

## Efeitos da aplicação de resina hidrofóbica sobre a resistência de união de adesivos autocondicionantes de frasco único

Janaína Freitas BORTOLATTO<sup>a</sup>, Fabiana TAKATSUI<sup>a</sup>, Osmir Batista de OLIVEIRA JUNIOR<sup>a</sup>,  
Marcelo Ferrarezzi ANDRADE<sup>a</sup>, Milton Carlos KUGA<sup>a</sup>, Edson Alves CAMPOS<sup>a</sup>

<sup>a</sup>Departamento de Odontologia Restauradora, Faculdade de Odontologia,  
UNESP – Univ Estadual Paulista, 14801-903 Araraquara - SP, Brasil

Bortolato JF, Takatsui F, Oliveira Junior OB, Andrade MF, Kuga MC, Campos EA. Effect of additional hydrofobic layer on the microtensile bond strenght of all-in-one adhesive systems. Rev Odontol UNESP. 2011; 40(3): 113-117.

### Resumo

**Introdução:** Sabe-se que sistemas adesivos autocondicionantes podem atuar como membranas semipermeáveis, o que pode comprometer a adesão. **Objetivo:** Buscou-se avaliar os efeitos da aplicação adicional de resina hidrofóbica sobre a resistência de união à microtração de sistemas adesivos autocondicionantes de frasco único sobre dentina bovina. **Material e método:** Sessenta incisivos bovinos tiveram a face vestibular desgastada até se obter superfície dentinária plana. Foram utilizados os seguintes sistemas adesivos: Clearfil Tri S Bond (CTSB), AdheSE One (ADO) e One Coat 7.0 (OC). Os sistemas adesivos foram testados com (G4, G5, G6) e sem (G1, G2, G3) a aplicação de camada adicional de material hidrofóbico do mesmo fabricante (Clearfil SE Bond, AdheSE e One Coat SE, respectivamente), resultando em seis grupos experimentais (n = 10). Após o procedimento adesivo, resina composta Z-350 foi inserida em três incrementos de 1 mm. Todo o procedimento adesivo restaurador foi executado sob pressão pulpar simulada e o teste de microtração foi executado imediatamente após a polimerização da resina composta. Os dados obtidos foram submetidos à ANOVA e ao teste de Tukey (p < 0,05). **Resultado:** Para todos os adesivos testados, os piores resultados foram observados nos grupos em que a camada adicional de resina hidrofóbica não foi aplicada. **Conclusão:** A aplicação de camada adicional de material hidrofóbico pode melhorar a resistência de união de sistemas adesivos autocondicionantes de passo único.

**Palavras-chave:** Sistemas adesivos; resistência de união; resinas compostas.

### Abstract

**Introduction:** It is known that self-etching adhesive systems can act as semi-permeable membranes. **Objective:** Evaluate the effects of additional layer of hydrophobic resin on the microtensile bond strength of self-etching one-bottle adhesives. **Material and method:** Sixty bovine incisors were used in this study. The facial enamel surfaces of the crowns were abraded with silicon carbide paper to expose flat, mid-coronal dentin surfaces. The following adhesives were used: Clearfil Tri S Bond (CTSB), AdheSE One (ADH) and One Coat 7.0 (OC). Each material was tested with and without applying an additional layer of hydrophobic material from the same manufacturer. Z-350 composite resin was inserted in three 1 mm increments. All adhesive restorative procedure was performed under simulated pulpal pressure and the microtensile test was performed immediately after curing the composite resin. Data were submitted to ANOVA and Tukey test (p < 0.05). **Result:** For all adhesives tested, the worst results were observed in groups which the additional layer of hydrophobic resin was not applied. **Conclusion:** The application of additional layer of hydrophobic material can improve the adhesion of self-etching all-in-one adhesive systems.

