

**ADRIANA DIBO DA CRUZ**

**INVESTIGAÇÃO NA RESISTÊNCIA DA UNIÃO DE SISTEMAS ADESIVOS  
DENTÁRIOS IRRADIADOS COM DIFERENTES RADIAÇÕES IONIZANTES**

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

**Orientador: Prof. Dr. Frab Norberto Bóscolo**

PIRACICABA

2009

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

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

C889i

Cruz, Adriana Dibo da.

Investigação na resistência da união de sistemas adesivos dentários irradiados com diferentes radiações ionizantes. / Adriana Dibo da Cruz. -- Piracicaba, SP: [s.n.], 2009.

Orientador: Frab Norberto Bóscolo.

Tese (Doutorado) – Universidade Estadual de Campinas, Faculdade de Odontologia de Piracicaba.

1. Radiação ionizante. 2. Adesão. 3. Resinas compostas. 4. Radiologia. I. Bóscolo, Frab Norberto. II. Universidade Estadual de Campinas. Faculdade de Odontologia de Piracicaba. III. Título. (mg/fop)

Título em Inglês: Investigation of bond strength of dental adhesive systems irradiated with ionizing radiations

Palavras-chave em Inglês (Keywords): 1. Ionizing radiation. 2. Adhesion. 3. Composite resins. 4. Radiology

Área de Concentração: Radiologia Odontológica

Titulação: Doutor em Radiologia Odontológica

Banca Examinadora: Frab Norberto Bóscolo, Alessandra Nara de Souza Rastelli, Thomaz Ghilardi Netto, Simonides Consani, Solange Maria de Almeida

Data da Defesa: 16-02-2009

Programa de Pós-Graduação em Radiologia Odontológica



UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS  
FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE PIRACICABA



A Comissão Julgadora dos trabalhos de Defesa de Tese de DOUTORADO, em sessão pública realizada em 16 de Fevereiro de 2009, considerou a candidata ADRIANA DIBO DA CRUZ aprovada.

PROF. DR. FRAB NORBERTO BOSCOLO

PROFa. DRa. ALESSANDRA NARA DE SOUZA RASTELLI

PROF. DR. THOMAZ GHILARDI NETTO

PROF. DR. SIMÓNIDES CONSANI

PROFa. DRa. SOLANGE MARIA DE ALMEIDA

## DEDICATÓRIA

***Dedico este trabalho...***

***A Profa. Dra. Solange Maria de Almeida,***

Irmã, de outros pais, que Deus colocou no meu caminho. Agradeço o grande privilégio que tive, e se Deus quiser continuarei tendo, de poder fazer parte como sua própria família, usufruindo de sua bondade, de seu carinho e de sua atenção. Pessoa verdadeira, transparente, inquieta, questionadora, de um coração lindo. É um exemplo de professora, mulher e pesquisadora em tempo integral que vive criando temas de teses para oportunizar a outros a sua própria vida. É com imenso amor que agradeço a sua amizade.

***Ao Prof. Dr. Thomaz Ghilardi Netto,***

Amigo que me norteou no caminho profissional quando eu mais precisava. Professor que será sempre referência de postura, dedicação e amor a Radiologia em minha vida.

***A minha família,***

Minha mãe, Brenda, que traduz a palavra amor, agradeço por tudo o que sou... sem você simplesmente eu não seria nada.

Meu pai, Edson, que estive tão distante, mais meu carinho continua o mesmo.

Meu irmão, Dalton, que acredito ter encontrado o caminho certo, do amor.

Minha avó, Jandyra, que mesmo com todas as adversidades continua forte.

Minha futura cunhada, Malu, que mantenha sempre sua beleza pura e empreendedora.

Meu namorado, Odney, que espero que nunca mais saia das minhas dedicatórias.

## **AGRADECIMENTOS**

### ***Agradeço...***

#### ***A Deus,***

Pelo privilégio de vivenciar e ser o processo evolutivo.

#### ***A Faculdade de Odontologia de Piracicaba,***

Na pessoa de seu diretor Francisco Haiter Neto, professor competente, dedicado, correto e oportuno,

Pelo exemplo de determinação.

#### ***Ao Prof. Dr. Frab Norberto Bóscolo,***

Pela oportunidade de ter me mantido em Piracicaba, na FOP, sob seus cuidados, sua atenção e principalmente seu carinho paternal. Só tenho flores a te dedicar. Muito obrigada por tudo, pela convivência, por todas as ajudas (psicológica, emocional, profissional, financeira) e pela orientação que lhe serei eternamente grata.

#### ***Ao Prof. Dr. Vanderlei Salvador Bagnato,***

Pela oportunidade de ter trabalhado em seu laboratório sob co-orientação informal das professoras Alessandra Nara de Souza Rastelli e Rosane de Fátima Zanirato Lizarelli.

***A Profa. Dra. Alessandra Nara de Souza Rastelli,***

Pela ajuda em todos os momentos, pelo profissionalismo, pela amizade e pela orientação em todos os trabalhos.

***A Profa. Dra. Rosane de Fátima Zanirato Lizarelli,***

Pela disponibilidade, aceitação e amizade apesar das confusões (alheias ao nosso querer) durante esse período.

***Aos professores da Faculdade de Odontologia de Piracicaba,***

Em especial,

A Profa. Dra. Gláucia Maria Ambrosano, o Prof. Dr. Francisco Carlos Groppo, o Prof. Dr. Lourenço Correr Sobrinho e o Prof. Dr. Mário Alexandre Coelho Sinhoreti, Pelos auxílios, orientações e amizade.

***Aos funcionários e ex-funcionários da disciplina de Radiologia,***

Antônio, Fernando, Giselda, Raquel, Roberta e Waldeck,

Pela ajuda, dedicação e amizade nessa jornada. Sem vocês não seria possível.

***Aos funcionários da Faculdade de Odontologia de Piracicaba,***

Em especial,

Eliane Mello, Eliane Romani, Leny, Joãozinho, Marcão e Pedrão,

Pela ajuda, dedicação e amizade em tantos momentos. Vocês são realmente muito especiais.

***Ao Hospital da Associação dos Fornecedores de Cana de Piracicaba,***

Na pessoa de seu Presidente Sr José Coral,

Pela possibilidade de ter realizado esse trabalho.

E seus funcionários, Eliete, Maira e Israel,

Pela ajuda, doação de seus tempos livres e amizade. Vocês são seres humanos excepcionais.

