, por 6 h. Após o condicionamento da dentina com ácido fosfórico 35% e aplicação do agente adesivo Scotchbond, o compósito Z100 foi aplicado ao dente e as amostras foram submetidas ao ensaio de cisalhamento. Para análise da microscopia eletrônica de varredura foram utilizados 4 molares, onde foram realizadas duas secções perpendiculares ao

longo eixo, obtendo-se 4 fragmentos. Dois foram armazenados em solução salina e dois, submetidos à radiação gama. Os resultados mostraram não haver diferença estatística entre os grupos irradiados e não irradiados, tanto para resistência ao cisalhamento quanto para morfologia da superfície.

Tay e Pashley, em 2001, avaliaram em microscopia eletrônica de transmissão (TEM) a agressividade de três sistemas adesivos auto-condicionantes em penetrar a "smear layer" (SL) dentinária com diferentes espessuras. Discos de dentina de terceiros molares humanos extraídos foram utilizados. No grupo controle, a superfície dentinária média foi criofraturada para criar superfície de união que estava ausente de SL. Os dentes experimentais foram polidos com lixas SiC de granulação 600 ou 60 para promover superfície de união com SL fina e espessa. Três sistema de adesivos auto-condicionantes foram utilizados: Clearfil Mega Bond (Kuraray), Non-Rinse Conditioner/Prime&Bond NT (Dentsply DeTrey) e Prompt L-Pop (ESPE). As amostras unidas foram desmineralizadas e incluídas em resina epóxica para exame em TEM. Para o sistema adesivo Mega Bond, foram encontradas camadas híbridas finas autênticas entre 0,4 e 0,5mm de espessura. SL e "smear plugs" (SP) foram retidos como parte do complexo hibridizado. Para o sistema de adesivo Non-Rinse Conditioner/Prime&Bond NT, as camadas híbridas autênticas apresentaram entre 1,2 e 2,2mm de espessura. SL e SP foram completamente dissolvidos na dentina com a SL fina, mas foram parcialmente retidos como parte do complexo hibridizado onde a camada híbrida era espessa. Para Prompt L-Pop, as camadas híbridas autênticas apresentaram entre 2,5 e 5mm de espessura e a SL e SP foram completamente dissolvidos

mesmo na dentina com SL espessa. Os sistemas adesivos convencionais podem ser classificados como médios, moderados e agressivos. Essa classificação é baseada na capacidade de penetração na SL dentinária e na profundidade de desmineralização dentinária. O sistema mais agressivo solubilizou completamente a SL e o SP e formou camada híbrida com espessura próxima da dentina condicionada com ácido fosfórico.

Em 2002, McDonough et al. avaliaram um novo desenho para o teste de microcisalhamento, com o objetivo de obter testes de resistência de união mais precisos e confiáveis. Para este estudo foram utilizados molares humanos que foram seccionados obtendo-se duas fatias. Destas fatias foram utilizadas duas regiões do esmalte (cúspide e coroa média) e três regiões da dentina como substratos para o teste de resistência de união ao microcisalhamento. Cada dente foi seccionado de três formas: horizontalmente, axialmente e obliguamente. Após a obtenção das fatias, metade das amostras foi tratada com sistema de união convencional (ácido fosfórico + Clearfil Photo Bond) e a outra metade com sistema de união autocondicionante (Clearfil Liner Bond 2V Primer + Clearfil Liner Bond 2V Bond Liquid A). Após o procedimento de união, um tubo Tygon com diâmetro interno de 0,7 mm e altura de 0,4 mm foi preenchido com compósito de baixa viscosidade Clearfil Protect Liner-F. O compósito foi fotoativado por 60 s e após armazenagem por 24h a 37°C, submetido ao ensaio de resistência ao microcisalhamento. Os resultados mostraram que a resistência de união ao cisalhamento foi dependente dos materiais de união, da região da estrutura dental e da orientação empregada no seccionamento da estrutura dental. Para o sistema

de união convencional utilizado (condicionamento ácido + Clearfil Photo Bond) quando os prismas de esmalte eram orientados axialmente à superfície de união, os valores de resistência de união foram estatisticamente inferiores comparados à superfície de esmalte onde os prismas eram orientados horizontalmente ou obliguamente. Entretanto, não houve diferença estatística entre as superfícies do esmalte testadas quando o sistema autocondicionante foi utilizado. Para a dentina, o sistema de união autocondicionante produziu médias de resistência de união estatisticamente superiores ao sistema de união convencional. Não houve diferença estatística entre as diferentes regiões dentinárias para os dois sistemas de união, exceto para o sistema convencional, entre a região de cúspide e radicular. Os autores realizaram análise de elemento finito para verificar se durante o ensaio de microcisalhamento forças de tração eram induzidas na área de união. A análise mostrou que diminuindo o comprimento (altura) da amostra, há aumento das tensões de cisalhamento em relação às tensões de tração. Outro fator verificado foi de que guanto menor a carga utilizada para o teste, maior será a indução de tensões de trações devido à concentração de tensões na amostra. Os autores concluíram que o teste de microcisalhamento é válido e pode ser empregado para o estudo da resistência de união entre compósito e o substrato dental, podendo ser utilizado em diversas regiões do elemento dental.

Wang e Spencer, em 2002, desenvolveram um método para determinação quantitativa do grau de penetração do adesivo na interface a/d (adesivo/dentina) utilizando Microespectroscopia Confocal Raman (MCR). No estudo foram utilizados três sistemas adesivos dentinários comerciais (Scotchbond Multipurpose

Plus (SBMP+), Single Bond (SB) e Primer Bond NT (PBNT)), todos utilizam a técnica úmida. Amostras de dentina humana tratadas com estes adesivos foram analisadas em MCR para mapeamento da interface a/d. Além disso, espectros Raman foram coletados em modelos de misturas de adesivo/colágeno tipo I, e as intensidades relativas das bandas Raman, correspondentes ao adesivo e colágeno foram utilizadas para construção da curva de calibração. Comparando as bandas Raman da interface das amostras das curvas de calibração, foi determinada a porcentagem de adesivo em função da posição espacial dentro da interface a/d. Os resultados mostraram que não há diminuição gradual na penetração em função da posição para todos os sistemas adesivos testados, enquanto o gradiente de concentração do adesivo diminui nesta ordem: SBMP+ > SB > PBNT. Estas diferenças na penetração dos três sistemas adesivos na interface a/d também são relacionadas à composição e separação de fases nos adesivos. Além disso, os resultados indicaram que o MCR é uma técnica analítica in situ confiável para determinações quantitativas simples e rápidas da penetração de adesivo na interface a/d com a dentina preparada.

Sideridou *et al.*, em 2003, prepararam resinas a base de polimetilmetacrilato fotoativadas pelo Bis-GMA, TEGDMA, UDMA ou Bis-EMA, tendo como iniciador a canforoquinona. O estudo avaliou as propriedades físicas dessas resinas e mostrou que o TEGDMA cria um polímero mais denso, o qual entretanto, é mais flexível (0,74GPa), absorve alta quantidade de água (6,33%) e libera alta quantidade de monômero não reagido (2,41 microg/mm). UDMA e Bis-EMA promoveram alta rigidez, o qual absorve pouca água e libera alta quantidade de

monômero não reagido do que TEGDMA. Bis-EMA absorve baixa quantidade de água (1,79%) e libera alta quantidade de monômero não reagido (14,21 microg/mm). Copolímeros do Bis-GMA com outros monômeros foram também preparados, usando várias combinações e taxa molar. Copolímeros Bis-GMA/TEGDMA (50/50 e 70/30 % em peso) mostraram valores altamente significantes para o módulo de Young's (1,83 e 1,78 GPa) do que aqueles em relação aos dependentes da composição dos copolímeros. A substituição gradual do TEGDMA pelo UDMA ou Bis-EMA na copolimerização com o Bis-GMA resultou numa resina mais flexível com menor sorpção de água e alto valores de solubilidade, dependendo do conteúdo do TEGDMA.