**Keywords:** Adhesive systems; bond strength; composite resins.

## INTRODUÇÃO

Desde sua introdução no mercado, os sistemas adesivos passaram por modificações em suas formulações e seus mecanismos de ação para aumentar os valores de resistência de união, sobretudo em dentina. Nos últimos anos, as empresas vêm procurando desenvolver materiais com técnica simplificada, o que diminui o tempo de aplicação clínica e reduz problemas de sensibilidade à técnica. Dentre os materiais presentes atualmente no mercado, encontram-se sistemas adesivos convencionais – que requerem o condicionamento prévio da estrutura dental, normalmente efetuado com ácido fosfórico com concentração entre 30 e 40% – e sistemas adesivos autocondicionantes, que dispensam o condicionamento prévio com ácido fosfórico, pois possuem a capacidade de condicionar a estrutura dentária<sup>1</sup>.

Os sistemas adesivos autocondicionantes são compostos de altas concentrações de monômeros resinosos hidrofílicos, monômeros resinosos iônicos ou ambos<sup>2</sup>, criando revestimentos finos<sup>3,4</sup> que podem ter a polimerização comprometida pelo oxigênio, resultando em uma camada adesiva pouco polimerizada<sup>5</sup>. Como o solvente evapora após a aplicação do material, os sistemas adesivos autocondicionantes de frasco único podem se comportar como uma membrana semipermeável após polimerização<sup>6</sup>. Esse fenômeno é provocado pela falta de uma camada adesiva hidrofóbica<sup>6-9</sup>, o que permite uma rápida transudação do fluido dentinário através dos adesivos polimerizados<sup>10,11</sup>. Os resultados de alguns estudos indicam que a utilização de uma camada adesiva adicional de resina hidrofóbica poderia se contrapor às desvantagens dos sistemas adesivos autocondicionantes e melhorar sua eficácia<sup>12-15</sup>.

Assim, o objetivo deste estudo é determinar a influência da aplicação adicional de resina hidrofóbica sobre a resistência de união à microtração de sistemas adesivos autocondicionantes de frasco único sobre dentina bovina.

## MATERIAL E MÉTODO

Foram empregados neste estudo 60 incisivos bovinos, conservados em solução de timol a 1% até o momento de sua utilização. Estes dentes tiveram sua porção radicular seccionada com disco diamantado em baixa rotação (Isomet 1000, Buehler Ltda., Lake Bluff, IL, USA) e a abertura relativa ao tecido pulpar foi selada com sistema adesivo e resina composta (Optibond FL, Kerr Co., Orange, CA, USA/Z350, 3M Espe, MN, USA). Realizou-se todo o procedimento adesivo-restaurador sob pressão pulpar simulada. Um tubo metálico foi inserido no interior da câmara pulpar e foi selado com sistema adesivo com carga (Optibond FL, Kerr Co., Orange, CA, USA). Uma mangueira de silicone foi conectada a esse tubo, com sua outra extremidade interligada a um reservatório preenchido com soro fisiológico, posicionado 30 cm acima da bancada de trabalho. Os dentes foram evacuados com uma bomba a vácuo e imediatamente preenchidos com soro fisiológico. Assim, foi simulada uma pressão hidrostática de aproximadamente 22 mm.Hg<sup>-1</sup>.

Os dentes tiveram sua superfície vestibular desgastada com lixa de granulação 240 e a superfície vestibular obtida foi regularizada com lixas de granulações 320 e 600, com o objetivo de padronizar a *smear layer*. Foram testados sistemas adesivos autocondicionantes de passo único – G1: Clearfil Tri S Bond (CTSB), G2: AdheSE One (ADO) e G3: One Coat (OC). O sistema adesivo CTSB (Kuraray CO., Osaka, Japan) foi aplicado sobre a superfície e, após 20 segundos, recebeu a aplicação de jato de ar, sendo então fotopolimerizado por 10 segundos. O sistema ADO (Ivoclar Vivadent AG, Schaan, Liechtenstein) foi aplicado e esfregado sobre a superfície por 30 segundos, secado com jato de ar e fotopolimerizado por 10 segundos. O sistema OC (Coltène, Cuyahoga Falls, Ohio) foi aplicado de forma ativa por 20 segundos, seguido por aplicação de jato de ar e fotopolimerização por 30 segundos. Cada material foi testado com e sem a aplicação de camada adicional de material hidrofóbico do mesmo fabricante – G4: Clearfil SE Bond (CSEB - Kuraray CO, Osaka, Japan), G5: AdheSE (ADH - Ivoclar Vivadent AG, Schaan, Liechtenstein) e G6: One Coat SE (OCSE - Coltène, Cuyahoga Falls, Ohio).

