

PONTIFÍCIA UNIVERSIDADE CATÓLICA DE MINAS GERAIS
Programa de Pós-graduação em Odontologia

Lucas Rodarte Abreu Araújo

**AVALIAÇÃO DA RESISTÊNCIA DE UNIÃO DE UM SISTEMA ADESIVO
CONVENCIONAL DE TRÊS PASSOS MODIFICADO POR
PARTÍCULAS DE BETA-TCP**

Belo Horizonte

2017

Lucas Rodarte Abreu Araújo

**AVALIAÇÃO DA RESISTÊNCIA DE UNIÃO DE UM SISTEMA ADESIVO
CONVENCIONAL DE TRÊS PASSOS MODIFICADO POR
PARTÍCULAS DE BETA-TCP**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-graduação em Odontologia da Pontifícia Universidade Católica de Minas Gerais, como requisito parcial para a obtenção do título de Mestre em Odontologia, Área de Concentração em Clínicas Odontológicas, Área Temática: Prótese Dentária.

Linha de Pesquisa: Propriedades físicas, químicas e biológicas dos materiais odontológicos.

Orientador: Prof. Dr. Alberto Nogueira da Gama Antunes

Belo Horizonte

2017

FICHA CATALOGRÁFICA

Elaborada pela Biblioteca da Pontifícia Universidade Católica de Minas Gerais

A663a Araújo, Lucas Rodarte Abreu
Avaliação da resistência de união de um sistema adesivo convencional de três passos modificado por partículas de Beta-TCP / Lucas Rodarte Abreu Araújo. Belo Horizonte, 2017.
52 f. : il.

Orientador: Alberto Nogueira da Gama Antunes
Dissertação (Mestrado) – Pontifícia Universidade Católica de Minas Gerais.
Programa de Pós-Graduação em Odontologia

1. Adesivos dentários. 2. Resistência à tração. 3. Materiais dentários. 4. Resinas compostas. 5. Ataque ácido dentário. I. Antunes, Alberto Nogueira da Gama. II. Pontifícia Universidade Católica de Minas Gerais. Programa de Pós-Graduação em Odontologia. III. Título.

SIB PUC MINAS

CDU: 616.314:615.46

Lucas Rodarte Abreu Araújo

AVALIAÇÃO DA RESISTÊNCIA DE UNIÃO DE UM SISTEMA ADESIVO CONVENCIONAL DE TRÊS PASSOS MODIFICADO POR PARTÍCULAS DE BETA-TCP

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-graduação em Odontologia da Pontifícia Universidade Católica de Minas Gerais, como requisito parcial para obtenção do título de Mestre em Odontologia. Área de Concentração: Clínicas Odontológicas – Área Temática: Prótese Dentária.

COMPOSIÇÃO DA BANCA EXAMINADORA:

- 1- Prof. Dr. Ricardo Rodrigues Vaz – UFMG
- 2- Prof. Dr. Paulo Isaias Seraidarian – PUC Minas
- 3- Prof. Dr. Alberto Nogueira da Gama Antunes – PUC Minas

DATA DA APRESENTAÇÃO E DEFESA: 12 de julho de 2017

A dissertação, nesta identificada, foi aprovada pela Banca Examinadora

Prof. Dr. Alberto Nogueira da Gama Antunes

Orientador

Prof. Dr. Rodrigo Villamarim Soares

Coordenador do Programa de Pós-graduação em Odontologia

AGRADECIMENTOS

A Deus, pela oportunidade de estar aqui e permitir que eu evolua espiritualmente e intelectualmente.

A minha amada companheira Sarah, pelo carinho e compreensão que sempre me deram fé e forças para continuar.

Aos meus pais, Antônio e Maria Aparecida pelo apoio constante, por sempre acreditarem em mim e por fazerem de tudo para que eu tenha sucesso e seja feliz.

A Dr^a Maria Aparecida Rodarte, como profissional, por estar sempre presente e suprir minhas ausências no consultório, para que eu pudesse prosperar nos estudos.

Ao meu irmão Marcos, pelo companheirismo e por demonstrar que sempre terei um amigo em quem confiar.

Aos meus avós, Niolandes, Gédina, José e Elza por serem minha inspiração de luta, coragem e honestidade.

Aos familiares, irmãos de república e amigos, por estarem sempre presentes.

Aos colegas de mestrado, em especial meus companheiros Rodrigo Capatti, Aloísio Araújo e Marco Xambre, por dividirem tantos conhecimentos e experiências.

Ao Dr. Alberto Nogueira da Gama Antunes, meu orientador, que mesmo com todas as reponsabilidades pessoais e profissionais que a vida exige, foi íntegro, gentil e paciente com todas minhas dificuldades; demonstrando o quanto a pesquisa é importante para a evolução profissional.

Ao Dr. Paulo Isaias Seraidarian, exemplo de profissional e pessoa, que nos ensinou muito além da odontologia. É uma honra ter a oportunidade de conviver com esse grande homem.

Ao Laboratório do Departamento de Odontologia Restauradora da Faculdade de Odontologia da UFMG, em especial ao Bruno Lourenço, pela ajuda constante.

Ao Dr. Ricardo Vaz, professor da Faculdade de Odontologia da UFMG, por ceder os meios para realização do trabalho.

À Dra. Mônica Yamauti e Dra. Claudia Silami, professoras da Faculdade de Odontologia da UFMG, pelo apoio constante.

Ao Professor Guilherme, do Departamento de Química, pelos conselhos.

A todos que estiveram presentes durante esse processo colaborando de alguma forma com o crescimento e amizade.

“Plante um pensamento, colha uma ação; plante uma ação, colha um hábito; plante um hábito, colha um caráter; plante um caráter, colha um destino.” (STEPHEN COVEY).

RESUMO

A proposta deste estudo foi avaliar a resistência de união e o padrão de fratura de um adesivo odontológico de três passos, com ou sem a adição de partículas de Beta-tricálcio fosfato (β -TCP) na solução de primer do sistema. Para tanto, o sistema adesivo Scotch Bond Multipurpose (SBMP) (3M ESPE), de 3 passos, foi usado para a adesão de 12 dentes molares humanos. Cada molar foi seccionado perpendicularmente em seu longo eixo por dois cortes: cerca de 2 mm acima da linha esmalte-cimento e 2 mm abaixo da superfície oclusal. Sendo assim, discos de dentina foram produzidos, os quais foram aleatoriamente distribuídos nas seguintes condições experimentais: G1, controle; G2, *primer* modificado com 0,5% em peso de β -TCP; G3, *primer* modificado com 2% em peso de β -TCP. Cada condição foi composta por 4 discos para adesão. Após limpeza, a câmara pulpar dos discos de dentina foi tratada com ácido fosfórico 35% em gel (15 segundos), primer e adesivo do sistema SBMP para restauração da região pulpar com resina composta Z 100 (3M ESPE) e armazenados em água destilada por 24 horas. Em seguida, os discos tiveram suas superfícies tratadas com ácido fosfórico 35% em gel durante 15 segundos e o primer, modificado ou não por β -TCP, foi aplicado sobre a dentina condicionada com auxílio de microbrush, ativamente, por 20 segundos. A resina adesiva do SBMP cobriu toda a superfície de dentina do disco, sobre o primer, com fotoativação (Valo, Ultradent) realizada por 20 segundos e, posteriormente, os dentes foram restaurados com resina composta Z 100 (3M ESPE). Vinte e quatro horas depois, cada disco de dentina restaurado foi seccionado para a obtenção de corpos de prova com o formato de pequenos palitos, com área de secção transversal de aproximadamente 1 mm, utilizados para o ensaio de tração. Além disso, amostras dos corpos de prova fraturados foram levadas em microscópio eletrônico de varredura (MEV) para análise do padrão de fratura. Análise estatística dos valores obtidos nos ensaios de tração revelaram que não houve diferença significativa entre o sistema adesivo controle e adesivo modificado com β -TCP. Além disso, o padrão de fratura avaliado em MEV foi predominantemente misto, em todas as condições experimentais, observando-se níveis de fratura que variavam entre resina, adesivo, camada híbrida e dentina. Conclui-se que as modificações propostas não alteraram mecanicamente os adesivos nas condições testadas.

Palavras-chave: Adesivos dentinários. Resistência à tração. MEV.

ABSTRACT

The aim of this study was to evaluate the bond strength and fracture pattern of a three-step dental adhesive, with or without addition of Beta-tricalcium phosphate (β -TCP) particles in primer solution of the system. The three-step Scotch Bond Multipurpose adhesive (SBMP) (3M ESPE) was used for adhesion of 12 human molar teeth. Each molar was sectioned perpendicularly on its long axis by two cuts: about 2 mm above the enamel-cement line and 2 mm below the occlusal surface. Thus, dentin disks were produced, which were randomly distributed in the following experimental conditions: G1, control; G2, primer modified with 0.5% by weight of β -TCP; G3, primer modified with 2% by weight of β -TCP. Each condition consisted of 4 discs for adhesion. After cleaning, the pulp chamber of the dentin discs was treated with 35% phosphoric acid gel (15 seconds), primer and adhesive of the SBMP system for restoration of pulp region with Z 100 composite resin (3M ESPE) and stored in distilled water by 24 hours. Then, the disks were treated with 35% phosphoric acid gel for 15 seconds and primer, modified or not by β -TCP, was applied actively, for 20 seconds. The SBMP adhesive resin covered the entire dentin surface of the disk, on the primer, with photo activation (Valo, Ultradent) performed for 20 seconds, and then the teeth were restored with composite resin Z 100 (3M ESPE). Twenty-four hours later, each restored dentin disc was sectioned to obtain specimens in the shape of small toothpicks, with a cross-sectional area of approximately 1mm, used for the tensile test. In addition, samples of the fractured specimens were taken by scanning electron microscopy to analyze the fracture pattern. Statistical analysis of the values obtained in the tensile tests revealed that there was no significant difference between the control adhesive system and the β -TCP modified patch. In addition, the fracture pattern evaluated in SEM was predominantly mixed in all experimental conditions, with fracture levels varying between resin, adhesive, hybrid layer and dentin. It was concluded that the proposed modifications did not mechanically alter the adhesives under the conditions tested.

Keywords: Dentin-bonding agents. Tensile strength. MEV.