Behr *et al.*, em 2005a, avaliaram a influência da irradiação de elétron na tenacidade à fratura, dureza Vickers e alteração da cor da base de prótese total. Para o estudo foi utilizada a resina termopolimerizável à base de PMMA, resina autopolimerizável à base de PMMA e resina termopolimerizável à base de copolímero PVC/PMMA. Foram confeccionadas 80 amostras retangulares (36mm de comprimento por 8mm de largura por 4 mm de espessura) para cada resina. As amostras foram polimerizadas de acordo com as recomendações do fabricante, e divididas aleatoriamente em grupos de acordo com o acelerador de elétrons utilizado, 4,5 MeV ou 10 MeV. As quarenta amostras de cada subgrupo foram distribuídas em 4 subgrupos de 10 espécimes. No grupo 1, as amostras permaneceram sem irradiação, no grupo 2 irradiação com 25 kGy em passo único, no grupo 3 irradiação com 100 kGy em 4 doses de 25 kGy e no grupo 4 irradiação com 200 kGy utilizando um acelerador de elétron Rodotron. As amostras foram

irradiadas 7 dias após sua confecção e as propriedades das resinas avaliadas 7 dias após a irradiação. As medidas de cor foram realizadas de acordo com o sistema CIE L\*a\*b\* utilizando um espectrofotômetro antes e após a irradiação. Também foi realizada a avaliação da tenacidade à fratura e dureza Vickers das amostras. Os resultados mostraram que a tenacidade à fratura e a dureza aumentaram utilizando acelerador de elétron de 10 MeV com dose de 25 kGy e com 100 kGy utilizando acelerador de 4,5 MeV. Entretanto, pequenas mudanças podem não influenciar o desempenho clínico destes materiais. Quando altas doses foram utilizadas (200kGy) houve redução das propriedades. Por outro lado, a radiação não influenciou nas alterações de cor das resinas em níveis que fossem clinicamente aceitáveis.

Behr *et al.*, em 2005b, investigaram o efeito da pós-polimerização utilizando irradiação de feixe de elétrons na resistência ao cisalhamento e à tração da união resina-metal, após o preparo da superfície utilizando o Rocatec ou monômeros funcionais. Para o teste de resistência ao cisalhamento foram confeccionadas 90 amostras retangulares (20mm de comprimento por 10 mm de largura por 2mm de espessura) com a liga de titânio Dentaurum, e 90 amostras de CoCr Dentitan com as mesmas dimensões. As amostras de cada liga foram divididas aleatoriamente em subgrupos de 30 amostras de acordo com o tratamento e compósito utilizado. Sobre as ligas metálicas foram realizados diferentes tratamentos: preparo da superfície com sistema Rocatec e aplicação do compósito para restaurações indiretas Sinfony; preparo da superfície com Metal Primer II e aplicação do compósito para restaurações indiretas Gradia; preparo da superfície com SR Link

e aplicação do compósito para restaurações indiretas Adoro. Após a aplicação do compósito, as amostras de cada grupo foram divididas em subgrupos conforme o método de envelhecimento: controle armazenado por 24h a 37°C; irradiação com feixe de elétrons com 5 doses de 20 kGy (2s cada); irradiação com feixe de elétrons com 5 doses de 20 kGy (2s cada) mais 12000 ciclos de ciclagem térmica alternando entre 5°C e 55°C. Para o teste de resistência à tração foram confeccionados 90 cilindros (5mm de diâmetro por 5mm de altura) da liga de CoCr (Dentitan). Os cilindros foram co-planificados num lado e unidos após suas superfícies serem tratadas com os mesmos sistemas utilizados para o teste de resistência ao cisalhamento. Após a união, as amostras foram envelhecidas como descrito para o teste de resistência ao cisalhamento. Os resultados mostraram que a resistência de união foi afetada pela irradiação e pelos métodos de preparo do metal. Rocatec e SR Link não mostraram diferença estatisticamente significativa nos valores de resistência de união. Entretanto, Metal Primer II contendo tiofosfato apresentou valores maiores de resistência de união após a irradiação. Não houve diferença estatisticamente significativa para resistência de união entre as ligas de titânio e Co-Cr. Por outro lado, houve tendência para as ligas de titânio apresentarem maiores valores de resistência de união quando comparadas às ligas de Co-Cr. Os autores concluíram que a resistência de união entre as ligas de titânio ou Co-Cr ao compósito pode ser melhorada com a utilização do Metal Primer II e pela irradiação por elétrons.

Behr *et al.*, em 2005c, investigaram o efeito da irradiação de feixe de elétrons nas propriedades de resinas compostas, descrevendo ser um método

bastante utilizado na indústria de polímeros, porém pouco estudado na Odontologia. Para isso, amostras retangulares foram obtidas de cinco compósitos para restauração indireta. As amostras foram subdivididas em quatro grupos: sem irradiação (controle), 25, 100 ou 200kGy. As avaliações realizadas foram: mensuração da cor, utilizando um espectrofotômetro; avaliação da tenacidade à fratura, por meio de ensaio de flexão de três pontos; mensuração da dureza Vickers, em microdurômetro, e teste de abrasão, utilizando máquina de desgaste ACTA, com avaliação posterior em perfilômetro. Os resultados mostraram alterações significativas da cor para todos os compósitos após irradiação, sendo em alguns casos dose-dependentes. Além disso, houve aumento significativo na tenacidade à fratura dos materiais, dependendo da dose aplicada, e aumento na dureza dos compósitos, independente da dose irradiada. Foi observado, ainda, aumento da resistência ao desgaste dos materiais avaliados, independente da dose de radiação.

Carvalho *et al.*, em 2005, verificaram por meio de evidências morfológicas que discrepâncias entre a profundidade de desmineralização e a profundidade de infiltração da resina podem ocorrer em alguns adesivos auto-condicionantes de média agressividade. Amostras de dentina sadia obtidas de terceiros molares humanos foram unidas com 5 adesivos auto-condicionantes de passo único e 5 adesivos de 2 passos. Fatias de 1 mm de espessura contendo a interface resina-dentina foram imersas em solução aquosa de prata amoniacal 50% e processadas para exame em microscopia eletrônica de transmissão (TEM). Uma região de dentina parcialmente condicionada, mas não infiltrada, foi identificada abaixo da

camada híbrida dos adesivos. Esta região foi caracterizada pela ocorrência de depósitos de prata ao longo dos espacos interfibrilares das fibrilas de colágeno mineralizado. Os espaços interfibrilares infiltrados por prata foram claramente identificados nos adesivos auto-condicionantes de passo único Xeno III, iBond, Brush&Bond e o adesivo experimental, e foram observados ocasionalmente nos adesivos auto-condicionantes de 2 passos Clearfil SE Bond e Clearfil Protect Bond. Os adesivos de passo único e de 2 passos mais agressivos que exibiram transições mais abruptas da dentina completamente desmineralizada para mineralizada estavam sem os espaços interfibrilares infiltrados por prata abaixo da camada híbrida. A incompleta infiltração de resina observada em alguns adesivos auto-condicionantes pode ser causada pela redução do potencial condicionante dos monômeros ácidos em direção à base da camada híbrida. Além disso, pela presença de componentes adesivos hidrolíticos ácidos, mas não-polimerizáveis, criando locais com potencial para degradação da união criada por estes adesivos auto-condicionantes.