Após o procedimento de adesão, foi utilizada resina composta nanoparticulada na cor A3 para confecção dos espécimes (Z-350, 3M Espe, MN, USA). Esse material foi acomodado sobre a superfície dentinária em três incrementos de 1 mm de espessura, sendo cada camada polimerizada por 40 segundos com o auxílio do aparelho Bluephase (Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein), com intensidade de luz de 1200 mW.cm<sup>-2</sup> avaliada com radiômetro (LED Radiometer, Demetron, Kerr, Orange, CA, USA).

Para realização dos testes de microtração, os dentes foram seccionados perpendicularmente à interface adesiva, obtendo-se fatias de 1 mm de espessura. Cada fatia foi então desgastada em sua interface adesiva com ponta diamantada extrafina (Komet, Lemgo, Germany), para reduzir a área de adesão para aproximadamente 1 mm<sup>2</sup>. As mensurações das medidas foram realizadas com paquímetro digital (Absolute 500-762, Mitutoyo, Tokyo, Japan). Os espécimes foram fixados em matriz metálica utilizando-se cianoacrilato, sendo posicionados em máquina de testes universal (MTS 810, MTS Systems Corporation, Minneapolis, MN, USA). O teste foi realizado com velocidade de 1,0 mm/min. Para cada grupo do estudo, foram testados dez espécimes (n = 10). Os dados obtidos foram submetidos à análise de variância (ANOVA) 2-fatores e as diferenças entre os grupos foram determinadas pelo teste de Tukey (p < 0,05), utilizando-se o programa estatístico BioEstat 5.0 (Instituto Mamirauá, Brasil).

## RESULTADO

Para todos os adesivos testados, houve aumento da resistência de união quando a camada adicional de resina hidrofóbica foi aplicada. No entanto, não houve diferenças estatisticamente significantes quando comparados os três grupos com aplicação da camada adicional de resina hidrofóbica, bem como entre os três grupos sem aplicação dessa camada. Os resultados obtidos estão apresentados na Tabela 1.

**Tabela 1.** Médias e desvio padrão (DP) para resistência de união à microtração (MPa) para sistemas adesivos autocondicionantes (CTSB, ADH, OC), com e sem a aplicação de camada adicional de resina hidrofóbica (ANOVA e Tukey –  $p < 0,05$ )

Grupos	Média (DP)	
	Sem camada adicional	Com camada adicional
CTSB	18,7 (3,99) <sup>aA</sup>	24,18 (6,24) <sup>aB</sup>
ADH	15,17 (4,20) <sup>aA</sup>	22,97 (4,14) <sup>aB</sup>
OC	19,21 (5,16) <sup>aA</sup>	26,28 (4,61) <sup>aB</sup>

Na mesma coluna, letras minúsculas iguais significam ausência de diferença estatística; na mesma linha, letras maiúsculas iguais significam ausência de diferença estatística.

## DISCUSSÃO

Os dentes bovinos foram os substratos escolhidos para a realização deste estudo por possuírem características histológicas semelhantes às observadas em dentes humanos, sendo considerados substitutos viáveis para pesquisas laboratoriais<sup>16</sup>. Embora não seja considerada uma substituta perfeita para a dentina humana<sup>17</sup>, a dentina de dentes bovinos permite a obtenção de uma amostra mais homogênea com relação às características histológicas e também de espécimes com condutância hidráulica dentinária semelhante. Em virtude desses fatores, esse substrato tem sido rotineiramente usado em testes de resistência adesiva<sup>18,19</sup>.

Neste estudo, para melhor simular as condições encontradas na cavidade bucal, foi empregada a técnica de simulação de pressão hidrostática pulpar, com valores de pressão simulada previamente relatados<sup>20</sup>. Em relação aos testes de resistência de união, os existentes atualmente não são capazes de simular suficientemente bem o ambiente bucal, mas oferecem valiosas informações sobre o desempenho de protocolos clínicos. No presente estudo, empregou-se o teste de microtração, pois esse tipo de experimento oferece maiores possibilidades de obtenção dos valores de adesão propriamente ditos e não da resistência coesiva do material restaurador ou da dentina<sup>21</sup>.