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	15
1.1 Dentina	16
1.2 Sistemas adesivos	16
1.3 Partículas bioativas.....	18
2 OBJETIVOS.....	21
2.1 Objetivo geral	21
2.2 Objetivos específicos.....	21
3 MATERIAL E MÉTODOS	23
3.1 Grupos experimentais, aplicação dos adesivos e produção das restaurações.....	23
3.2 Produção dos corpos de prova.....	25
3.3 Ensaio de tração.....	25
3.4 Padrão de fratura.....	26
3.5 Produção das soluções do primer.....	26
3.6 Análise estatística	27
4 ARTIGO	29
5 CONSIDERAÇÕES FINAIS	45
REFERÊNCIAS.....	47
ANEXO A – Parecer consubstanciado do CEP.....	51

1 INTRODUÇÃO

A utilização das resinas compostas como material restaurador é uma realidade na odontologia. Baseados em monômeros de metacrilato e carregados com partículas de carga inorgânica, esses compósitos necessitam de um sistema adesivo que promova a união desses aos tecidos dentários. Dentre os fatores que podem afetar essa integridade adesiva, pode-se citar a contração de polimerização desses materiais, desvantagem importante cujas consequências finais, como micro infiltração e cárie secundária, podem levar à falhas nas restaurações (BRUNTHALER et al., 2003).

O desenvolvimento de materiais a base de compósito com potencial antibacteriano apresenta redução das propriedades mecânicas dos mesmos (IMAZATO, 2003; LEUNG et al., 2005). Visto que a propriedade antibacteriana é necessária, principalmente na interface entre o material restaurador e o dente, seria mais eficaz incluir agentes antibacterianos nos materiais utilizados como base para a restauração, como os sistemas adesivos (MEHDAWI et al., 2009).

Sistemas adesivos conhecidos como de três passos utilizam como etapa prévia o condicionamento ácido da estrutura dentária, com o objetivo de obter interligação satisfatória entre o adesivo e dente. Seria vantajoso que esse sistema, além de possuir propriedade antibacteriana, ao penetrar na camada de colágeno desmineralizada, liberasse partículas de algum componente que teria a capacidade de remineralizar a estrutura do dente não alcançada pelo adesivo (MEHDAWI et al., 2009).

Biomateriais a base de fosfato de cálcio são conhecidos pela sua alta biocompatibilidade (YUAN et al., 2000). A combinação de partículas bioativas de β -Tricálcio Fosfato (β -TCP) e água leva a uma reação final de precipitação de dicálcio fosfato diidratado (MEHDAWI et al., 2009), fato que pode trazer as vantagens citadas anteriormente.

Sendo assim, seria de grande impacto na odontologia restauradora que os procedimentos de adesão e restauração dos tecidos dentários apresentassem atividades de remineralização e reparação desses tecidos, ao mesmo tempo que houvesse a manutenção, ou a melhora, das propriedades mecânicas dos compósitos restauradores. O objetivo desse estudo foi avaliar a resistência de união do acréscimo de partículas bioativas de β -TCP num sistema adesivo de três passos.

1.1 Dentina

A dentina é um substrato úmido, o que o torna diferente do esmalte quando se trata de adesão (PASHLEY et al., 2011).

A formação da dentina, denominada dentinogênese, ocorre graças a produção de células chamadas odontoblastos. A localização desses odontoblastos, na região do teto da câmara pulpar, é de extrema importância para a configuração estrutural da dentina, visto que tais células emitem prolongamentos em direção ao esmalte, responsáveis pela presença dos túbulos dentinários (TEN CATE, 2001). Os túbulos dentinários representam o trajeto dos prolongamentos odontoblásticos (MJÖR, 2009), são mais frequentes e de maior diâmetro a medida que se aproximam da polpa dentária e, conseqüentemente, mais permeáveis (HEBLING; CASTRO; COSTA, 2007). O resultado final da configuração peculiar do substrato dentinário é que os sistemas adesivos recebem influência direta de moléculas de água que podem criar defeitos ao longo da interface formada entre o adesivo e a dentina.

O condicionamento ácido do tecido dentinário promove a exposição da malha de colágeno desprovida de hidroxiapatita, sugerindo a remoção do cálcio e do fosfato daquela matriz. Sendo assim, o primeiro mecanismo de adesão dos sistemas adesivos é baseado em difusão, dependente da infiltração desse adesivo na matriz colágena desmineralizada (van MEERBEEK et al., 2003).

A dentina em associação com os materiais restauradores resinosos compõe um sistema altamente complexo, onde os adesivos se relacionam com a camada de colágeno desmineralizada formando a camada híbrida (LEME et al., 2015).

O problema mais comum após condicionamento, adesão e restauração em dentina é a durabilidade limitada da interface resina-dentina (MUNCK; LANDUYT; PEUMANS, 2005) causada pela absorção de água e hidrólise nessa interface (ITO et al., 2005) e pela degeneração de fibrilas de colágeno através de metaloproteinases de matriz endógena (MMP) derivadas da dentina desmineralizada (PASHLEY, 2004).

1.2 Sistemas adesivos

O grupo de Nakabayashi (1982) foi o primeiro a demonstrar que as resinas compostas poderiam infiltrar-se na dentina após o condicionamento ácido para formar

uma nova estrutura formada por uma matriz adesiva reforçada por fibras colágenas, cujo nome seria camada híbrida (PASHLEY et al., 2011).

Os sistemas adesivos de três passos são os mais antigos comercializados. A separação das etapas de ataque ácido, primer e adesivo oferece flexibilidade terapêutica maior do que os sistemas simplificados de dois passos ou passo único. Cada passo tem importância fundamental para o resultado final de vedamento da interface entre dente e material restaurador (PASHLEY et al., 2011).

Nos sistemas adesivos de três passos o tecido dentinário recebe tratamento com ácido fosfórico a 35%, a fim de obter adequada interligação entre o composto e a estrutura do dente. Esse condicionamento deixa a camada de colágeno desmineralizada, dentro da qual os sistemas adesivos fluidos e hidrofílicos podem penetrar. Todavia essa penetração ocorre com diferentes graus de ligação e de vedamento. Para que a ação antibacteriana dos adesivos seja alcançada seria benéfico que ocorresse liberação de fosfato de cálcio, por exemplo. Essa liberação poderia ajudar na remineralização de estruturas ácido condicionadas e não envolvidas pelo adesivo e poderia atuar na reparação da camada híbrida danificada por ação enzimática, ciclo térmico e carga oclusal (MEHDAWI et al., 2009).

Todavia, a utilização dos sistemas que preconizam o condicionamento ácido total exige que o tecido dentinário se mantenha com umidade relativa para evitar o colapamento das fibras colágenas desmineralizadas. A maior dificuldade em tais sistemas é justamente a sensibilidade técnica em definir qual é a umidade ideal, visto que adesivos com diferentes solventes e aplicações técnicas podem ser utilizados. Além disso, numa mesma restauração tem-se dentinas com diferentes graus de permeabilidade para a água proveniente do tecido pulpar, fato que torna ainda mais imprevisível a definição de umidade ideal para resultados satisfatórios em adesão e ausência de sensibilidade pós-operatória (TAY; PASHLEY, 2003).

Adesivos autocondicionantes têm como características específicas a presença de monómeros ácidos que condicionam e preparam o tecido dentinário simultaneamente durante sua aplicação, o que os torna mais simples de serem utilizados pelos profissionais: menos etapas e exclusão da subjetividade da definição entre dentina ressecada e úmida (van MEERBEEK et al., 2011).

Os sistemas adesivos mais recentes, conhecidos como de passo único, apresentam características hidrofílicas marcantes e, conseqüentemente, são mais permeáveis a água de origem dentinária. Esta permeabilidade pode levar a grande

variedade de problemas, incluindo a degradação da interface resina e dentina (TAY; PASHLEY, 2003).

Os sistemas adesivos atuais presentes no mercado são projetados para produzir um desempenho clínico superior nas restaurações estéticas baseadas em adesão, porém os fabricantes não preconizam as propriedades antibacterianas desses materiais. Portanto, a maioria dos produtos comercializados não têm propriedades antibacterianas substancialmente confiáveis e até mesmo para aqueles materiais que foram testados para expor alguns efeitos antibacterianos, seu resultado clínico não foi o esperado (IMAZATO, 2003).

1.3 Partículas bioativas

Estudos tem demonstrado que a remineralização das regiões atingidas pelo condicionamento prévio a utilização dos adesivos pode ser vantajosa como estratégia para melhorar a qualidade e a longevidade da interface material restaurador e dentina. Partindo desse princípio o desenvolvimento de materiais restauradores que apresentem a capacidade de liberação de íons bioativos é um dos objetivos dos estudos em biomateriais odontológicos (SAURO et al., 2013).

A biocompatibilidade é uma propriedade comum de materiais a base de fosfato de cálcio, incluindo hidroxiapatita, cerâmicas bioativas, tricálcio fosfato (α -TCP e β -TCP). A principal razão para a biocompatibilidade de biomateriais de fosfato de cálcio é que o fosfato de cálcio é o principal constituinte inorgânico de tecidos duros e os íons livres de cálcio e fósforo podem ser utilizados no metabolismo (YUAN et al., 2000).

A similaridade de biomateriais a base de fosfosilicato de cálcio/sódio, tricálcio silicato e tricálcio fosfato com a fase inorgânica da dentina incentivou o estudo da aplicação de tais compostos em engenharia tecidual, com aplicação em endodontia e odontologia restauradora (OSORIO et al., 2012).

O objetivo atual na fabricação dos adesivos dentários é tornar a adesão duradoura em dentina e proteger as fibrilas de colágeno expostas após a ação do ácido, seja de forma isolada ou utilizando adesivos autocondicionantes. A incorporação de minerais nessa dentina desmineralizada é interessante, uma vez que o mineral precipitado pode funcionar atuar no sentido de diminuir a degradação na

interface adesiva (LIU et al., 2011).

Diversas partículas foram incorporadas nos sistemas adesivos segundo a literatura, com o objetivo de favorecer trocas iônicas e precipitação mineral com a camada híbrida. Dentre essas partículas, podemos citar: vidros bioativos, cimentos tipo Portland e fosfato de cálcio (OSORIO et al., 2012; PROFETA, 2014), todavia a incorporação desses minerais promoviam decréscimo importante nas propriedades mecânicas dos compósitos (SAURO et al., 2013).