De Munck *et al.*, em 2005, determinaram a efetividade da resistência de união e a interação com esmalte/dentina de três sistemas adesivos autocondicionantes comerciais de um e dois passos de aplicação através do ensaio de microtração (µTBS), Fe-SEM e microscopia eletrônica de varredura (SEM). A comparação foi realizada com sistemas adesivos que utilizam a técnica úmida de dois e três passos de aplicação (controles). O adesivo auto-condicionante de um passo Adper Prompt (3M ESPE) apresentou a menor resistência de união µTBS. Entretanto, os adesivos auto-condicionantes de dois passos Clearfil SE (Kuraray)

e OptiBond Solo Plus Self-Etch (Kerr) não apresentaram diferença significativa em relação ao grupo controle (três passos de aplicação OptiBond FL, quando unidos ao esmalte e dentina. A caracterização ultramorfológica mostrou que a morfologia da interface e o pH dos primers/adesivos auto-condicionantes estão fortemente associados. A interação com a dentina variou da formação de uma camada híbrida submicrométrica contendo hidroxiapatita, para o adesivo auto-condicionante Clearfil SE, que possui "média" agressividade com 3-5 µm de espessura, para uma camada híbrida com ausência de hidroxiapatita para o adesivo auto-condicionante Adper Prompt que apresenta "alta" agressividade. Os adesivos auto-condicionantes de dois passos AdheseSE e OptiBond Solo Plus Self-Etch apresentaram depleção de hidoxiapatita no topo da camada híbrida e presença de hidroxiapatita na base. Portanto, foram classificados dentro de um novo grupo de adesivos auto-condicionantes, chamados de adesivos auto-condicionantes de agressividade "moderada a forte".

Em 2005, Rosentritt *et al.* investigaram o efeito da pós-polimerização utilizando irradiação de feixe de elétrons na resistência ao cisalhamento e à tração da união resina-metal, após o preparo da superfície utilizando o Rocatec ou monômeros funcionais. Para o teste de resistência ao cisalhamento foram confeccionadas 90 amostras retangulares (20mm de comprimento x 10 mm de largura x 2mm de espessura) com a liga de titânio Dentaurum e 90 com a liga de CoCr Dentitan. Amostras de cada liga foram divididas aleatoriamente em 3 subgrupos (n=30) de acordo com o tratamento e compósito utilizado. Sobre a superfície das ligas metálicas foram realizados diferentes tratamentos: preparo da

superfície com sistema Rocatec e aplicação do compósito para restaurações indiretas Sinfony; preparo da superfície com Metal Primer II e aplicação do compósito para restaurações indiretas Gradia; preparo da superfície com SR Link e aplicação do compósito para restaurações indiretas Adoro. Após a aplicação do compósito, as amostras de cada grupo foram divididas em 3 subgrupos (n=10) conforme o método de armazenamento: armazenado por 24h a 37°C (controle); irradiação com feixe de elétrons com 5 doses de 20 kGy (2s cada); irradiação com feixe de elétrons com 5 doses de 20 kGy (2s cada) mais 12000 ciclos de ciclagem térmica alternando entre 5°C e 55°C. Para o teste de resistência à tração foram confeccionados 90 cilindros (5mm de diâmetro por 5mm de altura) da liga de CoCr (Dentitan). Os cilindros foram co-planificados num lado e unidos após as superfícies serem tratadas com os mesmos sistemas utilizados para o teste de resistência ao cisalhamento. Após a união, as amostras foram envelhecidas como descrito para o teste de resistência ao cisalhamento com a mesma armazenagem empregada anteriormente. Os resultados mostraram que a resistência de união foi afetada pela irradiação e pelos métodos de preparo do metal. Rocatec e SR Link não mostraram diferença estatisticamente significativa nos valores de resistência de união. Entretanto, Metal Primer II contendo tio-fosfato apresentou valores maiores de resistência de união após a irradiação. Não houve diferença estatisticamente significativa para resistência de união entre as ligas de titânio e Co-Cr. Por outro lado, houve tendência das ligas de titânio apresentarem maiores valores de resistência de união guando comparadas às ligas de Co-Cr. Os autores concluíram que a resistência de união entre as ligas de titânio e Co-Cr ao
compósito pode ser melhorada com a utilização do Metal Primer II e pela irradiação por elétrons.

Em 2006, Behr *et al.* avaliaram o efeito da irradiação de feixe de elétrons, associada à ciclagem térmica e mecânica, na resistência à fratura de dois compósitos reforçados por fibras. Amostras retangulares de cada material foram irradiadas com 100kGy, sendo posteriormente submetidas a 1.200.000 ciclos mecânicos de 50N e 6.000 ciclos térmicos entre 5 e 55°C. Os resultados mostraram que, para os dois compósitos, houve aumento na resistência à fratura após a irradiação, tanto para os grupos submetidos como para os não-submetidos às ciclagens térmica e mecânica.

Em outro estudo em 2006, Behr *et al.* investigaram a irradiação de feixes de elétrons na resistência de união de subestruturas de compósito infiltradas por vidro e compósitos de cobertura. Cilindros de resina de cobertura foram fixados nas subestruturas após jateamento com partículas de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> e aplicação ou não de silano. Uma dose de 100kGy foi aplicada, e alguns grupos foram submetidos a 12000 ciclos térmicos, entre 5 e 55°C. O teste de resistência ao cisalhamento foi realizado em máquina de ensaios mecânicos, utilizando um cinzel. A área de falha foi analisada em microscópio de luz polarizada. Os autores observaram que a irradiação com feixe de elétrons aumentou significativamente a resistência de união, assim como a aplicação de silano. Além disso, a ciclagem térmica reduziu levemente a resistência de união, mesmo para as amostras irradiadas. Por outro lado, a irradiação não apresentou influência na área de falha. Como conclusão, os

autores sugeriram que, em alguns casos, o uso da radiação permite que o agente de silanização não seja empregado.

Bulucu et al. em 2006 avaliaram a resistência ao cisalhamento de dois sistemas de união, Prime&Bond NT (PBNT) e Clearfil SE Bond (CSEB), unidos à dentina irradiada antes ou após a aplicação do adesivo. Foram utilizados 30 molares humanos, que foram seccionados no sentido mesio-distal e divididos em 6 grupos experimentais (n=10): Grupo A1: aplicação de radiação + PBNT e restauração em compósito; Grupo A2: PBNT e restauração em compósito + aplicação de radiação; Grupo B1: aplicação de radiação + CSEB e restauração em compósito; Grupo B2: CSEB e restauração em compósito + aplicação de radiação; Grupo C1: PBNT e restauração em compósito sem aplicação de radiação (controle); Grupo C2: CSEB e restauração em compósito + aplicação de radiação (controle). A dose total de radiação foi de 60 Gy aplicada em frações de 2 Gy/d em 5 dias por semana num período de 6 semanas nos grupos irradiados. O compósito Clearfil ST foi aplicado em todas as amostras para a avaliação da resistência ao cisalhamento. Houve diferença estatisticamente significativa entre os grupos A1 (11,8 MPa) e A2 (20,4 MPa). Nenhuma diferença estatística foi observada entre os grupos A1 e A2 em relação a C1 (16,1 MPa). Quando o sistema de união Clearfill SE Bond foi utilizado, não houve diferença entre os grupos avaliados B1, B2 e C2 (p>0,05). Os autores concluíram que a irradiação antes da realização do procedimento de união pode ter efeito adverso na resistência de união à dentina, dependendo do sistema de união utilizado.