Sistemas adesivos autocondicionantes são caracterizados pela aplicação de um primer com propriedades ácidas sobre a dentina recoberta por smear layer<sup>22</sup>. O adesivo pode ser aplicado simultaneamente (sistemas adesivos de passo único) ou após a secagem do primer autocondicionante (sistemas adesivos de dois passos). Independentemente do número de passos necessários, os sistemas adesivos autocondicionantes são caracterizados pela desmineralização e pela impregnação simultânea do tecido dentário<sup>23</sup>.

Sidhu, Watson<sup>24</sup> (1998) foram os primeiros autores a descrever o fenômeno da micropermeabilidade. Estudos têm demonstrado que as camadas adesiva e híbrida obtidas com sistemas adesivos autocondicionantes são porosas, permitindo a permeação de fluidos<sup>6,25</sup>. Essa movimentação pode ocorrer rapidamente, levando ao acúmulo de líquido na superfície da camada adesiva. Além disso, a difusão de líquidos através da interface adesiva pode levar à deterioração dessa região com redução precoce dos valores de resistência de união<sup>19</sup>.

Esses resultados, entretanto, não foram observados em sistemas adesivos autocondicionantes de dois passos, provavelmente por causa da camada de adesivo hidrofóbico colocada sobre a superfície<sup>7</sup>. Ao aplicar uma camada adesiva hidrofóbica sobre uma superfície que foi tratada com um sistema adesivo autocondicionante de frasco único, a concentração de monômeros hidrofóbicos aumenta. Esse aumento pode explicar os maiores índices de retenção para os três sistemas adesivos utilizados neste estudo quando aplicada a camada adicional de resina hidrofóbica. Além disso, o aumento da espessura da camada de adesivo leva a uma camada adesiva mais espessa e mais uniforme, com menor concentração de água e solvente, que reduz os efeitos negativos da contração de polimerização da resina composta<sup>26,27</sup>. Esses resultados estão de acordo com as investigações laboratoriais que indicaram que a conversão dos sistemas adesivos autocondicionantes de uma fase em sistemas autocondicionantes de duas fases poderia render melhores resultados de resistência à microtração<sup>13,28</sup>.

Os resultados deste estudo encontram-se, também, de acordo com as conclusões obtidas por Peuman et al.<sup>29</sup> (2005), quando realizaram revisão sistemática dos ensaios clínicos sobre a eficácia dos adesivos contemporâneos. Os autores concluíram que, embora haja uma tendência a usar procedimentos adesivos de aplicação simplificada, a simplificação parece levar a uma perda de eficácia. Além disso, os sistemas adesivos simplificados podem ser mais rápidos e mais fáceis de se usar clinicamente, mas a durabilidade resultante desses sistemas tem ainda de ser melhorada. Apenas os sistemas adesivos autocondicionantes de dois passos têm mostrado bom desempenho clínico e técnica menos sensível que os sistemas adesivos de um único frasco e sistemas convencionais de dois passos. A disponibilidade de um adesivo hidrofóbico, juntamente com o sistema adesivo autocondicionante de frasco único, daria a opção para selecionar o melhor modo de uso de um sistema adesivo com maior resistência de união.

## CONCLUSÃO

Os sistemas adesivos autocondicionantes de frasco único podem comprometer a adesão por funcionarem como membranas semipermeáveis; porém, quando se adicionou uma camada de material hidrofóbico, houve melhora na adesão.