***Aos amigos do curso de Pós-graduação em Radiologia,***

Alynne, Andrea Pontual, Andrea Kuroiva, Andrea Domingos, Anna Silvia, Daniela Pita, Danielle, Ellen, Ésio, Etienne, Fábio, Flávia, Flávio, Janaina, João Batista, Juliana, Karina, Letícia, Luciana, Luciane, Luis, Márcia, Maria, Maria Luiza, Mariliani, Manzi, Matheus, Mauro, Melissa, Nilson, Rívia, Sandro e Sérgio,

Pela amizade e exemplos.

Em especial a Daniela Brait, querida amiga desde o primeiro dia, que desorientei com as melhores das intenções, fiz o melhor que pude. Obrigada pela possibilidade de crescimento.

***Aos amigos do curso de Pós-graduação da Fop,***

Pessoas que passaram por minha vida deixando marcas e ensinamentos que levarei sempre comigo,

Em especial,

Karina e Cristiane,

Pela amizade, carinho e companheirismo. Foi muito importante ter convivido com vocês neste período da minha vida.

E ao Luciano, pela ajuda com este trabalho.

***Aos amigos do Laboratório de Óptica do IFSC-USP,***

Augusto, Clóvis, Cristiana Kurachi, Denis, Emery, Fernando, Jeison, José Dirceu, Juninho, Lilian, Maristela, Raquelzinha, entre tantos.

Pela amizade, carinho, companheirismo, ciência e muita diversão.

***Aos grandes amigos,***

Gustavo Fraga Landini,

Você realmente é importante para mim, fez parte não só deste trabalho, inicialmente como namorado e depois como amigo, como também da minha vida. Obrigada por todas as coisas juntos... sonhos, idéias e ciência. Mesmo a distância nunca te retirou do meu coração. Eu só tenho que te agradecer por tudo.

Denão,

Amigo quase sempre virtual, que me agüenta todos os dias, me aconselhando, me acalmando, me animando..., está sempre comigo. Você merece tudo do bom e do melhor, te quero muito bem. Que sua vida seja sempre flores.

Fabi e Zé Luis,

Amigos para vida toda, a melhor parte da pós-graduação foi conhecê-los. Obrigada por me acolher em suas famílias, entre seus amigos... não saberei nunca retribuir a altura por tanta amizade.

***Muito Obrigada!!!***



***“...You may say I’m a dreamer,  
but I’m not the only one.  
I hope someday you’ll join us,  
and the world will live as one...”***

**John Lennon**

## Resumo

No presente estudo, materiais adesivos com diferentes modos de aplicação foram submetidos à ação de radiações ionizantes de diferentes energias com o objetivo de verificar a resistência adesiva após irradiação, por meio do ensaio de microcisalhamento, avaliando o padrão de fratura, considerando se as radiações utilizadas podem ser agentes externos capazes de causar degradação da união adesiva. Após aprovação do projeto pelo comitê de ética em pesquisa (protocolo: 032/2007), 60 dentes humanos tiveram as coroas seccionadas no sentido mesio-distal, e incluídas em bloco de resina epóxi. As coroas foram lixadas para exposição da dentina média obtendo 120 corpos de provas. Os corpos de prova foram divididos em 3 grupos (n=40), de acordo com os sistemas adesivos usados: SB (Adper™ Single Bond Plus), CB (Clearfil™ SE Bond) e AP (Adper™ Prompt™ Self-Etch). Os adesivos foram aplicados em dentina e fotoativados usando LED (Lec 1000, MMOptics, 1000mW/cm<sup>2</sup>). Sobre as áreas adesivas foram colocados moldes de elastômero (0,5mm de espessura por 1,2mm de diâmetro) com três orifícios que foram preenchidos com resina composta (Filtek™ Z-250) fotoativada por 20s. Cada grupo foi subdividido em 4 (n=10): GC= grupo controle que não foi irradiado; UV= grupo irradiado com ultravioleta; RXD= grupo irradiado com raios-X de energia para o diagnóstico; e RXT= grupo irradiado com raios-X de energia para terapia. Após irradiação foram realizados testes de microcisalhamento (Instron Inc., modelo 4411) para a avaliação da resistência adesiva, e em seguida foram avaliados os modos da fratura das amostras, classificando-os com 5 escores: 1- fratura adesiva; 2- fratura mista com 75% de exposição dentinária, 3- fratura mista com 50% de exposição dentinária, fratura mista com 25% de exposição dentinária, e fratura coesiva. Os resultados foram submetidos à ANOVA com os testes de Tukey, Dunnett, Kruskal-Wallis e Dunn ( $\alpha=0,05$ ). As diferentes radiações ionizantes não causaram alterações na resistência da união dos adesivos CB e AP; somente o adesivo SB exibiu aumento na resistência da união após a exposição com UV (p=0,0267). A UV também alterou os padrões de fratura

do adesivo SB ( $p=0,0000$ ). As alterações na resistência da união adesiva e no padrão de fratura não foram degradantes, mas dependeram tanto da energia das radiações ionizantes como do modo de aplicação dos adesivos. Assim as radiações ionizantes não podem ser consideradas como agentes externos capazes de causar degradação nos materiais adesivos estudados.

**Palavras-Chave:** Radiação Ionizante, Adesão, Resina Composta, Radiologia.

## Abstract

In the present study, adhesive materials with different application types were exposed to ionizing radiations of varying energy with the objective to verify by means of microshear and failure mode test the bond strength after irradiation trying to determine whether the used radiations could be external agents able to degrade the adhesive bond. After approbation of this project by the Ethical Committee for Human Research (protocol number 032/2007), 60 human teeth had its crowns sectioned mesio-distally and then were included into block of epoxy resin. The crowns were sanded to show the medium dentin and to obtain 120 specimens. The specimens were divided into 3 groups (n=40), according to the adhesive systems used: SB (Adper™ Single Bond Plus), CB (Clearfil™ SE Bond) and AP (Adper™ Prompt™ Self-Etch). The adhesives were applied on dentin and photo-activated using LED (Lec 1000, MMOptics, 1000mW/cm<sup>2</sup>). Onto the bonding areas were placed customized elastomer molds (0.5 mm-thickness by 1.2mm-diameter) with three orifices which were filled with composite resin (Filtek™ Z-250) photo-activated during 20s. Each group was subdivided into 4 subgroups (n=10): GC=control group without irradiation; UV=group irradiated with ultraviolet radiation; RXD=group irradiated with diagnostic radiation-X; RXT=group irradiated with therapeutic radiation-X. After irradiation the microshear tests were carried out (Instron Inc., model 4411) to evaluate the adhesive bond, and afterwards the modes of failure of the specimens were evaluated and classified using 5 scores: 1=adhesive failure, 2=mixed failure with 75% dentin exposed; 3=mixed failure with 50% dentin exposed; 4=mixed failure with 25% dentin exposed; 5=cohesive failure. The results were submitted to ANOVA by the Tukey, Dunnett, Kruskal-Wallis and Dunn test ( $\alpha=0.05$ ). No changes in bond strength of CB and AP were observed after application of the different radiations; only SB showed an increase in bond strength after UV ( $p=0.0267$ ) irradiation. UV also changed the failure patterns in SB ( $p=0.0000$ ). The changes in the adhesive bond and in the mode of failure did not show degradation, but were dependent of both the energy of ionizing radiation and