A estratégia atual para reduzir a degradação da interface adesiva é denominada remineralização biomimética (SAURO; PASHLEY, 2016) e consiste em induzir a formação de cristais de apatita nas regiões de colágeno exposto e nos espaços internos da camada de adesivo (BRACKETT et al., 2011). Esse processo pretende imitar o processo natural de remineralização, preenchendo o colágeno da dentina desmineralizada nas regiões interfibrilar e intrafibrilar (CAO et al., 2015).

Recentemente o aumento do interesse pelos tratamentos minimamente invasivos levou a modalidades de tratamento com a mínima remoção de tecido dentário. Para tais intervenções haveria vantagens se os materiais restauradores possuem capacidades antibacterianas.

2 OBJETIVOS

2.1 Objetivo geral

Avaliar por meio de ensaios de tração a influência de acrescentar no primer partículas bioativas de Beta-TCP na resistência de união do sistema adesivo de três passos Scotch Bond Multipurpose.

2.2 Objetivos específicos

- a) avaliar a resistência de união por meio do ensaio de tração, do adesivo de 3 passos contendo soluções de *primers* modificados no período de armazenamento de 24 horas;
- b) avaliar o padrão de fratura na região de união dos corpos de prova fraturados;

3 MATERIAL E MÉTODOS

Para este estudo foram usados 12 molares humanos, livres de cárie e/ou restaurações, extraídos por razões ortodônticas, cirúrgicas ou periodontais. Após a extração os mesmos foram limpos e congelados (0°C).

O projeto foi encaminhado ao Comitê de Ética da Pontifícia Universidade Católica de Minas Gerais (PUC Minas) e recebeu aprovação sob número 60187016.0.0000.5137 (ANEXO A).

3.1 Grupos experimentais, aplicação dos adesivos e produção das restaurações

Quatro dentes foram utilizados para cada condição experimental, sendo as seguintes: G1, *primer* do sistema adesivo Scotchbond Multipurpose intacto (grupo controle); G2, *primer* do sistema adesivo Scotchbond Multipurpose (3M ESPE) modificado com 0,5% em peso de Beta Tricálcio Fosfato (β -TCP); G3, *primer* modificado com 2% em peso de β -TCP.

Antes da realização do procedimento de adesão e construção da restauração com resina composta, cada dente foi fixado em uma placa de acrílico com godiva levemente aquecida. Os dentes presos na placa foram seccionados em uma máquina de corte de precisão (Isomet 100 – Buehler Ltd., Lake bluff, IL, USA) equipada com um disco impregnado com diamante (Série 15LC Diamante - Isomet Buehler - Microstructural Analysis Division, Lake Bluff, Illinois, 60044–USA) com irrigação abundante e velocidade de rotação programada para 300 rpm. Dois cortes perpendiculares ao longo eixo do dente foram produzidos. O primeiro deles removeu a porção oclusal e o segundo corte removeu as raízes dos dentes, aproximadamente 2 mm acima da junção amelocementária. O resultado final foram discos de dentina com aproximadamente 4 mm de espessura, com a presença de esmalte em suas bordas. A região da câmara pulpar foi preenchida com adesivo Scotch Bond Multipurpose intacto da mesma maneira descrita pelo quadro 1 e resina composta Z100 (3M ESPE) foi adaptada para fechar o orifício da região pulpar em todos os discos, posteriormente armazenados em água destilada.

Após a primeira etapa descrita, cada adesivo, de cada condição experimental, foi aplicado sobre a superfície de dentina de acordo com os procedimentos descritos no quadro 1. A fotoativação dos sistemas adesivos foi realizada com aparelho **fotoativador (Valo, Ultradent) com intensidade de 1.400 mW/cm², informada pelo fabricante**. Incrementos de 2 mm de resina composta (Z100; Cor A3 – 3M ESPE) foram aplicados diretamente sobre a superfície dos sistemas adesivos e fotoativados por 20 segundos cada, de maneira que o resultado final foram discos de dentina, com esmalte nas bordas, restaurados por resina composta em sua superfície.

Quadro 1 – composição e modo de aplicação em dentina do sistema adesivo de 3 passos Scotchbond Multipurpose

COMPOSIÇÃO	MODO DE APLICAÇÃO (DENTINA)
<p style="text-align: center;"><u>Primer:</u> Ácido policarboxílico de metacrilato de 2-hidroxietila (HEMA) e água.</p> <p style="text-align: center;"><u>Adesivo:</u> Metacrilato de 2-hidroxietila (HEMA), Bis-GMA e fotoativadores.</p>	<ol style="list-style-type: none"> 1. Condicionamento com ácido fosfórico a 35% durante 15 segundos; 2. Enxaguar durante 15 segundos; 3. Secar durante 5 segundos 4. Preparação: aplicar o primer ao esmalte e dentina condicionados e secar suavemente durante 5 segundos; 5. Aplicação do adesivo: aplicar o adesivo a dentina e esmalte preparados; 6. Fotopolimerizar durante 10 segundos;

Fonte: 3M ESPE, 2014

3.2 Produção dos corpos de prova

Após a aplicação dos adesivos e a confecção da restauração de resina composta, todos os discos foram armazenados em água destilada por 24 horas. Cada disco de dentina restaurado foi unido a uma base de acrílico por meio de godiva aquecida (Godibar, Lysanda) e fixada na cortadeira de precisão equipada com disco diamantado. Uma série de cortes perpendiculares ao longo eixo dente no sentido mésio distal foram produzidos sob abundante irrigação com água. Em seguida, as placas de dentina e resina foram removidas da base de acrílico e reposicionadas uma a uma com cera pegajosa, para realização de cortes no sentido perpendicular aos primeiros. Com isso foram produzidos corpos-de-prova com formato geométrico de palito com área de secção de $0,8 \pm 0,4 \text{ mm}^2$. Os palitos da região periférica foram removidos. Cerca de 10 a 15 palitos foram obtidos por secção de dentina restaurada. Todos os palitos produzidos de cada disco foram armazenados em água destilada por 24 horas.

3.3 Ensaio de tração

Para cada disco, cinco palitos foram aleatoriamente selecionados para a avaliação da resistência a tração. Para a execução do ensaio de tração, cada palito foi fixado no dispositivo de Geraldelli com cola a base de cianocrilato. Em seguida este dispositivo foi acoplado a máquina universal de ensaio (Bisco, Schaumburg, IL, EUA) com célula de carga de 500N (Static Load Cell – Instron). O ensaio de tração foi conduzido com velocidade de 0,5mm/minuto até a ruptura total do corpo-de-prova, obtendo valores de resistência de união em Newtons (N).

A conversão dos valores em Megapascal foi realizada após a mensuração da área de secção transversal dos espécimes com um paquímetro digital eletrônico (Vonder PDV 1500 – O.V.D Importadora e Distribuidora LTDA – Curitiba – PR – Brasil) de acordo com a seguinte fórmula:

$$\frac{\text{Valor da resistência em Newtons (N)}}{\text{Área do espécime em mm}^2} = \text{MPa}$$

Cada condição experimental foi formada por 20 palitos, originados dos 4 discos

(cada um forneceu 5 palitos). Dessa forma, o número de amostras (n) do presente estudo foi de 20.

3.4 Padrão de fratura

Os corpos de prova com o maior e menor valor de resistência de cada disco foram considerados para a avaliação do padrão de fratura. Sendo assim, oito corpos de prova de cada condição experimental foram avaliados: quatro discos para cada condição, de cada disco foram retirados os dois palitos de maior e menor valor em Megapascal. Para facilitar a classificação, os dois lados fraturados, da resina composta e da dentina, foram fixados em “*stubs*” com fita de carbono dupla face e desidratados por 2 horas no interior de um recipiente contendo sílica gel. Em seguida, os corpos de prova receberam cobertura de ouro no metalizador (Denton Vacuum, modelo DESK V – STANDARD, JEOL, EUA) e foram observados com auxílio do microscópio eletrônico de varredura (JEOL, JSM – IT 300, EUA) com aceleração de voltagem de 30 KV, WD = 14 mm e spotsize 55 nm, alto vácuo.

Cada corpo de prova selecionado foi classificado de acordo as seguintes denominações:

- a) Tipo I – falha adesiva na base da camada híbrida;
- b) Tipo II – falha coesiva na dentina;
- c) Tipo III – falha coesiva na camada híbrida;
- d) Tipo IV – falha coesiva na camada do adesivo;
- e) Tipo V – falha coesiva na resina composta.

3.5 Produção das soluções do primer

Para o presente estudo, foram produzidas duas soluções de *primer* experimental. A solução base de primer foi o do sistema adesivo de 3 passos, Scotchbond Multipurpose. Para cada solução, 1 ml foi extraído do frasco de primer e colocado em frasco de empendorff de 1,5 ml. Para a primeira solução 0,5% de β -TCP em pó foi pesado e adicionado à solução dentro do empendorff. Isso foi usado para a outra concentração, 2% em peso. Estas soluções, assim como a solução de primer original (controle) foram usadas com o intuito de preparar a dentina condicionada com

ácido fosfórico.

A justificativa para utilização das concentrações de β -TCP citadas (0.5% e 2%) está relacionada à necessidade de dissolução desse componente nas soluções de primer produzidas. Em concentrações maiores que 2% em peso a solução apresentou-se demasiadamente viscosa, muitas vezes sendo impossível solubilizar todo o β -TCP, fato que impossibilitava a realização dos procedimentos adesivos orientados pelo fabricante de forma correta.

3.6 Análise estatística

Os resultados obtidos nos testes de tração dos diferentes grupos foram avaliados do ponto de vista estatístico para conclusões comparativas entre os mesmos.

Dois testes estatísticos foram aplicados: análise de variância (ANOVA) de um fator e teste de Tukey. O primeiro deles (ANOVA) teve como objetivo avaliar as médias dos resultados obtidos nos testes de tração realizados, de forma que foi possível verificar se existe diferença estatística entre essas médias e se a presença e concentração do β -TCP exerceu alguma influência nos resultados.

O segundo teste (teste de Tukey) teve como objetivo determinar quais amostras, ou grupos, influenciou na diferença estatística, caso ela exista.