## REFERÊNCIAS

1. Campos EA, Saad JRC, Oliveira Júnior OB, Porto Neto ST, Campos LA, Andrade MF. Efeito da inserção tardia de resina composta sobre a resistência de união de sistemas adesivos autocondicionantes. *Rev Sul Bras Odontol.* 2009;6:249-55.
2. Van Landuyt KL, De Munck J, Snauwaert J, Coutinho E, Poitevin A, Yoshida Y, et al. Monomer-solvent phase separation in one-step self-etch adhesives. *J Dent Res.* 2005;84:183-8. PMID:15668338. <http://dx.doi.org/10.1177/154405910508400214>
3. Ito S, Tay F, Hashimoto M, Yoshiyama M, Saito T, Brackett WW, et al. Effects of multiple coatings of two all-in-one adhesives on dentin bonding. *J Adhes Dent.* 2005;7:133-41. PMID:16052762.
4. Pashley EL, Agee KA, Pashley DH, Tay FR. Effects of one versus two applications of an unfilled, all-in-one adhesive on dentine bonding. *J Dent.* 2002;30:83-90. [http://dx.doi.org/10.1016/S0300-5712\(02\)00002-7](http://dx.doi.org/10.1016/S0300-5712(02)00002-7)
5. Rueggeberg FA, Margeson DH. The effect of oxygen inhibition on an unfilled/filled composite system. *J Dent Res.* 1990;69:1652-8. PMID:2212209. <http://dx.doi.org/10.1177/00220345900690100501>
6. Tay FR, Pashley DH, Suh BI, Carvalho RM, Itthagarun A. Single-step adhesives are permeable membranes. *J Dent.* 2002;30:371-82. [http://dx.doi.org/10.1016/S0300-5712\(02\)00064-7](http://dx.doi.org/10.1016/S0300-5712(02)00064-7)
7. Cheong C, King NM, Pashley DH, Ferrari M, Toledano M, Tay FR. Incompatibility of self-etch adhesives with chemical/dual-cured composites: two-step vs one-step systems. *Oper Dent.* 2003;28:747-55. PMID:14653290.
8. Tay FR, Pashley DH, Suh B, Carvalho R, Miller M. Single-step, self-etch adhesives behave as permeable membranes after polymerization, part I: bond strength and morphologic evidence. *Am J Dent.* 2004;17:271-8. PMID:15478490.
9. Tay FR, Pashley DH, Garcia-Godoy F, Yiu CK. Single-step, self-etch adhesives behave as permeable membranes after polymerization, part II: silver tracer penetration evidence. *Am J Dent.* 2004;17: 315-22. PMID:15575440.
10. Hashimoto M, Ito S, Tay FR, Svizero NR, Sano H, Kaga M, et al. Fluid movement across the resin-dentin interface during and after bonding. *J Dent Res.* 2004;83:843-8. PMID:15505233. <http://dx.doi.org/10.1177/154405910408301104>
11. Itthagarun A, Tay FR, Pashley DH, Wefel JF, Garcia-Godoy F, Wei SH. Single step, self-etch adhesives behave as permeable membranes after polymerization, part III: evidence from fluid conductance and artificial caries inhibition. *Am J Dent.* 2004;17: 394-400. PMID:15724748.
12. Brackett WW, Ito S, Tay FR, Haisch LD, Pashley DH. Microtensile dentin bond strength of self-etching resins: effect of a hydrophobic layer. *Oper Dent.* 2005;30:733-8. PMID:16382596.
13. King NM, Tay FR, Pashley DH, Hashimoto M, Ito S, Brackett WW, et al. Conversion of one-step to two-step self-etch adhesives for improved efficacy and extended application. *Am J Dent.* 2005;18:126-34. PMID:15973833.
14. Nakaoki Y, Sasakawa W, Horiuchi S, Nagano F, Ikeda T, Tanaka T, et al. Effect of double-application of all-in-one adhesives on dentin bonding. *J Dent.* 2005;33:765-72. PMID:16199285. <http://dx.doi.org/10.1016/j.jdent.2005.02.007>
15. De Silva AL, Lima DA, de Souza GM, dos Santos CT, Paulillo LA. Influence of additional adhesive application on the microtensile bond strength of adhesive systems. *Oper Dent.* 2006;31:562-8. PMID:17024944. <http://dx.doi.org/10.2341/05-98>
16. Nakamichi I, Iwako M, Fusayama T. Bovine teeth as possible substitutes in the adhesion test. *J Dent Res.* 1983 Oct;62:1076-81. PMID:6352757. <http://dx.doi.org/10.1177/00220345830620101501>
17. Bouillaguet S, Gysi P, Wataha JC, Ciucchi B, Cattani M, Godin C, et al. Bond strength of composite to dentin using conventional, one-step, and self-etching adhesive systems. *J Dent.* 2001;29:55-61. [http://dx.doi.org/10.1016/S0300-5712\(00\)00049-X](http://dx.doi.org/10.1016/S0300-5712(00)00049-X)
18. Ando S, Watanabe T, Tsubota K, Yoshida T, Irokawa A, Takamizawa T, et al. Effect of adhesive application methods on bond strength to bovine enamel. *J Oral Sci.* 2008;50:181-6. PMID:18587208. <http://dx.doi.org/10.2334/josnusd.50.181>
19. Asaka Y, Yamaguchi K, Inage H, Takamizawa T, Kurokawa H, Rikuta A, et al. Effect of thermal cycling on bond strengths of single-step self-etch adhesives to bovine dentin. *J Oral Sci.* 2006;48:63-9. PMID:16858134. <http://dx.doi.org/10.2334/josnusd.48.63>
20. Campos EA, Correr GM, Leonardi DP, Barato Filho F, Gonzaga CC, Zielak JC. Chlorhexidine diminishes the loss of bond strength over time under simulated pulpal pressure and thermo-mechanical stressing. *J Dent.* 2009;37:108-14. PMID:19022552. <http://dx.doi.org/10.1016/j.jdent.2008.10.003>
21. Breschi L, Mazzoni A, Ruggeri A, Cadenaro M, Di Lenarda R, De Stefano Dorigo E. Dental adhesion review: aging and stability of the bonded interface. *Dent Mater.* 2008;24:90-101. PMID:17442386. <http://dx.doi.org/10.1016/j.dental.2007.02.009>
22. Cadenaro M, Antonioli F, Sauro S, Tay FR, Di Lenarda R, Prati C, et al. Degree of conversion and permeability of dental adhesives. *Eur J Oral Sci.* 2005;113:525-30. PMID:16324144. <http://dx.doi.org/10.1111/j.1600-0722.2005.00251.x>
23. Li H, Wang WM, Yu SL, Wen Q. Morphological and microtensile bond strength evaluation of three adhesive systems to caries-affected human dentine with chemomechanical caries removal. *J Dent.* 2011;39:332-9. PMID:21333713. <http://dx.doi.org/10.1016/j.jdent.2011.02.004>
24. Sidhu SK, Watson TF. Interfacial characteristics of resin-modified glass-ionomer materials: a study on fluid permeability using confocal fluorescence microscopy. *J Dent Res.* 1998;77:1749-59. PMID:9759672. <http://dx.doi.org/10.1177/00220345980770091101>
25. Chersoni S, Suppa P, Grandini S, Goracci C, Monticelli F, Yiu C, et al. In vivo and in vitro permeability of one-step self-etch adhesives. *J Dent Res.* 2004;83:459-64. PMID:15153452. <http://dx.doi.org/10.1177/154405910408300605>
26. Choi KK, Condon JR, Ferracane JL. The effects of adhesive thickness on polymerization contraction stress of composite. *J Dent Res.* 2000;79:812-17. PMID:10765953. <http://dx.doi.org/10.1177/00220345000790030501>