the way of adhesive application. Thus, the ionizing radiation cannot be considered an external agent able to cause degradation in the studied adhesive materials.

**Key-words:** Ionizing Radiation, Adhesion, Composite Resin, Radiology.

## Lista de Abreviaturas e Siglas

BAPO.....	Bis-acil fosfina óxido
Bis-GMA.....	Bisfenol- A diglicidil eter dimetacrilato
C <sub>12</sub> .....	Carbono 12
cm .....	Centímetro
g .....	Gramma
Gy .....	Gray
HEMA .....	2-hidroxietil metacrilato
J/cm <sup>2</sup> .....	Joule por centímetro ao quadrado
kVp .....	Kilovoltagem de pico
kgf.....	Kilogramma-força
LED .....	Diodos emissores de luz
mA .....	Miliamperagem
MDP .....	Metacriloxietil dihidrogênio fosfato
mm.....	Milímetro
mm/min .....	Milímetro por minuto
MPa .....	Mega pascal
Mrad .....	Megaradis
MeV .....	Mega volt
mW/cm <sup>2</sup> .....	Miliwatt por centímetro ao quadrado
nm .....	Nanômetro
°C .....	Grau Celsius
pH .....	Potencial de hidrogeniônico
PVC .....	Poli cloreto de vinila
R .....	Roentgen
Rad .....	Radis
s .....	Segundo
TEGDMA .....	Trietilenoglicol dimetacrilato
UDMA .....	Uretano de metacilato
W .....	Watt
X .....	Veze

## Sumário

1. Introdução.....	1
2. Revisão da Literatura	
2.1. Efeito da radiação UV em materiais restauradores.....	3
2.2. Efeito da radiação ionizante modificando materiais restauradores.....	4
2.3. Efeito da radiação ionizante com energia para terapia em materiais restauradores.....	5
2.4. Efeito da radiação ionizante com energia para terapia em dentes e restaurações.....	6
2.5. Dose de radiação para o radiodiagnóstico.....	8
2.6. Sistemas adesivos.....	9
3. Proposição.....	10
4. Material e Métodos.....	11
5. Resultados.....	19
6. Discussão.....	23
7. Conclusão.....	28
Referências.....	29
Anexos.....	32

## 1. Introdução

As resinas compostas fotoativadas são amplamente utilizadas na Odontologia. E um dos fatores estabelecidos para determinar o sucesso clínico de uma restauração feita com este material é a resistência da união adesiva estabelecida entre os tecidos dentários e o material propriamente dito obtida por meio dos sistemas adesivos (Adebayo *et al.*, 2007; Moraes *et al.*, 2008a, 2008b).

Com o aperfeiçoamento dos sistemas adesivos houve aumento na sua aplicabilidade clínica. Porém, apesar das melhorias, após uso clínico prolongado pode-se observar a ocorrência de alterações indesejáveis, como cáries secundárias, descoloração marginal, entre outras, que ocorrem devido à exposição das restaurações dentárias a vários agentes externos (Faltermeier *et al.*, 2008).

No ambiente bucal as restaurações são expostas a diferentes agentes externos como: os alimentos, com suas diferentes temperaturas, texturas, durezas e pHs, e os diferentes microorganismos. Mas, além desses agentes externos consagrados na literatura (Faltermeier *et al.*, 2008), poderiam ser citadas as radiações ionizantes, como a luz solar ambiental, contendo a radiação ultravioleta, e os raios-X usados no radiodiagnóstico e na radioterapia, sendo que as pessoas podem ser expostas a essas radiações que possuem alta energia e grande poder de penetração.

Devido à alta energia e o grande poder de penetração as radiações ultravioletas, radiação-X com energia para o diagnóstico e radiação-X com energia para a terapia, produzem ionizações e os íons formados são capazes de interagir com os átomos e as moléculas dos materiais que compõem as restaurações. As interações acontecem com qualquer átomo e moléculas que estiverem no campo de irradiação (Brahme *et al.*, 2001; Regulla *et al.*, 2005); ou seja, tecidos biológicos ou biomateriais. Porém, a possibilidade dessas interações promoverem alterações indesejáveis nos materiais restauradores, principalmente na sua capacidade de adesão aos tecidos dentários, ainda não foi estudada.



Existem alguns estudos sobre os efeitos diretos da exposição a radiações ionizantes a materiais dentários (Ferracane *et al.*, 1985; von Fraunhofer *et al.*, 1989; Curtis *et al.*, 1991; Hsiue & Chang, 1993; Haque *et al.*, 2001; Behr *et al.*, 2005, 2008; Bulucu *et al.*, 2006; Faltermeier *et al.*, 2008) e a tecidos dentários (Pioch *et al.*, 1992; Kiebassa 2000, Kiebassa *et al.*, 2000, 2006; Gernhardt 2001, 2004; Bulucu *et al.*, 2006). Nos estudos que utilizaram radiações ionizantes de alta-energia, como a radiação gama e a radiação de elétrons, aplicadas em materiais dentários ou em restauração dentária e dentes, foram observadas alterações de microdureza, de resistência à fratura, de microcisalhamento, entre outras (von Fraunhofer *et al.*, 1989; Curtis *et al.*, 1991; Hsiue & Chang, 1993; Haque *et al.*, 2001; Behr *et al.*, 2005, 2008; Bulucu *et al.*, 2006). As alterações foram proporcionais ao aumento da dose de radiação aplicada. Nos estudos que utilizam radiação ionizante de baixa-energia, como a radiação ultravioleta (UV), foram observadas alterações de cor, do grau de conversão, entre outras (Ferracane *et al.*, 1985; Faltermeier *et al.*, 2008). Não foi encontrado, na literatura, ao nosso alcance, relatos sobre os efeitos da exposição de materiais dentários e tecidos dentários a radiação-X com energia para o diagnóstico.