4 ARTIGO

Ao término desta pesquisa, foi possível elaborar a seguinte proposta de artigo, que será encaminhada para publicação na revista Operative Dentistry:

EVALUATION OF UNION RESISTANCE OF A THREE-STEP
CONVENTIONAL ADHESIVE SYSTEM MODIFIED BY BETA-TCP PARTICLES

Artigo preparado dentro das normas da revista Operative Dentistry (Qualis A1).

Normas para submissão de artigos podem ser visualizadas no endereço eletrônico: <https://www.jopdent.com/authors/authors.php>

EVALUATION OF UNION RESISTANCE OF A THREE-STEP CONVENTIONAL ADHESIVE SYSTEM MODIFIED BY BETA-TCP PARTICLES

LRA Araujo, Y Monica, ERA Lourenço, REF Quevedo, CM Silami, ANG Antunes

Lucas Rodarte Abreu Araújo, MS, Department of Dentistry, Pontifical Catholic University of Minas Gerais, Belo Horizonte, Brazil

Monica Yamauti, DDS, MS, Department of Restorative Dentistry, Faculty of Dentistry, Federal University of Minas Gerais, Belo Horizonte, Brazil

Erisandra Rodrigues Alves Lourenço, DDS, MS, Department of Metallurgical and Materials Engineering, Federal University of Ceará, Fortaleza, Brazil

Ricardo Emílio Ferreira Quevedo, DDS, MS, Department of Metallurgical and Materials Engineering, Federal University of Ceará, Fortaleza, Brazil

Claudia Magalhães Silami, DDS, MS, Department of Restorative Dentistry, Faculty of Dentistry, Federal University of Minas Gerais, Belo Horizonte, Brazil

* Alberto Nogueira da Gama Antunes, DDS, MS, Department of Odontology, Pontifical Catholic University of Minas Gerais, Belo Horizonte, Brazil

Clinical Relevance

Adhesive systems are routinely used in dentistry with relevant mechanical results. However, biological properties, such as remineralization and maintenance of hybrid layer integrity, are not marked in these materials. The mechanical results of modifying primer solutions from conventional adhesive systems using bioactive particles, such as β -TCP, remain unknown, and therefore, research on this subject is necessary.

ABSTRACT

Objective: To evaluate the bond strength and fracture pattern of a three-step dental adhesive, with or without the addition of beta-tricalcium phosphate (β -TCP) particles in the primer solution of the system.

Materials and Methods: The three-step Scotch Bond Multipurpose (SBMP) (3M ESPE) adhesive system was used for adhesion in 12 human molar teeth. Each molar was sectioned perpendicularly on its long axis by two cuts: about 2 mm above the enamel-cement line and 2 mm below the occlusal surface. Thus, dentin disks were produced, which were randomly distributed under the following experimental conditions: G1, control; G2, primer modified with 0.5% by weight of β -TCP; and G3, primer modified with 2% by weight of β -TCP. Each group comprised four discs for adhesion. After cleaning, the pulp chamber of the dentin discs was treated with 35% phosphoric acid gel (15 seconds), primer, and adhesive from the SBMP system to restore the pulp region with a Z 100 composite resin (3M ESPE) and stored in distilled water. Then, the disks were treated with 35% phosphoric acid gel for 15 seconds and the primer, modified or not, was actively applied to the conditioned denture microbrush for 20 seconds. The SBMP adhesive resin covered the entire dentin surface of the disk, on the primer, with photoactivation (Valo, Ultradent) performed for 20 seconds, and then the teeth were restored using Z 100 composite resin (3M ESPE). Twenty-four hours later, each restored dentin disc was sectioned to obtain specimens in the shape of small toothpicks, with a cross-sectional area of approximately 1 mm. The tensile test was conducted and rupture values were obtained in Newtons (N), which was converted to megapascals. In addition, fractured specimen samples were observed using scanning electron microscopy (SEM) to analyze the fracture pattern.

Results: Statistical analysis of the values obtained in the tensile tests revealed that there was no significant difference between adhesive systems (control and adhesives modified with β -TCP). In addition, the fracture pattern evaluated using SEM was predominantly mixed in all experimental conditions.

Conclusion: There was no change in bond strength and fracture pattern after addition of β -TCP particles in the primer solution of conventional three-step adhesive.

INTRODUCTION

Composite resins are used in dentistry as a restorative material. Based on methacrylate monomers and charged with inorganic filler particles, these composites require an adhesive system that promotes bonding to dental tissues. Among the factors that may affect this adhesive integrity, polymerization contraction of these materials, such as micro infiltration and secondary caries, is an important disadvantage that may lead to restoration failure [1].

The development of composite materials with antibacterial potential presents a reduction in their mechanical properties [2,3]. Because antibacterial properties are required, especially at the interface between the restorative material and the tooth, it would be more effective to include antibacterial agents in the materials used as a basis for restoration, such as adhesive systems [4].

Biomaterials based on calcium phosphate are known for their high biocompatibility [5]. The combination of bioactive particles of β -tricalcium phosphate (β -TCP) and water leads to a final precipitation reaction of dihydrated dicalcium phosphate [4], which can lead to micro infiltration and dental caries, and ultimately to restoration failure.

Dentin is a moist substrate, which makes it different from enamel when it comes to adhesion [6]. The dentin that is associated with resin restorative materials makes up a highly complex system, where the adhesives relate to the demineralized collagen layer forming the hybrid layer [7]. The most common problem after dentin conditioning, adhesion, and restoration, is the limited durability of the resin-dentin interface [8] caused by absorption of water and hydrolysis in this interface [9] and the degeneration of collagen fibrils through endogenous matrix metalloproteinases (MMPs) derived from demineralized dentin [10].

In three-step adhesive systems, the dentin tissue is treated with 35% phosphoric acid to obtain adequate interconnection between the compound and the tooth structure. This conditioning leaves the collagen layer demineralized, within which the fluid and hydrophilic adhesive systems can penetrate. However, this penetration occurs with different degrees of bonding and sealing. To achieve antibacterial action of the adhesives, it would be beneficial for calcium phosphate, for example, to be released. This release could aid in the remineralization of conditioned acid structures and could act to repair the hybrid layer that is damaged by enzymatic action, thermal cycling, and occlusal loading [4].

Current adhesive systems on the market are designed to produce superior clinical performance in aesthetic adhesion-based restorations, but manufacturers do not advocate the antibacterial properties of these materials. Therefore, most of the marketed products do not have substantially reliable antibacterial properties, and even materials that have been shown to exhibit some antibacterial effects, their clinical significance was not as expected [2].

The remineralization of the regions affected by prior conditioning of the adhesives may be advantageous as a strategy to improve the quality and longevity of the restorative material interface and dentin [11]. Based on this principle, the development of restorative materials that present a bioactive ion-releasing capacity is one of the objectives of studies on dental biomaterials [11].

Biocompatibility is a common property of materials based on calcium phosphate, including hydroxyapatite, bioactive ceramics, tricalcium phosphate (α -TCP and β -TCP). The reason for the biocompatibility of calcium phosphate biomaterials is that calcium phosphate is the main inorganic constituent of hard

tissues and free calcium and phosphorus ions can be used in metabolism [5].

The current goal in the manufacture of dental adhesives is to make a durable adhesion to dentin and to protect exposed collagen fibrils after the action of the acid, either alone or using self-etching adhesives. The incorporation of minerals in this demineralized dentin is interesting, because the precipitated mineral can act to reduce degradation at the adhesive interface [12].

Studies have shown that several particles were incorporated into adhesive systems, aiming to promote ionic exchange and mineral precipitation with the hybrid layer. These particles include bioactive glasses, Portland cement, and calcium phosphate [13,14], but the incorporation of these minerals promoted a significant decrease in the mechanical properties of the composites [11].

Recently increased interest in minimally invasive treatments led to treatment modalities with minimal removal of dental tissue. For such interventions, restorative materials with antibacterial capabilities would be advantageous. Thus, the purpose of this study was to evaluate the bond strength and fracture pattern of a three-step dental adhesive, with or without the addition of β -TCP particles in the primer solution of the system.

MATERIALS AND METHODS

For this study, 12 human, caries-free and/or restorative molars were used, which were extracted for orthodontic, surgical, or periodontal reasons. After extraction they were cleaned and frozen (0°C).

Experimental groups, application of adhesives, and production of restorations

Four teeth were used for each experimental condition, as follows: G1, primer of the intact Scotchbond Multipurpose adhesive system (control group); G2, primer of Scotchbond Multipurpose adhesive system (3M ESPE) modified with 0.5% by weight of β -TCP; and G3, primer modified with 2% by weight of β -TCP.

Before the adhesion and restoration procedure was performed with a composite resin, each tooth was fixed onto a lightly heated acrylic plate. The teeth attached to the plate were sectioned in a precision cutting machine (Isomet 100, Buehler Ltd., Lake Bluff, IL, USA) equipped with a diamond impregnated disc (15LC Series Diamond, Isomet Buehler-Microstructural Analysis Division, Lake Bluff, Illinois, 60044-USA) with abundant irrigation and a rotational speed programmed to 300 rpm. Two perpendicular cuts along the long axis of the tooth were produced. The first cut removed the occlusal portion and the second cut removed the roots of the teeth, approximately 2 mm above the cemento-enamel junction. The final result was dentin discs that were approximately 4 mm thick and had enamel at the edges. The pulp chamber region was filled with intact Scotchbond Multipurpose adhesive in the same manner as described in Table 1, and Z100 composite resin (3M ESPE) was adapted to close the pulp region bore on all of the disks, which were subsequently stored in distilled water.

After the first described step, each adhesive of each experimental condition was applied to the dentin surface according to the procedures described in Table 1. The photoactivation of adhesive systems was performed using a photoactivating apparatus (Valo, Ultradent) with an intensity of 1,400 mW/cm², as reported by the manufacturer. The composite resin (Z100, Color A3, 3M ESPE) increments were applied directly onto the surface of the adhesive and the system was photoactivated for 20 seconds each, so that the final result was resin dentin disks with resin enamel

restored on its surface.