Frainzel et al., em 2006, investigaram o efeito da irradiação na desmineralização e remineralização de tecidos dentais. Os autores utilizaram terceiros molares humanos que foram expostos a irradiações fracionais até 60 Gy ou não irradiados (controle). Os dentes irradiados e não-irradiados foram desmineralizados utilizando gel ácido de hidroxi-celulose. Em seguida, os dentes foram remineralizados utilizando Bifluorid12® ou elmex gelee®. A técnica de nanoedentação foi utilizada para verificar as propriedades mecânicas, dureza e elasticidade, dos dentes em cada uma das condições. Os valores foram comparados com o grupo controle. A irradiação diminuiu significativamente os parâmetros mecânicos do esmalte e da dentina. Nos dentes não-irradiados, a desmineralização apresentou quase os mesmos efeitos da irradiação sobre as propriedades mecânicas. Nos dentes irradiados, o efeito da desmineralização foram negligenciáveis em relação aos dentes não-irradiados. A remineralização com Bifluorid12® ou elmex gelee® levou a uma melhora parcial das propriedades mecânicas dos dentes. O esmalte foi mais positivamente afetado pela remineralização do que a dentina.

Moraes *et al.*, em 2007, verificaram a relação entre a irradiância transmitida através da cerâmica e a resistência de união de um cimento resinoso à dentina. Após a aplicação de um sistema adesivo, moldes de material elastomérico com orifícios cilíndricos (1,2mm de diâmetro) foram posicionados sobre amostras de dentina bovina e preenchidos com um cimento resinoso fotoativado (Enforce; Dentsply). A fotoativação foi realizada através de um disco cerâmico com 0,6mm de espessura utilizando diferentes intensidades: 250, 400, 550, 700 ou 850

mW/cm<sup>2</sup>. As amostras do grupo controle foram fotoativadas sem a interposição da cerâmica (1500 mW/cm<sup>2</sup>). A dose de energia foi mantida em 30 J/cm<sup>2</sup>. A distribuição espectral foi verificada com um espectrômetro. O teste de resistência de união ao microcisalhamento foi realizado e os modos das falhas classificados em microscopia eletrônica de varredura (MEV). Os dados de resistência de união foram analisados por Análise de Variância e o teste de Student-Newman-Keuls (a.  $\leq$ 0.05), e os escores com teste de Kruskal-Wallis ( $\alpha \leq$ 0.05). Um modelo de regressão linear foi utilizado para verificar a relação entre irradiância e resistência de união. Os grupos fotoativados com 250 e 400 mW/cm<sup>2</sup> apresentaram menor resistência de união em relação aos grupos fotoativado com 850 e 1050 mW/cm<sup>2</sup>. O modelo de regressão linear mostrou diminuição na resistência de união ( $r^2$  = 0,955; p = 0,004). A análise do padrão de falhas mostrou que houve predominância de falhas mistas. Nenhuma alteração significativa no comprimento de onda espectral foi observada. A resistência de união foi dependente da irradiância, apesar da dose de energia ser mantida constante.

Ye *et al.*, em 2007, avaliaram a relação entre o processo de fotoativação, as propriedades do material e a estrutura, utilizando adesivos dentinários experimentais polimerizados na presença de diferentes concentrações de etanol como exemplo. Houve pouca diferença no grau de conversão (GC) para os adesivos a base de BisGMA polimerizados na presença de concentrações de etanol variando de 0 a 40%, mas houve uma diferença substancial nas propriedades mecânicas. A resistência de união à tração e o módulo de elasticidade diminuíram com o aumento no conteúdo de etanol. A estrutura

polimérica foi mostrada pelo comportamento térmico durante a temperatura de transição vítrea (Tg); estas medidas foram obtidas pela tecnologia de calorimetria de varredura diferencial da temperatura modulada (CVDTM), que remove os efeitos irreversíveis de competição associados com a liberação de produtos voláteis e polimerização residual. A Tg dos adesivos diminuiu substancialmente com o aumento do conteúdo de etanol. Os autores relataram que o GC baseado na quantidade de duplas ligações remanescentes tem sido muito utilizado para caracterizar e prover uma avaliação relativa da quantidade de adesivo dentinário e compósito. Os polímeros podem apresentar grau de conversão similar, mas diferem em linearidade e em ligações cruzadas. Portanto, a medida da conversão monômero/polímero não mostra necessariamente uma representação completa da qualidade ou durabilidade da estrutura polimérica.

# 3 – PROPOSIÇÃO

O propósito deste estudo foi avaliar a ação da radiação X, na resistência de união dentina humana-compósito Filtek Z-250 por meio do ensaio de microcisalhamento, nas seguintes variáveis:

1 – Três sistemas adesivos: Adper Single Bond 2, Clearfil SE Bond e Adper Prompt;

2 – Três dosagens de radiação: 5Gy, 35Gy, 70Gy e controle.

Além disso, verificar o padrão de fratura.

A hipótese do trabalho testada foi verificar se o efeito da radiação utilizada em procedimentos radioterápicos teria influência negativa na resistência de união de adesivos à dentina.

# 4 - MATERIAIS E MÉTODOS

### 4.1 – Materiais

Foram utilizados neste estudo os seguintes materiais Quadro 1 e Figura 1.

Quadro 1 – Marca comercial, composição e fabricante do compósito e sistemas adesivos.

MARCA COMERCIAL	COMPOSIÇÃO	FABRICANTE	
Compósito Filtek Z250 (A3)	Bis-GMA, Bis-EMA, UDMA, Carga inorgânica-Zircônia (60% em volume)	3M ESPE, St. Paul, MN, USA	
Adper Single Single Bond 2	Bis-GMA, HEMA, UDMA, copolímeros do ácido acrílico e itacônico, água, etanol	3M ESPE, St. Paul, MN, USA	
Clearfil SE Bond	<i>Primer</i> : MDP, HEMA, água; Adesivo: Bis- GMA, MDP, HEMA, sílica coloidal	Kuraray, Osaka, Japan	
Adper Prompt	Bis-GMA, Di-HEMA-P, complexo fluoretado, água	3M ESPE, St. Paul, MN, USA	



Figura 1 – Sistemas adesivos: A – Adper Single Bond 2; B – Clearfil SE Bond, C – Adper Prompt e D - Compósito Filtek Z250.

### 4.2 – Métodos

Sessenta molares humanos superiores e inferiores (Figura 2), inclusos, extraídos de pacientes na faixa etária de 18 a 30 anos por indicação ortodônticas, num período de três meses foram obtidos sob o protocolo aprovado pelo Comitê de Ética Institucional, da Faculdade de Odontologia de Piracicaba – UNICAMP, Protocolo nº 105/2006 (Anexo 1). Os dentes foram limpos manualmente com

curetas periodontais, a fim de se remover debris orgânicos e inorgânicos, sendo em seguida polidos em baixa rotação com escova tipo Robson, embebida em mistura de pedra pomes e água. Após a limpeza, os dentes foram armazenados em cloramina T a 0,5%, por 7 dias e em água destilada a 4º C, antes do ensaio.