As radiações ionizantes, tanto de alta como de baixa-energia, também são utilizadas para acelerar o processo de envelhecimento visando avaliar a resistência de várias propriedades químicas e mecânicas dos materiais submetidos a processos de degradação (Faltermeier *et al.*, 2008; Schulze *et al.*, 2003).

Assim, considerando que materiais adesivos usados em restaurações dentárias podem ser expostos a diferentes tipos de radiações ionizantes, sendo que essas radiações têm alta energia e grande poder de penetração, qualquer mudança negativa na capacidade adesiva dessas restaurações causada pela irradiação poderia ser contra-indicação para esses sistemas adesivos.

## 2. Revisão da Literatura

### 2.1. Efeito da radiação UV em materiais restauradores

Em 1985, Ferracane *et al.* avaliaram a estabilidade de cor e o grau de conversão de resinas compostas com diferentes formulações químicas a base de Bis-GMA, expostas a diferentes doses de radiação UV. Foram observadas que após exposição à luz UV ocorreram alterações de cor com o amarelecimento das resinas em maior ou menor grau, seguidas do aumento do grau de conversão. Os autores concluíram que o amarelecimento é devido à redução das duplas ligações entre carbonos (C=C) não convertidos, que com a exposição à radiação UV, sofrem processo de oxidação e acabam produzindo componentes peróxidos com coloração, que alterariam a cor da resinas compostas.

Schulze *et al.* (2003), avaliaram a cor e a microdureza de 5 resinas compostas, sendo 4 fotoativadas e 1 quimicamente ativada, após envelhecimento com exposição à radiação UV. Foi observado que os materiais apresentaram aumento significativo na dureza, juntamente com alterações perceptíveis na cor, após da irradiação. Sendo que, os materiais fotoativados foram os que exibiram as menores alterações de cor após a irradiação. Não houve correlação das alterações de cor com as de microdureza.

Ao investigar a estabilidade da cor de 4 sistemas adesivos, sendo 3 convencionais e 1 com incorporação de ionômero de vidro, durante irradiação com UV e a corantes contidos nos alimentos, Faltermeier *et al.* (2008) observaram que os sistemas adesivos convencionais foram susceptíveis a alterações de cor tanto intrínsecas, induzidas pela radiação UV, como extrínsecas, induzidas pelos alimentos. Os adesivos com ionômero de vidro incorporado se mostraram mais estáveis, e os autores consideraram essa estabilidade ao fato do material com ionômero de vidro apresentar maior reticulação. Sendo assim, os autores sugerem

que para aumentar a vida útil dos adesivos convencionais são necessárias reformulações, visando à melhoria desses materiais, a fim de torná-lo capazes de suportar o ambiente bucal e seus agentes externos.

## **2.2. Efeito da radiação ionizante modificando materiais restauradores**

Em 1993, Hsiue & Chang estudaram os efeitos da radiação gama modificando a porção inorgânica de compósitos resinosos. O trabalho consistiu em fabricar dois tipos de compósitos com a mesma composição química, porém, em um deles, a parte inorgânica, composta de sílica gel e diluentes monoméricos, sofria processo de irradiação com diferentes doses de absorção. Nos resultados foram observadas alterações da porção inorgânica com degradação acima da dose de 0,7Mrad (7000Gy). A modificação efetiva da sílica promoveu aumento de resistência na interface matriz-carga melhorando assim as propriedades mecânicas dos materiais.

Haque *et al.* (2001) estudaram as alterações da resistência mecânica e molecular de resinas dentárias a base de UDMA expostas às radiações gama e do laser de íons de  $C_{12}$ , com a dose máxima de 640Gy. Nesse estudo, as resinas foram preparadas sem carga, apenas para analisar a reação das cadeias poliméricas quando irradiadas. Nos resultados foram observadas diferenças mecânicas e químicas após irradiação tanto com o laser de íons de  $C_{12}$  como com os raios gama. A radiação promoveu melhoria nas propriedades mecânicas, pelo aumento da reticulação das moléculas de carbono, sendo que o laser demonstrou melhor eficiência para melhoria desses materiais.

Em 2005, Behr *et al.* avaliaram a possibilidade de alterar as propriedades mecânicas de resinas compostas fotoativadas pela irradiação com feixe de elétrons. Foram aplicadas doses de 100 a 200kGy do acelerador linear com 10MeV. Foi observado que a irradiação promoveu alteração significativa em várias

propriedades mecânicas causando melhoria das mesmas, porém, juntamente com essas melhorias ocorrem alterações indesejáveis de cor, que limita sua aplicação na Odontologia. Em 2008, com colaboradores, Behr avaliou as propriedades mecânicas de resinas compostas fotoativadas fabricadas com diferentes tipos de cargas irradiadas. Foi utilizado feixe de elétrons com dose de 30 a 90kGy. Observou-se que as resinas feitas com carga inorgânica irradiada tiveram as propriedades mecânicas melhoradas após fotoativação, assim o processo de irradiação seria indicado na confecção desses materiais.

### **2.3. Efeito da radiação ionizante com energia para terapia em materiais restauradores**

von Fraunhofer *et al.*, em 1989, estudaram, por meio de testes mecânicos, a influência da radiação gama em cinco diferentes materiais restauradores odontológicos. Foram utilizados um amálgama e quatro compósitos, sendo um deles de cura química e os outros de fotoativação. Foram aplicadas doses crescentes de radiação de 2Gy a 80Gy. Os resultados demonstraram que a resina quimicamente polimerizada e o amálgama dentário não sofreram nenhum tipo de alteração estatisticamente significativa, porém as resinas fotoativadas tiveram propriedades mecânicas alteradas, de acordo com o aumento da dose de radiação. Foi observado aumento linear da dureza das resinas com o aumento da dose de radiação, sendo que o coeficiente para relação linear foi maior que 0,9 em todos os casos. Concluindo que essa resistência, frente à irradiação, poderia ser benéfica para o material.