Table 1. Composition and mode of application in dentin of the three-step adhesive system Scotchbond Multipurpose

COMPOSITION	METHOD OF APPLICATION (DENTIN)
<p style="text-align: center;"><u>Primer</u></p> <p>2-hydroxyethyl methacrylate (HEMA) polycarboxylic acid and water.</p> <p style="text-align: center;"><u>Adhesive</u></p> <p>2-hydroxyethyl methacrylate (HEMA), Bis-GMA and photoactivators.</p>	<ol style="list-style-type: none"> 1. Conditioning with 35% phosphoric acid for 15 seconds; 2. Rinse for 15 seconds; 3. Dry for 5 seconds 4. Preparation: apply the primer to the conditioned enamel and dentin and dry gently for 5 seconds; 5. Adhesive application: apply the adhesive to prepared dentin and enamel; 6. Light cure for 10 seconds

Source, 3M ESPE, 2014

Production of test specimens

After application of the adhesives and preparation of the composite resin restoration, all disks were stored in distilled water for 24 hours. Each restored dentin disc was attached to an acrylic base using a heated blade and secured to the precision cutter equipped with a diamond disc. A series of perpendicular cuts along the tooth axis in the distal mesio sense were produced under abundant water irrigation. The dentin and resin plates were then removed from the acrylic base and repositioned one by one with sticky wax to make cuts perpendicular to the first cuts. Thus, specimens with the geometric format of a toothpick and with a section area of $0.8 \pm 0.4 \text{ mm}^2$ were produced. Sticks from the peripheral region were removed. About 10 to 15 toothpicks were obtained via sectioning of the restored dentin. All sticks produced from each disc were stored in distilled water at 37°C for 24 hours.

Tensile Test

For each disc, five toothpicks were randomly selected to evaluate tensile strength. For the execution of the tensile test, each toothpick was attached to the Geraldelli device with cyanoacrylate based glue. This device was then coupled to a universal test machine (Bisco, Schaumburg, IL, USA) with a 500N load cell (Static Load Cell, Instron, Norwood, MA, USA). The tensile test was conducted at a velocity of 0.5 mm/min until total specimen rupture, obtaining union strength values in Newtons (N).

The conversion of the values into megapascals (MPa) was performed after measuring the cross-sectional area of the specimens using an electronic digital caliper (Vonder PDV 1500, O.V.D Importadora e Distribuidora LTDA, Curitiba, PR, Brazil), according to the following formula:

$$\frac{\text{Resistance value in Newtons (N)}}{\text{Specimen area in mm}^2} = \text{MPa}$$

Each experimental condition consisted of 20 toothpicks, originating from the four discs (each disc supplied five toothpicks). Thus, the number of samples (n) in the present study was 20.

Fracture pattern

The specimens with the highest and lowest resistance values of each disc were considered for evaluation of the fracture pattern. Thus, eight specimens from each experimental condition were evaluated: four discs for each condition, and two sticks with the highest and lowest MPa values were removed. To facilitate classification, the two fractured sides of the composite resin and dentin were fixed in double-sided carbon tape stubs and dehydrated for 2 hours inside a silica gel-containing container. The specimens were then covered in gold using a metallizer (Denton Vacuum, DESK V, Standard model, JEOL, USA) and were observed using a scanning electron microscope (SEM; JEOL, JSM - IT 300, USA) with an acceleration of 30 KV, WD of 14 mm, spotsizes of 55 nm, and a high vacuum.

Each selected test body was classified according to the following denominations: Type I, adhesive failure at the base of the hybrid layer; Type II, cohesive failure in dentin; Type III, cohesive failure in the hybrid layer; Type IV, cohesive failure in the adhesive layer; and Type V, cohesive failure in the composite resin.

Production of primer solutions

Two solutions of experimental primer were produced. The primer base solution was that of the three-step adhesive system, Scotchbond Multipurpose. For each solution, 1 ml was extracted from the primer vial and placed in a 1.5 ml Eppendorff flask. For the first solution, 0.5% of β -TCP powder was weighed and added to the solution within the flask. This procedure was used for the 2% by weight concentration. These solutions, as well as the original primer solution (control) were used to prepare the conditioned dentin with phosphoric acid.

The results obtained in the tensile tests from different groups were evaluated statistically: normality test D'agostino and Pearson, Analysis of variance (ANOVA) and Tukey test with level of significance 95%.

RESULTS

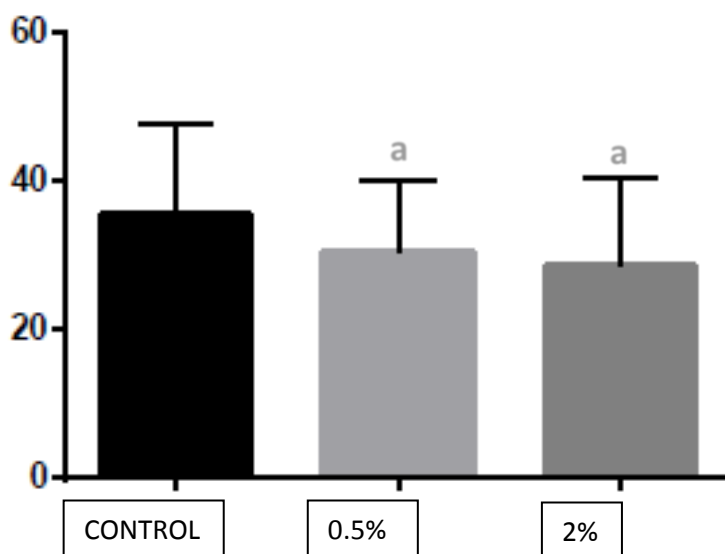
Tensile Test

There was no statistically significant difference between the groups in the traction test after 24 hours or storage time (Table 1 and Graph 1).

Table 1. Mean values of standard deviation obtained through the tensile tests in megapascals

Adhesive	24 Hours
SMBP control	35.37 (12.54) A
SBMP + 0.5% β -TCP	30.50 (9.53) A
SBMP + 2% β -TCP	28.51 (11.86) A

SBMP, Scotchbond Multipurpose; β -TCP, beta-tricalcium phosphate; A, there is no statistical difference.

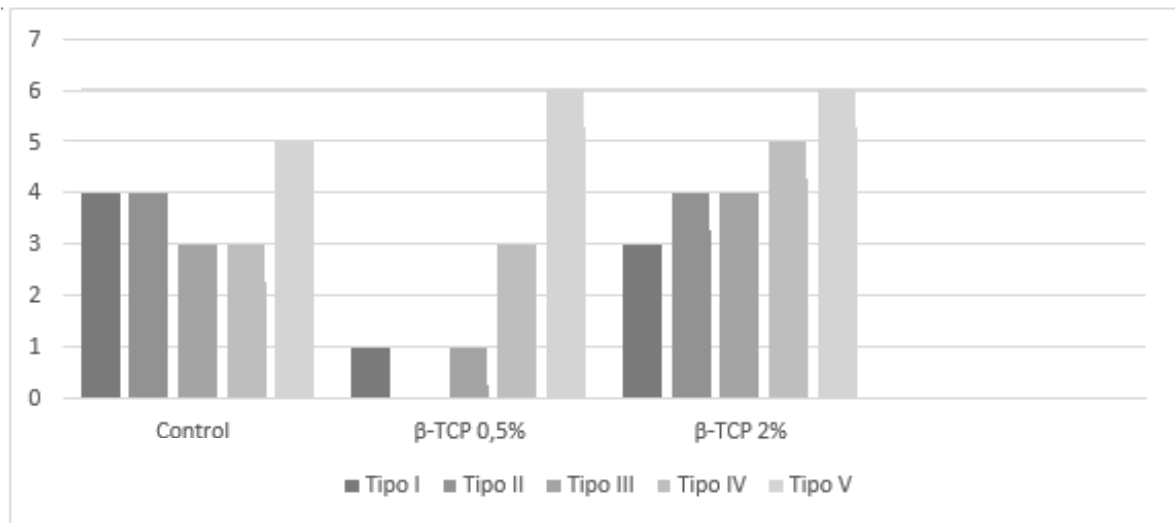


Graph 1. Mean values and standard deviation obtained through the tensile tests in megapascals

Fracture pattern

The fracture pattern in analyzed specimens was predominantly mixed, representing adhesive and cohesive failure.

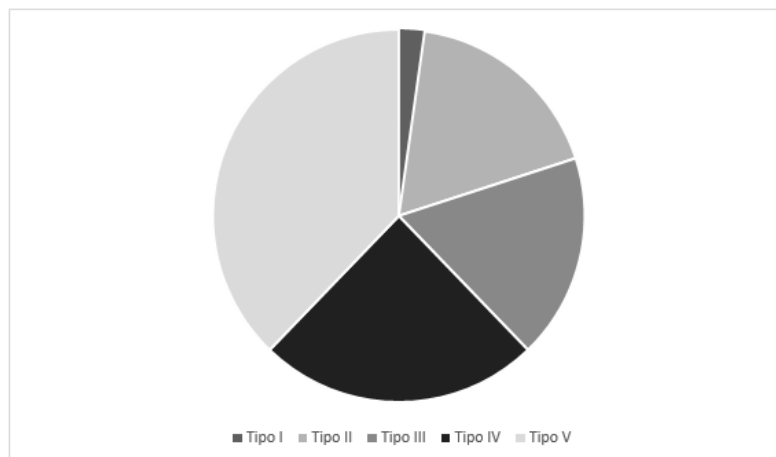
SEM analysis of each body showed that cohesive failure was predominant in relation to adhesive failure, varying between cohesive defects in the dentin, cohesive in the hybrid layer, cohesive in the adhesive layer, and cohesive in the composite resin (Figure 2).



Graph 2. Evaluation of fracture patterns obtained using scanning electron microscopy (SEM). All fracture patterns were present on the analyzed discs, and the predominant fracture pattern was type V. Type I, adhesive at the base of the hybrid layer; Type II, cohesive failure in dentin; Type III, cohesive failure in the hybrid layer; Type IV, cohesive failure in the adhesive; Type V, cohesive failure in the composite resin

The SEM images showed that the majority of specimens had mixed fracture patterns, and adhesive defects could be observed at the base of the hybrid layer in the presence of cohesive faults, which are located in the dentin, hybrid layer, adhesive, and composite resin (Figures 1 and 2).

Only a purely adhesive failure was found in a fractured specimen in the control group. The other samples presented mixed patterns (Graph 3).