Figura 2 – Dente humano

### 4.2.1 – Preparo da superfície dentinária

Os dentes foram seccionados no seu longo eixo com disco de dupla face de diamante (KG Sorensen, SP) em baixa rotação, refrigerado com água, numa máquina de corte Isomet 1000 (Buehler, Lake Bluff, Illinois, USA) (Figuras 3A, B e C). Em seguida, foram seccionados com disco de dupla face de diamante aproximadamente 1mm da junção amelo-dentinária no sentido transversal, perpendicularmente ao longo eixo do dente, obtendo-se duas hemi-secções de cada dente correspondente as superfícies vestibular e lingual/palatina (Figuras 4A e B). As hemi-secções foram embutidas em tubo de P.V.C. (Tigre do Brasil S/A, Rio Claro, SP, Brasil), com resina acrílica ativada quimicamente Vip Flash(Dental Vip, Pirassununga, SP, Brasil) (Figuras 5A, B e C).



Figura 3 – A: Dente fixado na placa de vidro. B – Corte no dente no longo eixo. C – Dente após o corte.



Figura 4 – A: Corte do dente 1mm da junção amelo-dentinária no sentido transversal. B – Dente após o corte.





Figura 5 – A: Hemi-secção da coroa posicionada na placa de cera. B – Posicionamento do tubo de P.V.C. e inclusão com R.A.A.Q. C – Hemi-secção incluída no tubo de P.V.C..

Com a finalidade de obter uma superfície plana na dentina média, as hemisecções foram submetidas ao desgastadas e planificadas com lixas de SiC de granulação 220, 400 e 600 (Carburundum Abrasivos, Recife, PE) em politriz sob refrigeração com água (APL-4 Arotec, Cotia – SP) buscando, padronizar a espessura e a qualidade da smear layer (Figura 6). Este procedimento foi realizado antes do tratamento da dentina e aplicação dos sistemas adesivos.



Figura 6 – Hemi-secção após o desgaste.

### 4.2.2 - Confecção das amostras

As hemi-secções foram divididas aleatoriamente em 12 grupos (n=10), de acordo com o sistema adesivo e a dose de radiação (Quadro 2). Os sistemas adesivos testados foram: um com condicionamento total de dois passos (Single Bond 2 – SB2; 3M ESPE, St. Paul, MN, USA), um auto-condicionante, dois passos (Clearfil SE Bond – CSE; Kuraray, Osaka, Japan) e um auto-condicionante, passo único (Adper Prompt – ADP; 3M ESPE). Os materiais e composição são mostrados no Quadro 1.

GRUPOS	SISTEMA ADESIVO DOSE DE RADIAÇÃO		
1	Single Bond 2 (SB2)	Sem radiação (Controle)	
2	Single Bond 2 (SB2)	5 Gy	
3	Single Bond 2 (SB2)	35 Gy	
4	Single Bond (SB2)	70 Gy	
5	Clearfil SE Bond (CSE)	Sem radiação (Controle)	
6	Clearfil SE Bond (CSE)	5 Gy	
7	Clearfil SE Bond (CSE)	35 Gy	
8	Clearfil SE Bond (CSE)	70 Gy	
9	Adper Prompt (ADP)	Sem radiação (Controle)	
10	Adper Prompt (ADP)	5 Gy	
11	Adper Prompt (ADP)	35 Gy	
12	Adper Prompt (ADP)	70 Gy	

Quadro 2 – Divisão dos grupos de acordo com o sistema adesivo e a dose de radiação.

Com a finalidade de obter as amostras para o ensaio de resistência de união ao microcisalhamento, as mesmas foram obtidas conforme o método proposto por Moraes *et al.* (2007), como mostrado na Figura 7. Os sistemas adesivos foram aplicados de acordo com as recomendações dos respectivos fabricantes (Figuras 8A, B, C e D), como descrito no Quadro 3.



Figura 7 – Desenho esquemático do estudo. (1) sistema adesivo aplicado na dentina planificada; (2) matriz de elastômero com orifícios cilíndricos posicionada sobre a superfície e fotoativação do adesivo; (3) aplicação do compósito, tira de poliéster posicionada entre a matriz e a ponteira da unidade de fotoativação e fotoativação do compósito; (4) aplicação de diferentes doses de raio-X; (5) ensaio de resistência de união ao microcisalhamento. Quadro 3 – Protocolo de aplicação dos sistemas adesivos empregados neste estudo, de acordo com as recomendações dos fabricantes.

SITEMA ADESIVO	PROTOCOLO DE APLICAÇÃO		
Single Bond	- Condicionamento com ácido fosfórico a 35% por 15s da superfície da dentina,		
	- enxágüe com água destilada por 15s,		
	- remoção do excesso de umidade da superfície com papel absorvente,		
	- aplicação de duas camadas consecutiva do sistema de união Single Bond (frasco único),		
	- fotoativação com aparelho XL 2500 por 10 segundos.		
Clearfil SE Bond	- secagem da superfície da dentina,		
	- aplicação do primer por 20s, com auxílio de pincel tipo microbrush,		
	<ul> <li>leve jato de ar para a volatilização do solvente,</li> </ul>		
	- aplicação do agente adesivo,		
	- fotoativação com aparelho XL 2500 por 10 segundos.		
Adper Prompt	- secagem da superfície da dentina,		
	- mistura de 1 gota do prompt A com 1 gota do Prompt B durante 5 segundos,		
	- aplicação da solução ácida por 15 segundos,		
	- leve jato de ar para a volatilização do solvente,		
	- fotoativação com aparelho XL 2500 por 10 segundos.		





Figura 8 – A: Condicionamento do dente com ácido fosfórico, somente para o Single Bond. B – Lavagem da superfície. C – Secagem da superfície do dente. D – Aplicação do sistema adesivo.

Antes de fotoativar os agentes de união, uma matriz confeccionada com silicona de adição pesada Express (3M ESPE) medindo 1mm de espessura por 10mm de diâmetro, contendo três orifícios cilíndricos medindo 1mm de diâmetro, foram posicionadas na superfície do dente, permitindo a delimitação da área de união (Figura 9A). A ponteira do aparelho de lâmpada de luz halógena XL2500

(3M ESPE), com intensidade de luz de 700 mW/cm<sup>2</sup>, foi posicionada abrangendo os três orifícios cilíndrico do molde e fotoativado por 10 segundos (Figura 9B).



Figura 9 – A: Posicionamento da matriz de silicone. B - Fotoativação do sistema adesivo.

Em seguida, cada orifício foi preenchido com o compósito Filtek Z 250, na cor A3 (3M ESPE) (Figuras 10A e B). Uma matriz transparente de poliéster foi colocada sobre o orifício preenchido com o compósito e fotoativado por 20 segundos com o aparelho XL 2500 (3M ESPE) (Figura 10C). Quarenta amostras foram obtidas para cada sistema adesivo. Após a confecção (Figura 10D), as amostras foram armazenadas em água destilada a 37° C por 24 horas, numa estufa.



Figura 10 – A: Aplicação do compósito Filtek Z 250 nos três orifícios da matriz de silicone. B – Compósito nos orifícios. C – Fotoativação do compósito. D – Amostra após a fotoativação e remoção da matriz.

### 4.2.3 - Radiação nas amostras

Os grupos 2 (SB2), 6 (CSE) e 10 (ADP) foram submetidos à dose de irradiação de 5 Gy. Os grupos 3 (SB2), 7 (CSE) e 11 (ADP) receberam 35 Gy de irradiação. 70 Gy de irradiação foram aplicados nos grupos 4 (SB2), 8 (CSE) e 12 (ADP). Os grupo controles 1 (SB2), 5 (CSE) e 9 (ADP) não foram irradiados (dose

= 0) e permaneceram armazenados em água destilada por 24 horas a 37° C numa estufa. As amostras foram colocadas em um recipiente de plástico durante a radiação. Para promover uma dose homogênea de radiação, água destilada foi colocada neste recipiente para manter a umidade relativa (Figura 11A). A irradiação com raios X foi realizada usando um acelerador linear (Clinac 6/100; Varian Medical Systems, Palo Alto, CA, USA) com 6 MeV e a 10 x 10 cm de área. A radiação foi aplicada perpendicularmente na superfície da resina, com 100cm de distância do aparelho (Figuras 11B e C).