Em 1991, Curtis *et al.* deram continuidade ao trabalho iniciado por von Fraunhofer *et al.*, em 1989, porém analisando apenas os compósitos. Foram utilizadas as mesmas resinas, com a mesma variação de dose de radiação, sendo feito apenas o teste mecânico para análise do desgaste. Foi observado que, ao contrário do trabalho anterior, onde a radiação promoveu algum tipo de alteração

nas resinas fotopolimerizadas, neste trabalho não foi observada nenhuma alteração. O desgaste foi o mesmo tanto em materiais irradiados como nos não irradiados. Porém, mesmo sem observar alterações os autores afirmam que as radiações terapêuticas interagem de modo não destrutivo com material restaurador.

#### **2.4. Efeito da radiação ionizante com energia para terapia em dentes e restaurações**

Pioch *et al.*, em 1992, avaliaram a influência da radiação gama na estabilidade da região da junção dentina-esmalte de dentes bovinos. Foram feitos ensaios de cisalhamento e avaliado o padrão de fratura por microscopia eletrônica de varredura. Após irradiação foram observadas diferenças estatisticamente significativas da resistência da união entre esmalte e dentina, sendo que os dentes irradiados apresentaram os menores valores de adesão. O padrão de fratura também foi alterado, enquanto os dentes não-irradiados apresentavam padrão de fratura em dentina e esmalte, os dentes irradiados apresentaram aumento da fratura em dentina. Assim, os autores concluem que a radiação gama é capaz de alterar as propriedades biofísicas dos dentes.

Kielbassa, em 2000, avaliou os efeitos da irradiação de dentina com dose terapêutica e observou que não houve alterações promovidas pela radiação nesse tecido capaz de aumentar sua susceptibilidade a cárie. Porém, isso ocorreu porque houve adequada técnica de higiene bucal, caso isso não ocorresse poderia ter alterado a susceptibilidade a cárie dessa dentina, considerando que são fatores para desenvolver a cárie: a diminuição do fluxo salivar, a falta de adequada higiene bucal e a alteração na junção esmalte/dentina promovida pela radiação.

No mesmo ano, Kielbassa em conjunto com colaboradores, realizou outra pesquisa avaliando o efeito da radiação em esmalte também com doses

terapêuticas e observou alterações no esmalte, porém, essas alterações não induziram aumento na susceptibilidade a cárie.

Gernhardt *et al.* em 2001 avaliaram a resistência da união adesiva de restaurações feitas sobre dentina irradiada. Foram utilizados diferentes sistemas adesivos. A resistência da união adesiva dos grupos irradiados foi comparada com o controle não irradiado. Independente das diferenças de resistência adesiva entre adesivos, os autores não observaram diferenças estatisticamente significativa de restaurações feitas ou não sobre dentina irradiada. Porém os autores advertem que como o estudo é em curto prazo, não se sabe o efeito da irradiação no dente em longo prazo, podendo alterar sua estrutura diminuindo a resistência da união adesiva com os sistemas adesivos.

No ano de 2004, Gernhardt *et al.* avaliaram o efeito protetor de cárie de 2 sistemas adesivos aplicados sobre a raiz de dentes irradiados e não irradiados. Os dentes foram seccionados no sentido mesio-distal, sendo uma das metades irradiadas enquanto que a outra não. As superfícies das raízes dos dentes foram recobertas com esmalte ácido-resistente deixando 2 janelas descobertas. Uma janela foi recoberta com um dos sistemas adesivos enquanto que a outra servia como controle. Os autores não observaram diferenças estatisticamente significativas de descalcificação dos dentes irradiados ou não, mais observaram diferenças quando esses eram recobertos com sistemas adesivos que serviram para retardar os efeitos da descalcificação da raiz podendo assim ser utilizado em pacientes submetidos à radioterapia como protetor do desenvolvimento da cárie.

Buscando avaliar a resistência da união adesiva de 2 sistemas adesivos aplicados sobre a dentina antes e após a irradiação Bulucu *et al.*, em 2006, avaliaram a resistência da união adesiva por meio de do ensaio de microcisalhamento. Os autores observaram que houve diferença estatisticamente significativa em um dos grupos, grupo restauração adesiva irradiada, que

apresentou diminuição da resistência da união adesiva após a irradiação. Porém, apesar da alteração ter ocorrido no grupo restauração irradiada os autores focam os resultados do estudo nos efeitos da irradiação que teriam modificado a dentina, e não a possível alteração radioinduzida do material. Os autores concluem que o momento no qual é feita a irradiação no paciente altera a resistência de adesão da dentina a alguns adesivos, sendo assim, é indicada, como precaução, que uma restauração adesiva seja feita somente após o término da radioterapia.

Em 2006, Kielbassa *et al.*, escreveram a revisão da literatura sobre os danos na dentição causados pela radiação e mais uma vez os autores expõem que a radiação por si só não causa alterações no dente irrompido capazes de aumentar a incidência de cárie de radiação, mais essa decorre de uma série de fatores como diminuição do fluxo salivar, alteração química da saliva, alteração dos hábitos de escovação dental, entre outros, que em conjunto, debilitam o dente aumentando a sua susceptibilidade a cárie.

## **2.5. Dose de radiação para o radiodiagnóstico**

Regulla & Eder (2005) fizeram levantamento da exposição radiográfica para o diagnóstico desde 1997 na Alemanha comparando-a com de outros países europeus e de outros continentes. As doses de radiação anual variam muito entre os países, principalmente quando é comparado com o índice de desenvolvimento desse país. As doses são aumentadas enormemente com a introdução da tomografia computadorizada e com exames intervencionistas. Neste trabalho os autores exploram as situações que tem promovido aumento na dose de radiação mundial, sendo considerados os dois extremos: o aumento da dose por práticas inadequadas com equipamentos ultrapassados sem proteção, e o aumento pelos excessos da utilização de equipamentos de alta dose como tomógrafos computadorizados.

## 2.6. Sistemas adesivos

Adebayo *et al.*, em 2007, estudaram a resistência adesiva de diferentes sistemas adesivos após o clareamento dental. Neste estudo foi realizado o ensaio de microcissalhamento seguido da avaliação do padrão de fratura por microscopia ótica, validada por microscopia de varredura. Os autores explicam que o ensaio de microcissalhamento deve ser feito com avaliação do padrão de fratura sendo que este indicará se houve ou não enfraquecimento da resistência da união adesiva ou falha no material restaurador.