Graph 3. Distribution of fracture patterns in all test specimens in the control and test groups, analyzed using SEM

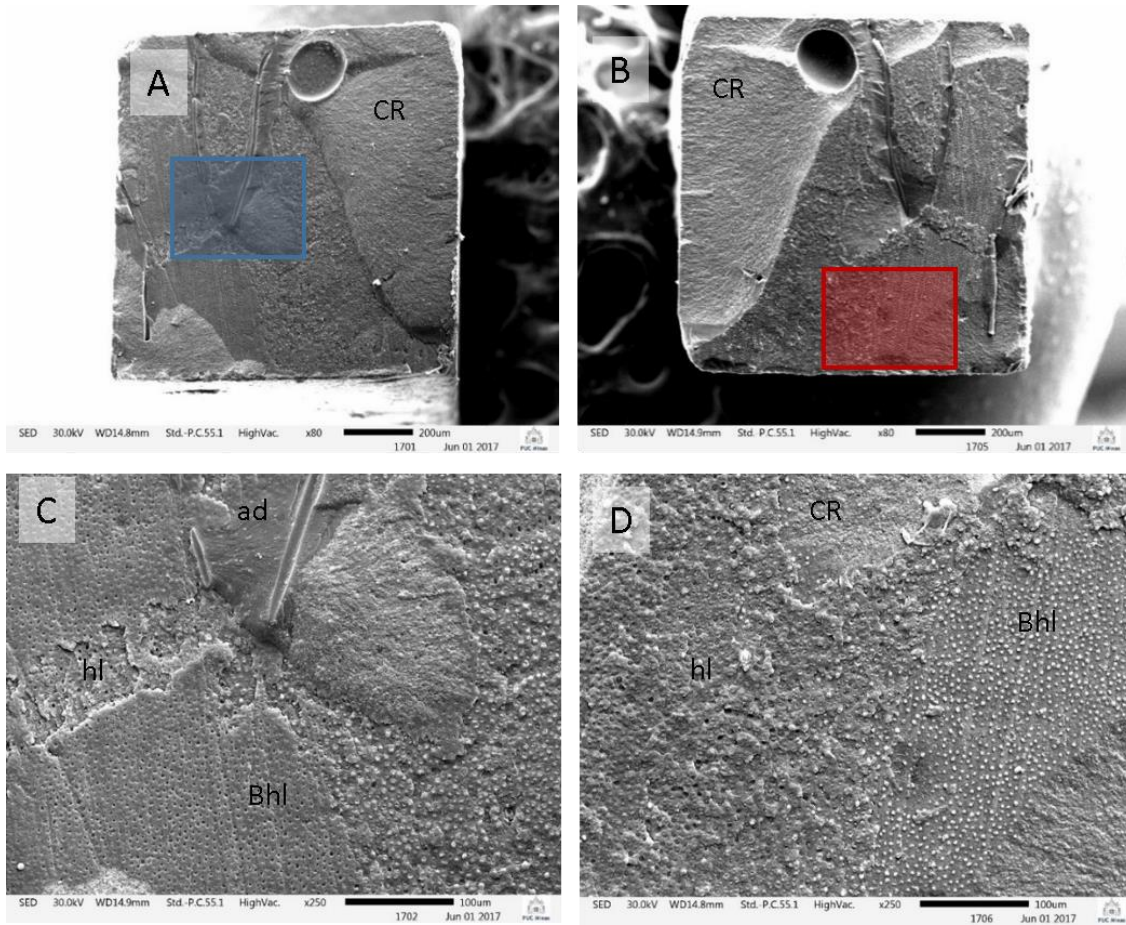


Figure 1. SEM images of the Scotch Bond Multipurpose adhesive system, showing mixed fracture patterns. Two homologous bodies were observed after the fracture in smaller and larger increase, in the left and right columns (dentin side). CR, composite resin; hl, hybrid layer; Bhl, base of the hybrid layer; ad, sticker. The semi-transparent blue box in the image (A) represents the largest increase shown in (C). The semitransparent red image box (B) represents the increase shown in (D).

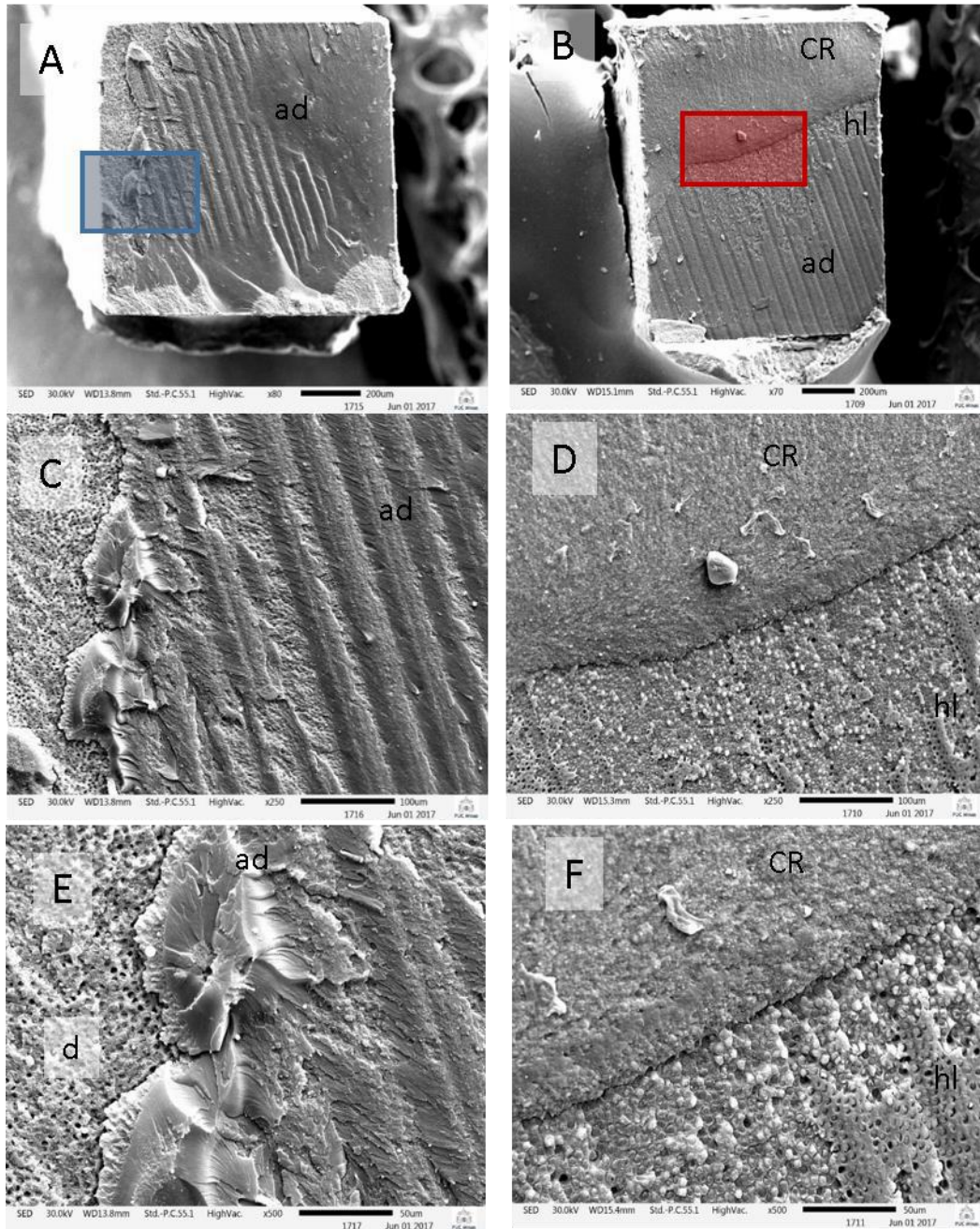


Figure 2. SEM image of Scotch Bond Multipurpose adhesive system modified with 0.5% β -TCP by weight, showing a mixed fracture pattern. CR, composite resin; hl, hybrid layer; Bhl, base of the hybrid layer; ad, sticker. The semi-transparent blue box in the image (A) represents the largest increase shown in (C). The semitransparent red image box (B) represents the increase shown in (D).

DISCUSSION

Ensuring the longevity of adhesive restorative procedures means that efforts were made to stabilize the dentin region after acid etching and exposure of collagen fibers. The concept of remineralization based on the interaction of bioactive ions was recently developed [15] and the central objective would shield the demineralized collagen layer [16] after using phosphoric acid on dentin. There should be no damage or a decrease in the region of the union. The present study confirmed that β -TCP at concentrations of 0.5% and 2% did not cause a decrease in bond strength values with dentin.

Justification for the use of these β -TCP concentrations (0.5% and 2%) is that this component must dissolve in the primer solutions produced. At concentrations higher than 2% by weight, the solution was too viscous and it was often impossible to solubilize all the β -TCP, which made it impossible to perform the adhesive procedures correctly, according to the manufacturer's recommendations.

In an *in vitro* study, adhesives with the ability to release fluoride ions were tested with the objective of evaluating the deposition of crystals in gaps created between restorative materials and dental tissue (enamel and dentin). Positive results were achieved over the storage time, suggesting that adhesives with such capabilities could repair consequent flaws in these procedures [17].

Other studies that have sought modifications in adhesive systems to make them bactericidal and induce remineralization include Bapna et al. In 1988 and 1992, studies were conducted to evaluate the antibacterial property of Scotch Bond adhesive plus different chemical agents [18,19]; other authors have tried to introduce antibiotics and bactericidal agents into the adhesive or primer systems with good results from the biological and mechanical points of view [20].

Since then, new strategies have been used to reduce degradation in adhesive restorations. The current strategy to reduce degradation at the adhesive interface is called biomimetic remineralization [21] and it consists of inducing the formation of apatite crystals in the exposed collagen regions and in the internal spaces of the adhesive layer [22]. This process intends to imitate the natural process of remineralization by filling the collagen of the demineralized dentin in the interfibrillar and intrafibrillary regions [23].

The biomimetic remineralization process is modulated by non-collagenous analogues of dentin phosphoproteins [15,23,24]. They are responsible for maintaining the calcium phosphate present in the nanometer-sized dentin, sufficient to penetrate the demineralized collagen fibrils [15].