Figura 11 – A: Amostras posicionadas para receber a irradiação com raios X. B e C – Amostras irrradiadas com raios X no acelerador linear (Clinac 6/100).

#### 4.2.4 – Ensaio de resistência ao microcisalhamento

Após a radiação, as amostras foram armazenadas em água destilada a 37° C, por 24 horas, numa estufa e todos os cilindros foram analisados numa lupa estereoscópica aumento de (40x): os que apresentaram falhas, irregularidades ou defeitos na união foram descartados. Para o ensaio de resistência ao microcisalhamento, um fio de aço inoxidável com 0,2mm de diâmetro foi colocado em volta do cilindro de resina e alinhado com a interface de união. (Phrukkanon *et al.* 1998 e McDonough *et al.* 2002) A resistência de união ao microcisalhamento foi realizada numa máquina de ensaio universal Instron (Model 4411; Instron Inc., Canton, MA, USA), a velocidade de 0,5 mm/minuto até ocorrer a falha (Figuras 7 e 12). Os valores de resistência de união foram calculados em MPa. Para cada combinação sistema de união-dose de radiação, 10 amostras foram ensaiadas e os valores médios dos três cilindros foram registrados como valores de resistência de união ao microcisalhamento para cada amostra.

Os dados foram obtidos em kgf/cm<sup>2</sup> e transformados em MPa.



Figura 12 – Amostras submetidas ao ensaio de resistência de união ao microcisalhamento.

#### 4.2.5 – Análise do padrão de falha

As amostras fraturadas foram examinadas em microscópio de mensuração (STM – Olympus Optical Co. Ltda, Japan), com 40X de aumento, e os modos de falhas foram classificadas como segue: falha adesiva (Modo 1), falha coesiva no agente de união (Modo 2) e falha mista envolvendo o agente de união, compósito e dentina (Modo 3).

#### 4.2.6 – Análise estatística

Os valores de resistência de união ao microcisalhamento foram submetidos à Análise de Variância, dois fatores seguidos pelo teste de Holm-Sidak's pairwise multiple, comparando o procedimento em nível de significância de (p < 0.05). Adicionalmente, um modelo de regressão linear foi usado para analisar a relação entre a dose de radiação (independente da variável) e a resistência de união à dentina (variável dependente) para cada material.

### **5 - RESULTADOS**

A Tabela 1 e Figura 13 mostram os resultados para resistência de união ao microcisalhamento. Os fatores "sistema adesivo" (p < 0,001) e "dose de radiação" (p < 0,001) foram significativos, bem como suas interações (p = 0,007). Para SB2, todas as doses reduziram significativamente a resistência de união à dentina (p < 0,01): achados semelhantes foram encontrados para 5 e 35 Gy (p = 0,278), enquanto que 70 Gy apresentou um efeito significativamente menor (p < 0,0001). Para CSE, a aplicação de 5 Gy não afetou a resistência de união (p = 0,260), mas a aplicação de 35 e 70 Gy reduziram significativamente a resistência de união à dentina de união à dentina (p < 0,0001), mas sem diferença entre estas duas doses (p = 0,398).

Entretanto, o sistema adesivo ADP apresentou baixos valores de resistência de união ao longo do estudo, sem efeito significativo da radiação, independente da dose aplicada (p>0,05). Além disso, SB2 apresentou resistência de união significativamente maior que CSE e ADP (p < 0,05), exceto para irradiação com 70 Gy, quando SB2 foi semelhante à CSE (p = 0,294). Da mesma forma, CSE apresentou resistência de união significativamente maior que ADP (p < 0,05), independente da dose de radiação.

Tabela 1 - Médias de resistência de união ao microcisalhamento (MPa), para os três sistemas adesivos e doses de raio X.

Sistema adesivo	DOSE DE RADIAÇÃO POR RAIO X (Gy)			
	Controle	5 Gy	35 Gy	70 Gy
Single Bond 2	15,7 (1,9) <sup>A,a</sup>	13,1 (2,1) <sup>B,a</sup>	12,0 (2,3) <sup>B,a</sup>	8,1 (2,9) <sup>C,a</sup>
Clearfil SE Bond	12,2 (2,2) <sup>A,b</sup>	11,0 (3,8) <sup>A,b</sup>	7,9 (2,8) <sup>B,b</sup>	7,1 (2,1) <sup>B,a</sup>
Adper Prompt	6,7 (2,1) <sup>A,c</sup>	5,7 (1,2) <sup>A,c</sup>	5,3 (1,7) <sup>A,c</sup>	4,5 (0,6) <sup>A,b</sup>

Médias seguidas por letras maiúsculas distintas na mesma linha e letras minúsculas na mesma coluna foram significativamente diferentes (p < 0.05). Desvio padrão entre ().



Barras seguidas por letras maiúsculas distintas para cada grupos e letras minúsculas para o mesmo grupo foram significativamente diferentes (p < 0,05). Desvio padrão entre (\_\_).

Figura 13 – Ilustração gráfica das médias de resistência de união ao microcisalhamento (MPa), para os três sistemas adesivos e doses de raio X.

Os resultados da análise de regressão não-linear são mostrados na Figura 14. Todos os modelos se adaptaram bem à plotagem de regressão (SB2:  $R^2 = 0,905$ ; CSE:  $R^2 = 0,999$ ; ADP:  $R^2 = 0,912$ ), mostrando forte relação entre dose de radiação e resistência de união à dentina, isto é, um aumento na dose de radiação pressupõe uma diminuição na resistência de união. Esta relação foi estatisticamente significativa para SB2 (p = 0,049) e CSE (p = 0,011), mas não para ADP (p = 0,297).



Figura 14 - Plotagem da regressão não-linear pq324ara diferentes sistemas adesivos com "resistência de união" como variável dependente.

Com respeito à análise das falhas (Tabela 2), cada sistema adesivo apresentou um resultado particular: SB2 apresentou falhas predominantemente mistas (Figura 15), CSE predominantemente adesivas (Figura 16) e ADP falhas predominantemente coesivas dentro da camada de adesivo (Figura 17). Em geral, a radiação não mostrou influência significativa nos modos das falhas, exceto após a aplicação de 70 Gy para SB2, para o qual um aumento nas falhas coesivas dentro da camada de adesivo foi detectado.

Sistema adesivo	Dose de radiação	MODO DAS FALHAS (%)		
		Modo 1	Modo 2	Modo 3
Single Bond 2	Controle	10,3	0	89,7
	5 Gy	13,6	11,4	75
	35 Gy	27,6	3,4	69
	70 Gy	6,9	34,5	58,6
	Controle	70	6,7	23,3
Clearfil SE Bond	5 Gy	63,3	0	36,7
	35 Gy	73,3	0	26,7
	70 Gy	53,3	0	36,7
Adper Prompt	Control	0	73,3	16,7
	5 Gy	0	76,7	13,3
	35 Gy	0	80	20
	70 Gy	0	70	30

Tabela 2 - Resultados da análise das falhas (%) das amostras.

Modo 1: falha adesiva; Modo 2: falha coesiva dentro do agente de união; Modo 3: falha mista envolvendo agente de união, compósito e dentina.