O grau de conversão durante e após a cura de 3 diferentes sistemas adesivos, com diferentes modos de aplicação, foi estudado por Ye *et al.*, em 2007, que utilizaram diferentes fontes de fotoativação com diferentes intensidades de luz. Foi observado que a luz halógena, devido seu amplo espectro, causou conversão similar em todos os adesivos, e que dependeu diretamente do tempo de exposição ao qual o material era exposto. Já o LED causou melhor conversão que a luz halógena somente no adesivo autocondicionante de “passo único”, isso ocorreu devido à quantidade de ácido presente no *primer* autocondicionante que permaneceu após a aplicação do adesivo. A ativação do LED foi independente do tempo, e isso ocorreu porque o seu espectro é mais estreito.



### 3. Proposição

No presente estudo, materiais adesivos com diferentes modos de aplicação foram submetidos à ação de radiações ionizantes de diferentes energias com os seguintes objetivos:

- a) Verificar a resistência adesiva de diferentes materiais adesivos irradiados, por meio do ensaio de microcisalhamento avaliando o padrão de fratura.
  
- b) Avaliar a influência das diferentes energias das radiações nos sistemas adesivos, considerando os diferentes modos de aplicação.
  
- c) Considerar se as radiações utilizadas podem ser agentes externos capazes de causar degradação da união adesiva.

#### 4. Material e Métodos

Após a aprovação deste projeto pelo Comitê de Ética em Pesquisa Humana, protocolo número 032/2007 (anexo 1), foram selecionados 60 terceiros molares hígidos de humanos adultos. Os dentes foram limpos e armazenados em água destilada, a 4°C, por não mais que 6 meses pós-extração. As coroas dos dentes foram seccionadas da raiz, e em seguida divididas no sentido mesio-distal (Figura 1) usando disco de diamante flexível em baixa velocidade, KG Sorensen número 7020 (KG Sorensen, Barueri, SP, Brasil) montado em cortadora de baixa velocidade IsoMet<sup>®</sup> (Buehler Ltd., Lake Bluff, IL, EUA) sob refrigeração a água.

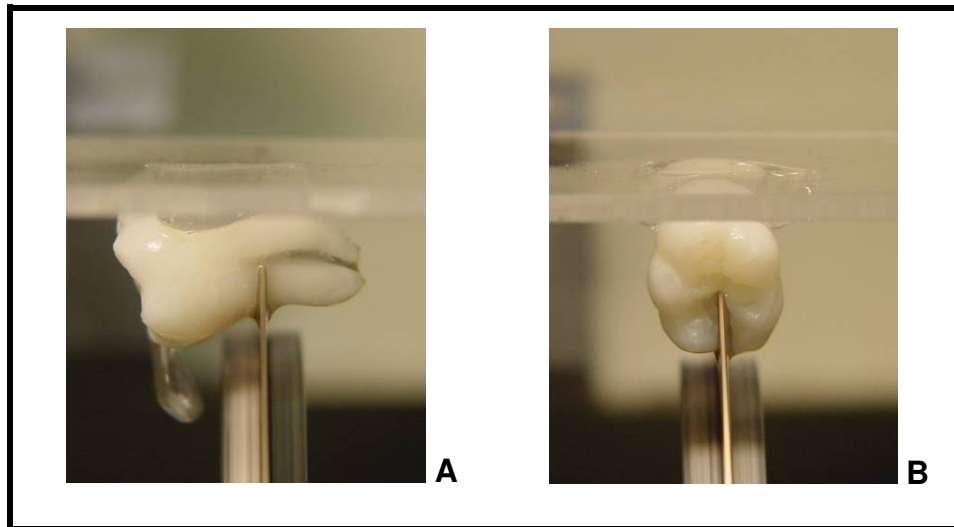


Figura 1 – Ilustração da secção da raiz “A” e da coroa do dente “B” no sentido mesio-distal.

Após secção das coroas obteve-se 120 hemi-coroas que foram colocadas, individualmente, em cilindro de PVC preenchido com resina epóxi, mantendo a dentina voltada para a superfície, ao nível da borda do cilindro. As superfícies das dentinas foram preparadas com lixas de granulação crescente, 180, 220, 400 e 600, para criar superfície lisa e plana na dentina média, de acordo com a Figura 2.

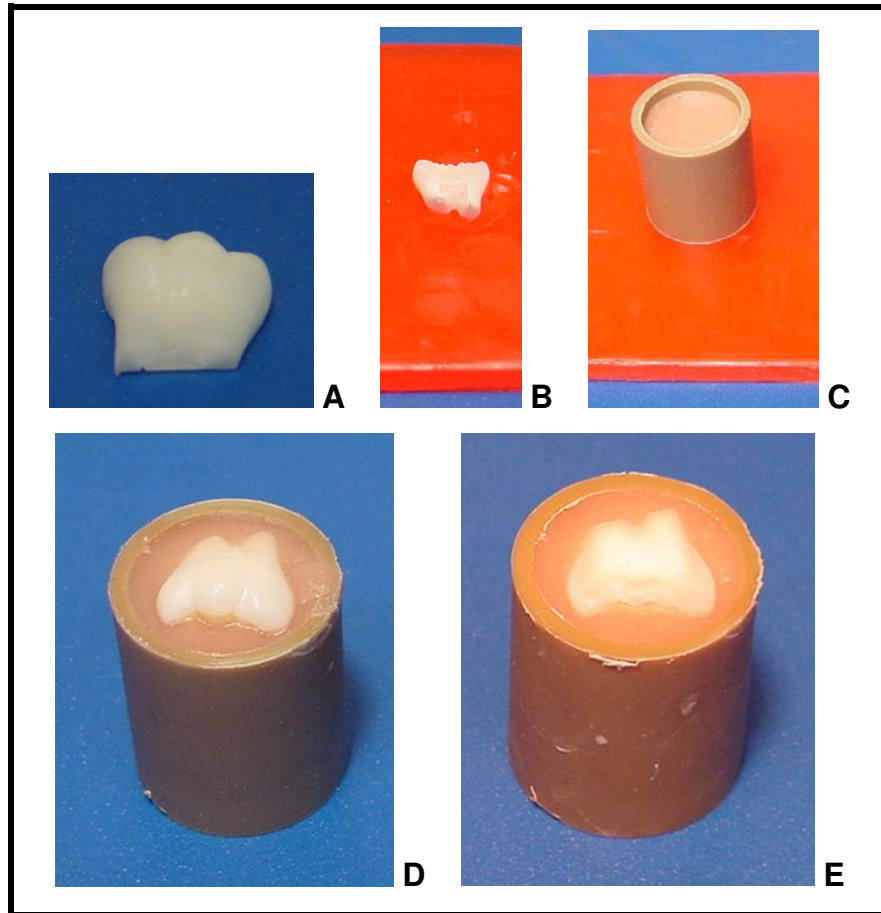


Figura 2 – Ilustração da seqüência de procedimentos para obtenção dos corpos de prova para o ensaio de microcisalhamento. Em “A” obtenção das hemi-coroas dos dentes, “B” colocação das hemi-coroas sobre placa de cera utilidade, “C” colocação de cilindro de PVC sobre a hemi-coroa e posterior preenchimento do cilindro com resina epóxi, “D” resultado da inclusão das hemi-coroas, e “E” corpos de prova após ser lixada a hemi-coroa para exposição da dentina média dentária.