Bioactive Portland cement (calcium silicate) is the most widely used substance for biomimetic remineralization, with promising laboratory results regarding remineralization of dentin and union interface [25,26]. However, when its dissolution occurs, there is formation of spaces that are filled by water, leading to degradation [26]. Another alternative, which was used in the present study, is using materials based on β -TCP, which may induce the formation of new hydroxyapatite crystals [4].

The use of calcium phosphate-based compounds when combined with water leads to the precipitation reaction of another calcium phosphate-based product, dicalcium phosphate dihydrate [27]. Dentin adhesives when applied close to the dental pulp can lead to severe pulpal inflammation [28], while calcium phosphate-based biomaterials are highly biocompatible [5].

Katoh et al. (2010) suggested that the development of adhesives containing calcium phosphate powder as a material for direct pulp capping could lead to the formation of restorative dentin on the exposed pulp [29]. The present study shows that, under our experimental conditions, there was no mechanical damage associated with both materials in a formulation that maintains its mechanical properties associated with β -TCP, a biomaterial highly that is biocompatible and capable of acting in the direction of biomimetic remineralization.

Previous studies have evaluated the relationship between the release of bioactive ions, such as fluoride, and the influence on the mechanical properties of these materials, and it can be seen that those materials with the highest fluoride release had the worst mechanical properties [30]. However, Prophet al. (2012) obtained promising mechanical effects by adding calcium/sodium phosphosilicate in

the adhesive protocol in composite resin restorations. At different storage times (24 hours and 6 months), the results of the tensile tests of the test and control groups were similar. In addition, the authors suggested that the bioactive additives of calcium phosphosilicate/sodium particles could increase the bond strength through mineral deposition in the region, as well as to act against the enzymatic degradation of the hybrid layer by the action of the metalloproteinases [26].

Other authors also obtained satisfactory results in mechanical tests using β -TCP. One of the criteria evaluated by Sauro et al. (2013) to include β -TCP particles in photopolymerizable resins was the microtraction assay. The results were positive when incorporating bioactive biomaterial particles into restorative materials [11].

The present study confirmed the nature of the faults using SEM images. Adhesive failures that result from material or adhesive procedure failures were uncommon. This suggests that, from the mechanical point of view, β -TCP did not negatively affect the results.

Further studies are needed to confirm the idea of modifying consolidated adhesive systems to improve the biological remineralization and protection capabilities of both the pulp dentin complex and the adhesive interface.

CONCLUSION

From a mechanical point of view, the positive results of the microtraining tests are promising, as is the nature of adhesive failures, which showed a predominance of adhesion failures using β -TCP in the experimental groups. However, further laboratory studies to better evaluate the β -TCP concentrations proposed in this study are required, especially for long storage times.

Regulatory statement

This study was conducted according to all the requirements of the Ethics Committee of the Pontifical Catholic University of Minas Gerais (PUC Minas) and received approval under number 60187016.0.0000.5137.

Conflict of interests

The authors of this manuscript certify that there is no financial or personal interest of any nature or type in any product, service and/or business that is presented in this article.

REFERENCES

- [1] Brunthaler a, König F, Lucas T, Sperr W, Schedle A (2003) Longevity of direct resin composite restorations in posterior teeth. *Clinical Oral Investigation* 7:63–70.
- [2] Imazato S. (2003) Antibacterial properties of resin composites and dentin bonding systems *Dental Materials* 19:449–457.
- [3] Leung D, Spratt DA, Pratten J, Gulabivala K, Mordan NJ, Young AM (2005) Chlorhexidine-releasing methacrylate dental composite materials *Biomaterials* 26:7145–153.
- [4] Mehdawi I, Neel EAA, Valappil SP, Palmer G, Salih V, Pratten J, Spratt DA & Young AM (2009) Development of remineralizing, antibacterial dental materials *Acta Biomaterials* 5:2525–2539.

- [5] Yuan H, Li Y, de Bruijn JD, de Groot K & Zhang X (2000) Tissue responses of calcium phosphate cement: a study in dogs *Biomaterials* 21:1283–1290.
- [6] Pashley DH, Tay FR, Breschi L, Tjäderhane L, Carvalho RM, Carrilho M & Tezvergil-Mutluay A (2011) State of the art etch-and-rinse adhesives. *Dental Materials* 27:1–16.
- [7] Leme AA, Vidal CMP, Hassan LS & Bedran-Russo AK (2015) Potential role of surface wettability on the long-term stability of dentin bonds after surface biomodification *Journal of Biomechanics* 48:2067–2071.
- [8] Munck J De, Landuyt K Van & Peumans M (2005) A Critical Review of the Durability of Adhesion to Tooth Tissue: Methods and Results *Critical Reviews in Oral Biology and Medicine*.
- [9] Ito S, Hashimoto M, Wadgaonkar B, Svizero N, Carvalho M, Yiu C, Rueggeberg FA, Foulger S, Saito T, Nishitani Y, Yoshiyama M, Tay FR & Pashley DH (2005) Effects of resin hydrophilicity on water sorption and changes in modulus of elasticity *Biomaterials* 26:6449–59.
- [10] Pashley DH, Tay FR, Yiu C, Hashimoto M, Breschi L, Carvalho RM & Ito S (2004) Collagen degradation by host-derived enzymes during aging *Journal of Dental Research* 004:216–221.
- [11] Sauro S, Osorio R, Osorio E, Watson TF, Toledano M (2013) Novel light-curable materials containing experimental bioactive micro-fillers remineralise mineral-depleted bonded-dentine interfaces *Journal of Biomaterial Science Polymer Edition* 24:940–956.
- [12] Liu Y, Li N, Qi Y, Dai L, Bryan TE, Mao J, Pashley DH, Tay FR (2011) Intrafibrillar collagen mineralization produced by biomimetic hierarchical nanoapatite assembly *Advanced Materials* 23:975–980.
- [13] Osorio R, Yamauti M, Sauro S, Watson TF & Toledano M (2012) Experimental resin cements containing bioactive fillers reduce matrix metalloproteinase-mediated dentin collagen degradation *Journal of Endodontics* 38:1227–32.
- [14] Profeta AC (2014) Dentine bonding agents comprising calcium-silicates to support proactive dental care: Origins, development and future *Dental Materials Journal* 33:443–452.
- [15] Tay FR & Pashley DH (2008) Guided tissue remineralisation of partially demineralised human dentine. *Biomaterials* 29:1127–1137.
- [16] He G, Gajjeraman S, Schultz D, Cookson D, Qin C, Butler WT & Hao J (2005) NIH Public Access *Motor Control* 27:590–609.
- [17] Hashimoto M, Nakamura K, Kaga M & Yawaka Y (2008) Crystal growth by fluoridated adhesive resins *Dental Materials* 24:457–463.

- [18] Bapna MS, Murphy R & Mukherjee S (1998) Inhibition of bacterial colonization by antimicrobial agents incorporated into dental resins *Journal of Oral Rehabilitation* 15:405–411.
- [19] Bapna MS (1992) The antimicrobial effect of an iron-binding agent on *Streptococcus mutans* *Journal of Oral Rehabilitation* 19/2: 111-3.
- [20] Kudou, Obara, Kawashima, Kubota, Abe, Endo & Komatsu O (2000) Addition of antibacterial agents to MMA-TBB dentin bonding systems--influence on tensile bond strength and antibacterial effect *Dental Material Journal* 19:65–74.
- [21] Sauro S & Pashley DH (2016) Strategies to stabilise dentine-bonded interfaces through remineralising operative approaches – State of The Art *International Journal of Adhesion and Adhesives* 69:39–57.
- [22] Brackett MG, Li N, Brackett WW, Sword RJ, Qi YP, Niu LN, Pucci CR, Dib A Pashley DH & Tay FR (2011) The critical barrier to progress in dentine bonding with the etch-and-rinse technique *Journal of Dentistry* 39:238-248.
- [23] Cao CY, Mei ML, Li QL, Lo ECM & Chu CH (2015) Methods for biomimetic remineralization of human dentine: A systematic review *International Journal of Molecular Science* 16:4615–4627.
- [24] Niu, Zhang, Pashley, Breschi, Mao & Chen T (2008) NIH Public Access. *Nano* 6:2166-171.
- [25] Kim YK, Mai S, Mazzoni A, Liu Y, Tezvergil-Mutluay A, Takahashi K, Zhang K, Pashley DH & Tay FR (2010) Biomimetic remineralization as a progressive dehydration mechanism of collagen matrices - Implications in the aging of resin-dentin bonds *Acta Biomaterials* 6:3729–3739.
- [26] Profeta AC, Mannocci F, Foxton RM, Thompson I, Watson TF & Sauro S (2012) Bioactive effects of a calcium/sodium phosphosilicate on the resin-dentine interface: A microtensile bond strength, scanning electron microscopy, and confocal microscopy study *European Journal of Oral Science* 120:353–362.
- [27] Hofmann MP, Young AM, Gbureck U, Nazhat SN & Barralet JE (2006) FTIR-monitoring of a fast setting brushite bone cement: effect of intermediate phases *Journal of Material Chemistry* 16:3199.
- [28] Costa CA, Mesas AN & Hebling J (2000) Pulp response to direct capping with an adhesive system *American Journal of Dentistry* 13:81–87.
- [29] Katoh Y, Suzuki M, Kato C, Shinkai K & Ogawa M (2010) Observation of calcium phosphate powder mixed with an adhesive monomer experimentally developed for direct pulp capping and as a bonding agent *Dental Materials Journal* 29:15–24.

[30] Xu X & Burgess JO (2003) Compressive strength, fluoride release and recharge of fluoride-releasing materials *Biomaterials* 24:2451–2461.

5 CONSIDERAÇÕES FINAIS

Os sistemas adesivos consolidados têm como característica desempenho clínico satisfatório, principalmente sob ponto de vista mecânico. Os resultados positivos nos ensaios de microtração são promissores. Assim como a natureza das falhas adesivas, que demonstra não haver predominância de falhas no processo de adesão utilizando o β -TCP nos grupos experimentais. Ressalta-se, porém, a necessidade de mais estudos laboratoriais para uma melhor avaliação das concentrações de β -TCP e variação dos tempos de armazenamento proposta neste estudo.