Figura 15 – Ilustração gráfica da análise de falhas (%) das amostras para o sistema adesivo Single Bond.



Figura 16 – Ilustração gráfica da análise de falhas (%) das amostras para o sistema adesivo Clearfil SE Bond.



Figura 17 – Ilustração gráfica da análise de falhas (%) das amostras para o sistema adesivo Adper Prompt.

### 6 – DISCUSSÃO

Os resultados do estudo mostraram um efeito negativo significativo da radiação, utilizada em procedimentos radioterápicos, na resistência de união à dentina, confirmando a hipótese testada. Este resultado provavelmente se deve à alteração do substrato induzida pelos raios-X, mostrado em estudos prévios em que houve diminuição das propriedades mecânicas e danos nas fibrilas colágenas após irradiação (Cheung *et al.* 1990; Davis 1975; Franzel *et al.* 2006 e Kielbassa *et al.* 1997). Além disso, foi relatado que cristais de apatita dos tecidos dentais duros incorporam sódio, carbonato e magnésio pelo aprisionamento durante sua formação (Jansma *et al.* 1990). Quando irradiados, estes defeitos pontuais poderiam ser mobilizados da camada superfícial dos cristais, removendo os íons aprisionados e modificando a estrutura dos cristais, assim interferindo potencialmente com a adesão.

Todavia, a alteração na resistência de união foi dose e materialdependente. Generalizando, quanto maior a dose de raio-X, menor a resistência de união. Da mesma forma, a análise de regressão mostrou uma forte relação entre a dose de radiação e a resistência de união à dentina para SB2 e para CSE (Figura 14): enquanto a dose de 5 Gy influenciou levemente a adesão, as doses de 35 e 70 Gy afetaram fortemente. Além disso, os diferentes sistemas adesivos apresentaram comportamentos distintos. SB2 mostrou os maiores valores de resistência de união, exceto após irradiação com 70 Gy. Isto é provavelmente um resultado do passo do condicionamento ácido do sistema, que pode aumentar as irregularidades na superfície dentinária para aumentar a retenção. CSE

apresentou maior resistência de união que ADP, e isto ocorreu provavelmente devido ao maior pH do primeiro (De Munck *et al.* 2005), levando a formação de camada híbrida mais homogênea comparado ao auto-condicionante ADP (De Munck *et al.* 2005). De fato, ADP mostrou baixos valores de resistência neste estudo, provavelmente devido ao seu único passo de aplicação, que pode impedir o condicionamento adequado do substrato e infiltração simultânea do adesivo. Embora, o sistema ADP não tenha mostrado diferença estatística na resistência de união influenciadas pelas doses de raio-X, provavelmente se deva levar em consideração devido aos constantes baixos valores de resistência, uma forte relação entre dose de radiação e resistência de união também foi detectada para este sistema (Figura 14).

Foram detectadas características de falhas distintas entre os materiais de união, e tais observações são provavelmente relacionadas às diferentes composições ou passos de aplicação dos sistemas (Tabela 2). O SB2 apresentou falhas predominantemente mistas, que podem ser explicadas provavelmente pela desmineralização em profundidade provocada pelo ácido fosfórico na dentina (Figura 15). O condicionamento deixa a fibrilas colágenas não-encapsuladas após a união, devido à incapacidade deste material em infiltrar completamente na rede de colágeno exposta (Wang e Spencer 2002). Estas áreas não protegidas podem servir como pontos de concentração de tensão durante o teste de cisalhamento, gerando falhas que envolvem a camada adesiva e o tecido dentinário. Entretanto, CSE apresentou falhas predominantemente adesivas, provavelmente devido a sua menor capacidade em criar retenção micromecânica, comparado ao ácido fosfórico, levando a falhas na interface dentina-adesivo (Figura 16). Por outro lado,

ADP apresentou predominantemente falhas coesivas dentro da camada de adesivo, e isto está relacionado à menor resistência do polímero (Figura 17). Como ADP é aplicado em passo único, com primer e adesivo misturado, a menor resistência coesiva do polímero poderia ser resultado do efeito inibitório do solvente no mecanismo de polimerização (Ye *et al.* 2007).

Em geral, a radiação não mostrou efeito significativo nos modos de falha, exceto para SB2, no qual um aumento nas falhas coesivas dentro da camada de adesivo foi detectado após a aplicação de 70 Gy. Isto poderia ser relacionado ao efeito da radiação na estrutura polimérica, alterando a rede e reduzindo as forças friccionais entre as cadeias poliméricas. Como resultado, a resistência do material seria reduzida. Para os outros sistemas adesivos, nenhum efeito foi evidente. Para ADP, isto provavelmente ocorreu, devido aos baixos valores de resistência de união observados durante o estudo, enquanto que para CSE isto é provavelmente relacionado ao seu modo de aplicação em dois passos. Para CSE, a aplicação final do adesivo sobre o primer pode melhorar as propriedades do polímero, desde que esta resina tem maior quantidade de monômeros Bis-GMA rígidos, aumentando a resistência mecânica da rede. Portanto, um polímero mais heterogêneo e com menor resistência aos efeitos da radiação poderia ser formado para SB2 devido à presença do solvente, que é muito difícil de ser completamente removido durante o procedimento de secagem com ar, podendo interferir com as propriedades do polímero (Ye et al. 2007). Assim, para SB2, uma dose de 5 Gy afetou significativamente sua resistência, enquanto que para CSE este efeito foi observado somente para altas doses de radiação (Tabela 1 e Figura 13).

Os resultados apresentados aumentam as dúvidas quanto à influência prejudicial da radiação por raios-X na resistência de união à dentina, e o sistema auto-condicionante de dois passos testado parece ser menos afetado por baixa dose de radiação que o sistema de condicionamento total. Entretanto, numa situação clínica, é difícil predizer se restaurações adesivas realizadas com os materiais testados neste estudo deveriam ser substituídos após a irradiação. Além disso, os resultados apresentados deveriam ser restritos às limitações deste estudo *in vitro*, que não levou em conta alterações no fluxo salivar ou flora oral que podem ocorrer após a irradiação. Portanto, os clínicos deveriam estar cientes das possíveis implicações relacionadas à radioterapia na longevidade de restaurações adesivas, e é aconselhável que haja acompanhamento quanto ao desempenho destas restaurações.

## 7 - CONCLUSÃO

Dentro das limitações do presente estudo, as seguintes conclusões podem ser definidas:

1 - A radiação por raios-X mostrou efeito dose-dependente na resistência
 de união de restaurações com o compósito à dentina. Uma relação não-linear
 significativa entre dose de radiação e resistência de união foi detectada.

2 – O padrão de falha mostrou que o Adper Single Bond 2 apresentou falhas predominantemente mistas, o Clearfil SE bond falhas adesivas e o Adper Prompt falhas predominantemente coesivas. A radiação não mostrou influência significativa nos modos das falhas, exceto após a aplicação de 70 Gy para Adper Single Bond 2, com aumento nas falhas coesivas dentro da camada de adesivo.

# **REFERÊNCIAS\***

1 - Behr M, Rosentritt M, Faltermeier A, Handel G. Electron beam irradiation of dental composites. Dent Mater 2005a;21:804-10.

2 - Behr M, Rosentritt M, Bettermann K, Handel G. Influence of electron beam irradiation on the alloy-to-resin bond strength. Eur J Oral Sci 2005b;113:429-35.

3 - Behr M, Rosentritt M, Faltermeier A, Handel G. Electron beam irradiation of denture base materials. J Mater Sci Mater Med 2005c;6:175-81.