Após esse procedimento os 120 corpos de prova foram divididos aleatoriamente em 3 grupos (n=40) de acordo com os sistemas adesivos descrito na Tabela 1.

Tabela 1 – Sistemas adesivos

<b>Grupo</b>	<b>Nome comercial</b>	<b>Fabricante</b>	<b>Composição*</b>
SB	Adper™ Single Bond Plus Adhesive	3M/ESPE, Dental Products, St. Paul, MN, EUA	BisGMA, HEMA, dimetacrilato, etanol, água, copolímero poliacrílico, ácido politaconico e sílica.
CB	Clearfil™ SE Bond	Kuraray Co., Ltd., Kurashiki, Japão	Primer: MDP, HEMA, monômero dimetacrilato, água, catalisador Bond: MDP, HEMA, monômero dimetacrilato, micropartículas, catalisador.
AP	Adper™ Prompt™ Self-Etch Adhesive	3M/ESPE Dental Products, St. Paul, MN, EUA	Líquido 1 (frasco vermelho): Metacrilato fosfórico, ésteres, Bis-GMA, iniciadores baseados em canforoquinona, estabilizantes Líquido 2 (frasco amarelo): Água, HEMA, ácido polialquenóico, estabilizantes.

\* Informações disponíveis nos manuais técnicos dos materiais.

Os sistemas adesivos foram aplicados sobre a dentina média polida, imediatamente após essas superfícies serem lavadas com água destilada e secas com papel absorvente. Os protocolos de aplicação de cada sistema adesivo são descritos na Tabela 2.

Tabela 2 – Protocolo de aplicação dos sistemas adesivos.

Grupos	Procedimentos*
SB	Aplicação de ácido fosfórico 35% (Scotchbond™ Etchant, 3M/ESPE, Dental Products, St. Paul, MN, EUA) na dentina por 15s. Lavagem abundante com água destilada por 10s. Secagem do excesso de água com papel absorvente. Aplicação de 3 camadas de adesivo usando aplicador microbrush (Microbrush® International, Grafton, EUA) delicadamente por 15s e após, suave jato de ar por 5s. Fotoativação por 10s.
CB	Aplicação de primer usando microbrush por 20s. Secagem completa com suave jato de ar. Aplicação de 1 camada de bond usando microbrush sem fricção. Suave jato de ar por 3s. Fotoativação por 10s.
AP	Mistura rápida de 1 gota do líquido 1 com 1 gota do líquido 2 por 5s. Aplicação da mistura, de modo vigoroso, sobre a dentina usando microbrush por 15s. Secagem completa com suave jato de ar. Fotoativação por 10s.

\* Antes de iniciar os procedimentos descritos, as superfícies foram polidas e lavadas abundantemente com água destilada e então secas com papel absorvente.

A fotoativação de todos os sistemas adesivos foi realizada com o LED (Lec 1000 MMOptics, São Carlos, SP, Brasil) com 1000mW/cm<sup>2</sup>.

Para obter os corpos de prova para o teste de microcislamento, um molde de elastômero previamente confeccionado, com 0,5mm de espessura e com três orifícios de 1,2mm de diâmetro, foi colocado sobre as superfícies dos dentes na área da aplicação do adesivo (Moraes *et al.*, 2008a; 2008b). Após, os orifícios desse molde foram preenchidos com resina composta (Filtek™ Z-250 Universal Restorative, 3M/ ESPE Dental Products, St. Paul, MN, EUA) (Figura 3) e cobertos com tira de poliéster, recebendo uma carga constante de 250g por 2min. Em seguida as resinas foram fotoativadas por 20s utilizando LED. Os corpos de prova foram armazenados a 37°C (±1°C) e 95% (±5%) de umidade relativa até serem ensaiados.