27. Koike T, Hasegawa T, Itoh K, Yukitani W, Yamashita T, Wakumoto S, et al. Effect of multiple application of a dentin adhesive on contraction gap width of a resin-based composite. *Am J Dent*. 2002;15:159-63. PMID:12469752.
28. Reis A, Albuquerque M, Pegoraro M, Mattei G, Bauer JR, Grande RH, et al. Can the durability of one-step self-etch adhesives be improved by double application or by an extra layer of hydrophobic resin. *J Dent*. 2008;36:309-15. PMID:18353520. <http://dx.doi.org/10.1016/j.jdent.2008.01.018>
29. Peumans M, Kanumilli P, De Munk J, Van Landuyt K, Lambrechts P, Van Meerbeek B. Clinical effectiveness of contemporary adhesives: a systematic review of current clinical trials. *Dent Mater*. 2005;21:864-81. PMID:16009415. <http://dx.doi.org/10.1016/j.dental.2005.02.003>

## AUTOR PARA CORRESPONDÊNCIA

---

Janaina Freitas Bortolatto  
Departamento de Odontologia Restauradora, Faculdade de Odontologia,  
UNESP – Univ Estadual Paulista, 14801-903 Araraquara - SP, Brasil  
e-mail: janainabortolatto@yahoo.com.br; janainabortolatto@hotmail.com

Recebido: 16/12/2010

Aceito: 30/06/2011