4 - Behr M, Rosentritt M, Dümmler F, Handel G. The influence of electron beam irradiation on fibre-reinforced composite specimens. J Oral Rehabil 2006;33: 447-51.

5 - Behr M, Rosentritt M, Bettermann K, Handel G. The influence of electron beam irradiation on the shear bond strength ofglass-reinforced frameworks and veneer composites. J Mater Sci Mater Med 2006;17: 659-65.

6 - Bulucu B, Yesilyurt C, Cakir S, Meydan AD. Influence of radiation on bond strength. J Adhes Dent 2006;8:217-221.

7 - Carvalho RM, Chersoni S, Frankenberger R, Pashley DH, Prati C, Tay FR. A challenge to the conventional wisdom that simultaneous etching and resin infiltration always occurs in self-etch adhesives. Biomaterials 2005, 26:1035-1042.

<sup>\*</sup> De acordo com a norma untilizada na FOP/UNICAMP, baseada no modelo Vancouver. Abreviatura dos periódicos em conformidade com o Medline.

8 - Cheung DT, Perelman N, Tong D, Nimni ME. The effect of gamma-irradiation on collagen molecules, isolated alpha-chains, and crosslinked native fibers. J Biomed Mater Res 1990;24:581-589.

9 – Curtis Jr PM, Farman AG, Von Fraunhofer JA. Effects of gamma radiation on the in vitro wear of composite restotative materials. J Dent 1991, 19:241-244.

10 - Davis WB. Reduction in dentin wear resistance by irradiation and effects of storage in aqueous media. J Dent Res 1975;54:1078-1081.

11 - De Munck J, Vargas M, Iracki J, Van Landuyt K, Poitevin A, Lambrechts P, et al. One-day bonding effectiveness of new self-etch adhesives to bur-cut enamel and dentin. Oper Dent 2005;30:39-49.

12 – Ferracane JL. Correration between hardness and degree of conversion during the setting reaction of unfilled dental restorations resins. Dent Mater 1985;1:11-4.

13 - Franzel W, Gerlach R, Hein HJ, Schaller HG. Effect of tumor therapeutic irradiation on the mechanical properties of teeth tissue. Z Med Phys 2006;16:148-154.

14 - Gernhardt CR, Kielbassa AM, Hahn P, Schaller HG. Tensile bond strengths of four different dentin adhesives on irradiated and non-irradiated human dentin in vitro. J Oral Rehabil 2001;28:814-820.

15 - Grotz KA, Duschner H, Kutzner J, Thelen M, Wagner W. Histotomography studies of direct radiogenic dental enamel changes. Mund Kiefer Gesichtschir 1998;2:85-90.
16 - Haque S, Takinami S, Watari F, Khan MH, Nakamura M. Radiation effects of carbon ions and gamma ray on UDMA based dental resin. Dent Mat 2001, 20:325-338.

17 - Jansma J, Borggreven JM, Driessens FC, s-Gravenmade EJ. Effect of X-ray irradiation on the permeability of bovine dental enamel. Caries Res 1990;24:164-168.

18 - Kielbassa AM, Beetz I, Schendera A, Hellwig E. Irradiation effects on microhardness of fluoridated and non-fluoridated bovine dentin. Eur J Oral Sci 1997;105:444-447.

19 – Langel MCM, Louro RW. High-level dosimetry by radiation induced free radicals in dental restorative resins. Nucl Instrum Meth B 1986;16:419-23.

20 – Lovell LG, Elliott JE, Stansbury JW, Bowman CN. The effect of cure rate on the properties of dental resins. Dent Mater 2001;17:504-11.

21 – McDonough WG, Antonucci JM, He J, Shimada Y, Chiang MY, Schumacher GE, Schultheisz CR. A microshear test to measure bond strengths of dentinpolymer interfaces. Biomaterials 2002;23:3603-8.

22 - Moraes RR, Correr-Sobrinho L, Sinhoreti MA, Puppin-Rontani RM, Ogliari FA, Piva E. Light-activation of resin cement through ceramic: Relationship between irradiance intensity and bond strength to dentin. J Biomed Mater Res B Appl Biomater 2008;85:160-65.

23 – Pashley DH, Zang Y, Agee KA, Rouse CJ, Carvalho RM, Russell CM. Permeability of demineralized dentin to HEMA. Dent Mat 2000, 16:7-14.

64

24 - Pioch T, Golfels D, Staehle HJ. An experimental study of the stability of irradiated teeth in the region of the dentinoenamel junction. Endod Dent Traumatol 1992;8:241-244.

25 – Phrukkanon S, Burrow MF, Tyas MJ. Effect of cross-sectional surface area on bond strengths between resin and dentin. Dent Mater 1998;14:120-8.

26 - Rosentritt M, Behr M, Brückner H, Handel G. Composite veneering of metal based fixed partial dentures. J Oral Rehabil 2005;32:614-9.

27 - Rothwell BR. Prevention and treatment of the orofacial complications of radiotherapy. J Am Dent Assoc 1987;114:316-322.

28 – Sideridou I, Tserki V, Papanastasiou G. Study of water sorption, solubility and modulus of elasticity of light-cured dimethacrylate-based dental resins. Biomaterials 2003;24:655-65.

29 – Sperandio M, Souza JB, Oliveira DT. Effect of gamma radiation on dentin bond strength and morphology. Braz Dent J 2001;12:205-8.

30 - Tay FR, Pashley DH. Aggrtessiveness of contemporary self-etching systems.I. Depth of penetration beyond dentin smear layers. Dent mat 2001, 17:296-308.

31 - Von Franhofer JA, Curtis Jr P, Sharma S, Farman AG. The effects of gamma radiation on the properties of composite restorative resins. J Dent 1989, 17:177-183.

32 - Wang Y, Spencer P. Quantifying adhesive penetration in adhesive/dentin interface using confocal Raman microspectroscopy. J Biomed Mater Res 2002;59:46-55.

65

33 - Watanabe I, Nakabayashi N, Pashley DH. Bonding to ground dentin by a Phenyl-P self-etching primer. J Dent res 1994, 73:1212-1220.

34 - Ye Q, Spencer P, Wang Y, Misra A. Relationship of solvent to the photopolymerization process, properties, and structure in model dentin adhesives. J Biomed Mater Res A 2007;80:342-350.

O Comitê de Ética em Pesquisa da FOP-UNICAMP certifica que o projeto de pesquisa "**Ffeitos da radiação X na resistência a microtração** de sistemas adesivos", protocolo nº 105/2006, dos pesquisadores SANDRO LUIS BÍSCARO, satisfaz as exigências do Conselho Nacional de Saúde – Ministério da Saúde para as pesquisas em seres humanos e foi aprovado por este comitê em 08/08/2006. The Research Ethics Committee of the School of Dentistry of Piracicaba - State University of Campinas, certify that project "Effect of the X radiation on microtensile bond strength of adhesive systems", register number 105/2006, of SANDRO LUIS BISCARO, comply with the recommendations of the National Health Council – Ministry of Health of Brazil for researching in human subjects and was approved by this committee at Prof. Jacks Jorge Junior CEP/FOP/UNICAMP Coordenador FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE PIRACICABA **COMITÊ DE ÉTICA EM PESQUISA UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS** CERTIFICADO Nota: O título do protocolo aparece como fornecido pelos pesquisadores, sem qualquer edição. Notice: The title of the project appears as provided by the authors, without editing. Gurado CEP/FOP/UNICAMP Profa. Cer 08/08/2006.

## ANEXO