REFERÊNCIAS

- 3M ESPE. **Adper scotchbond multi-purpose Adhesive**. 2015, Disponível em: <<https://multimedia.3m.com/mws/media/797009O/adper-scotchbond-multi-purpose-adhesive-instructions-for-use.pdf>>. Acesso em: 5 out. 2016.
- BAPNA, M. S; MUKHERJEE, S; MURPHY, R. The antimicrobial effect of an iron-binding agent on *Streptococcus mutans*. **Journal of Oral Rehabilitation**, v.19, n.2, p. 111-113, 1992.
- BAPNA, M. S.; MURPHY, R.; MUKHERJEE, S. Inhibition of bacterial colonization by antimicrobial agents incorporated into dental resins. **Journal of Oral Rehabilitation**, v.15, n.5, p. 405-411, 1988.
- BRACKETT, M. G. et al. The critical barrier to progress in dentine bonding with the etch-and-rinse technique. **Journal of Dentistry**, v.39, n.3, p. 238-248, 2011.
- BRUNTHALER, A et al. Longevity of direct resin composite restorations in posterior teeth. **Clinical Oral Investigations**, v.7, n.2, p. 63-70, 2003.
- CAO, C. Y. et al. Methods for biomimetic remineralization of human dentine: A systematic review. **International Journal of Molecular Sciences**, v.16, n.3, p. 4615-4627, 2015.
- COSTA, C. A.; MESAS, A. N.; HEBLING, J. Pulp response to direct capping with an adhesive system. **American Journal of Dentistry**, v.13, n.2, p. 81-87, 2000.
- HASHIMOTO, M. et al. Crystal growth by fluoridated adhesive resins. **Dental Materials**, v.24, n.4, p. 457-463, 2008.
- HE, G. et al. Spatially and temporally controlled biomineralization is facilitated by interaction between self-assembled dentin matrix protein 1 and calcium phosphate nuclei in solution. **Biochemistry**, v.13, n.44, p. 16140-16148, 2005.
- HOFMANN, M. P. et al. FTIR-monitoring of a fast setting brushite bone cement: effect of intermediate phases. **Journal of Materials Chemistry**, v.16, n.31, p. 3199-3206, 2006.
- IMAZATO, S. Antibacterial properties of resin composites and dentin bonding systems. **Dental Materials**, v.19, n.6, p. 449-457, 2003.
- ITO, S. et al. Effects of resin hydrophilicity on water sorption and changes in modulus of elasticity. **Biomaterials**, v.26, n.33, p. 6449-6459, 2005.
- KATOH, Y. et al. Observation of calcium phosphate powder mixed with an adhesive monomer experimentally developed for direct pulp capping and as a bonding agent. **Dental Materials Journal**, v.29, n.1, p. 15-24, 2010.

KIM, Y. K. et al. Biomimetic remineralization as a progressive dehydration mechanism of collagen matrices - Implications in the aging of resin-dentin bonds. **Acta Biomaterialia**, v.6, n.9, p. 3729-3739, 2010.

KUDOU, Y. et al. Addition of antibacterial agents to MMA-TBB dentin bonding systems – influence on tensile bond strength and antibacterial effect. **Dental Materials Journal**, v.19, n.1, p. 65-74, 2000.

LEME, A. A. et al. Potential role of surface wettability on the long-term stability of dentin bonds after surface biomodification. **Journal of Biomechanics**, v.48, n.10, p. 2067-2071, 2015.

LEUNG, D. et al. Chlorhexidine-releasing methacrylate dental composite materials. **Biomaterials**, v.26, n.34, p. 7145-7153, 2005.

LIU, Y. et al. Intrafibrillar Collagen Mineralization Produced by Biomimetic Hierarchical Nanoapatite Assembly. **Advanced Materials**, v.23, n.8, p. 975-980, 2011.

MEHDAWI, I. et al. Development of remineralizing, antibacterial dental materials. **Acta Biomaterialia**, v.5, n.7, p. 2525-2539, 2009.

MUNCK, J.; LANDUYT, K. VAN; PEUMANS, M. A Critical Review of the Durability of Adhesion to Tooth Tissue: Methods and Results. **Journal Dental Research**, v.84, n.2, p. 118-132, 2005.

NIU, L.; et al. Biomimetic remineralization of dentin. **Dental Materials**, v.30, n.1, p. 77-96, 2014.

OSORIO, R. et al. Experimental resin cements containing bioactive fillers reduce matrix metalloproteinase-mediated dentin collagen degradation. **Journal of Endodontics**, v.38, n.9, p. 1227-1232, 2012.

PASHLEY, D. H. et al. Collagen degradation by host-derived enzymes during aging. **Journal Dental Research**, v.83, n.3, p. 216-221, 2004.

PASHLEY, D. H. et al. State of the art etch-and-rinse adhesives. **Dental Materials**, v.27, n.1, p. 1-16, 2011.

PROFETA, A. C. et al. Bioactive effects of a calcium/sodium phosphosilicate on the resin-dentine interface: A microtensile bond strength, scanning electron microscopy, and confocal microscopy study. **European Journal of Oral Sciences**, v.120, n.4, p. 353-362, 2012.

PROFETA, A. C. Dentine bonding agents comprising calcium-silicates to support proactive dental care: origins, development and future. **Dental Materials Journal**, v.33, n.4, p. 443-452, 2014.

SAURO, S. et al. Novel light-curable materials containing experimental bioactive micro-fillers remineralise mineral-depleted bonded-dentine interfaces. **Journal of**

Biomaterials Science - Polymer Edition, v.24, n.8, p. 940-56, 2013.

SAURO, S.; PASHLEY, D. H. Strategies to stabilise dentine-bonded interfaces through remineralising operative approaches – state of the art. **International Journal of Adhesion and Adhesives**, v.69, p. 39-57, 2016.

TAY, F. R.; PASHLEY, D. H. Guided tissue remineralisation of partially demineralised human dentine. **Biomaterials**, v.29, n.8, p. 1127-1137, 2008.

TEN CATE, A. R. **Histologia bucal: desenvolvimento, estrutura e função**. 5. ed. São Paulo: Guanabara Koogan, 2001, 414p.

XU, X.; BURGESS, J. O. Compressive strength, fluoride release and recharge of fluoride-releasing materials. **Biomaterials**, v.24, n.14, p. 2451-2461, 2003.

YUAN, H. et al. Tissue responses of calcium phosphate cement: a study in dogs. **Biomaterials**, v.21, n.12, p. 1283-1290, 2000.

ANEXO A – Parecer consubstanciado do CEP

PONTIFÍCIA UNIVERSIDADE
CATÓLICA DE MINAS GERAIS -
PUCMG



PARECER CONSUBSTANCIADO DO CEP

DADOS DO PROJETO DE PESQUISA

Título da Pesquisa: Avaliação da resistência de união de um sistema adesivo modificado por partículas de Beta-TCP

Pesquisador: Lucas Rodarte Abreu Araújo

Área Temática:

Versão: 1

CAAE: 60187016.0.0000.5137

Instituição Proponente: Pontifícia Universidade Católica de Minas Gerais - PUCMG

Patrocinador Principal: Financiamento Próprio

DADOS DO PARECER

Número do Parecer: 1.777.196

Apresentação do Projeto:

A proposta deste estudo será de avaliar a resistência de união, ao longo do tempo, e o padrão de fratura de um adesivo dentinário de 3 passos, com ou sem a adição de partículas de beta-TCP. Para tanto, o sistema adesivo Scotch Bond Multipurpose será usado para a adesão de 20 dentes molares humanos, que posteriormente serão avaliados ao microscópio eletrônico de varredura.

Objetivo da Pesquisa:

Avaliar por meio de ensaios de tração a influência de acrescentar no primer partículas bioativas Beta-TCP na resistência de união do sistema de três passos Scotch Bond Multipurpose.

Avaliação dos Riscos e Benefícios:

Riscos: Não há risco na condução do trabalho, visto que será realizado por meio de ensaio mecânicos e avaliações em microscópio eletrônico de varredura.

Benefícios: Sabendo-se que a odontologia restauradora e reabilitadora vem utilizando procedimentos adesivos com frequência cada vez maior, a associação de partículas bioativas do -TCP e sistema adesivo de três passos poderia abrir outro leque de possibilidades dentro da odontologia restauradora.

Endereço: Av. Dom José Gaspar, 500 - Prédio 03, sala 228
Bairro: Coração Eucarístico **CEP:** 30.535-901
UF: MG **Município:** BELO HORIZONTE
Telefone: (31)3319-4517 **Fax:** (31)3319-4517 **E-mail:** cep.proppg@pucminas.br

PONTIFÍCIA UNIVERSIDADE
CATÓLICA DE MINAS GERAIS -
PUCMG



Continuação do Parecer: 1.777.196

Comentários e Considerações sobre a Pesquisa:

NDN

Considerações sobre os Termos de apresentação obrigatória:

Os termos de apresentação obrigatória foram anexados e estão de acordo com as normas vigentes.

Conclusões ou Pendências e Lista de Inadequações:

Sem pendências.

Considerações Finais a critério do CEP:

Este parecer foi elaborado baseado nos documentos abaixo relacionados:

Tipo Documento	Arquivo	Postagem	Autor	Situação
Informações Básicas do Projeto	PB_INFORMAÇÕES_BÁSICAS_DO_PROJETO_784932.pdf	21/09/2016 15:08:50		Aceito
Folha de Rosto	Folha_de_rosto_assinada.pdf	21/09/2016 15:07:40	Lucas Rodarte Abreu Araújo	Aceito
Projeto Detalhado / Brochura Investigador	Projeto_completo_PDF.pdf	04/09/2016 11:56:09	Lucas Rodarte Abreu Araújo	Aceito
Declaração de Manuseio Material Biológico / Biorepositório / Biobanco	20160901133354177.pdf	04/09/2016 11:51:04	Lucas Rodarte Abreu Araújo	Aceito

Situação do Parecer:

Aprovado

Necessita Apreciação da CONEP:

Não

BELO HORIZONTE, 17 de Outubro de 2016

Assinado por:
CRISTIANA LEITE CARVALHO
(Coordenador)

Endereço: Av. Dom José Gaspar, 500 - Prédio 03, sala 228
Bairro: Coração Eucarístico **CEP:** 30.535-901
UF: MG **Município:** BELO HORIZONTE
Telefone: (31)3319-4517 **Fax:** (31)3319-4517 **E-mail:** cep.proppg@pucminas.br