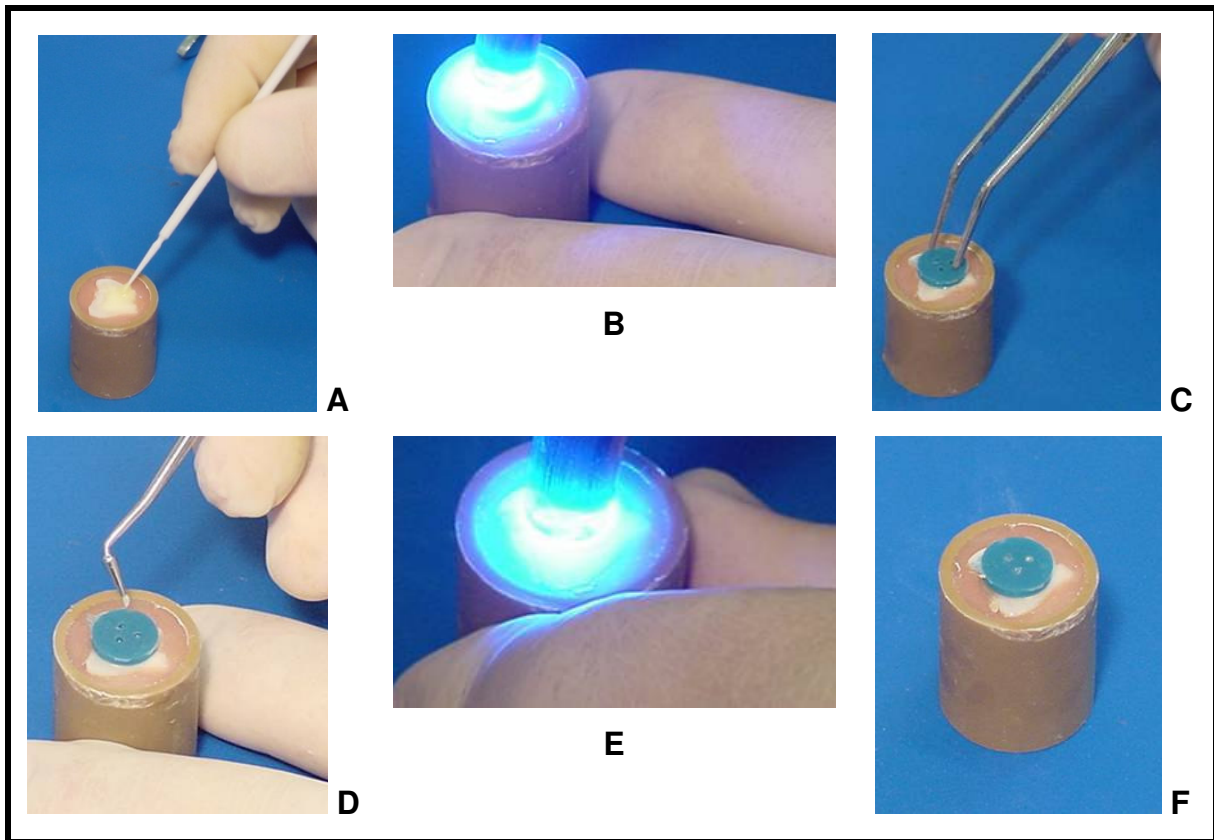


Figura 3 – Ilustração dos procedimentos para preparação dos corpos de prova para o teste de microcisalhamento. Em “A” aplicação do sistema adesivo sobre dentina, seguindo os procedimentos descritos na Tabela 2, “B” fotoativação do sistema adesivo, “C” colocação do molde de elastômero sobre a superfície adesiva, “D” preenchimento dos orifícios do molde com resina composta, “E” fotoativação da resina composta e “F” molde de elastômero preenchido com resina composta após fotoativação.

Após a aplicação dos adesivos cada grupo foi subdividido aleatoriamente em 4 subgrupos (n=10), de acordo com o tratamento experimental aplicado descrito na Tabela 3.

Tabela 3 – Tratamentos experimentais.

<b>Grupos</b>	<b>Radiação</b>	<b>Procedimentos</b>
UV	Radiação ultravioleta	Aplicação de radiação ultravioleta em caixa com umidade relativa de 50% ( $\pm 5\%$ ) montada com duas lâmpadas de mercúrio ZN 15W (Huaning Corp, Nanjing, China), de 253,7nm, 15W, durante 48 horas, que resultaram na dose de 1157.76J/cm <sup>2</sup> .
RXD	Radiação-X com energia para o diagnóstico	Aplicação de radiação-X com energia para o diagnóstico em equipamento de raios-X Poli-Tecnica 300/125 (Engeclin Ltda, São Paulo, SP, Brasil), durante 30s de exposição, com 80kVp de voltagem do tubo, 200mA de corrente do tubo, à distância foco-objeto de 100cm e 10cm <sup>2</sup> de campo de irradiação.
RXT	Radiação-X com energia terapêutica	Aplicação de radiação-X com energia para terapia em acelerador linear Clinac <sup>®</sup> 600, (Varian Medical Systems, Palo Alto, CA, EUA), com energia de 6MeV, 70Gy de dose de absorção, 100cm de distância foco-objeto, 10cm <sup>2</sup> de campo de irradiação.
GC	Grupo controle	Sem nenhum tratamento

Assim, com o final da aplicação dos tratamentos experimentais (48 horas após o procedimento de fotoativação dos corpos de provas), os moldes de elastômero foram removidos dos corpos de prova (Figura 4). Todos os cilindros de resina (n=360) foram checados em estereomicroscópio (Carl Zeiss do Brasil Ltda. São Paulo, SP, Brasil) com ampliação de 40X. Os cilindros dos corpos de prova apresentando falhas, irregularidades ou defeitos de união foram eliminados da amostragem (n=19).

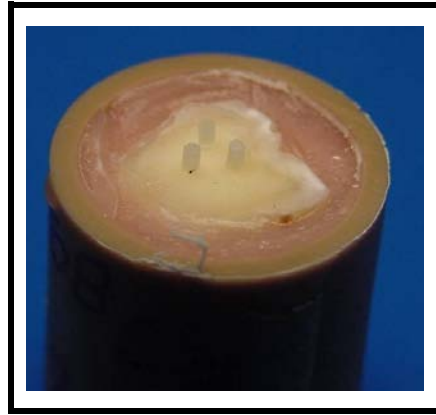


Figura 4 – Corpo de prova após a remoção do molde de elastômero e checagem de irregularidades dos cilindros de resina antes do ensaio de microcisalhamento.

Para o teste de microcisalhamento, o fio de aço inoxidável com 0,2mm de diâmetro foi colocado ao redor do cilindro e alinhado com a interface de união do adesivo (Figura 5). O teste foi conduzido em máquina para teste universal (modelo 4411, Instron Inc., Canton, MA, EUA), a velocidade de 0.5mm/min até fraturar. A resistência da união foi dada em kgf e convertida em MPa. A média do valor da fratura dos três cilindros de resina foi utilizada como o valor de fratura da amostra. Os resultados do teste de microcisalhamento foram submetidos à análise de variância (ANOVA) com o os testes de Tukey ( $\alpha=0.05$ ) para as comparações múltiplas entre os grupos e de Dunnett ( $\alpha=0.05$ ) para as comparações dos grupos independentemente com seu respectivo controle.

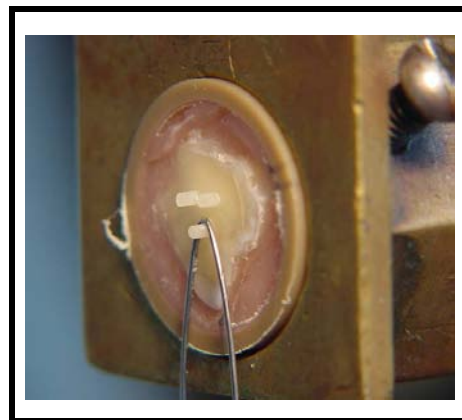


Figura 5 – Posição do fio de aço inoxidável ao redor do cilindro de resina na máquina de teste universal para ensaio de microcisalhamento.



Os corpos de prova fraturados foram examinados em microscópio óptico (HMV-2, Shimadzu Corporation, Nakagyo-ku, Kyoto, Japão) com ampliação de 200X, por um mesmo avaliador, e classificados os modos de fratura como segue:

- 1 - Fratura adesiva, entre dentina e o adesivo;
- 2 - Fratura mista, entre dentina e adesivo com 75% dentina exposta;
- 3 - Fratura mista, entre dentina e adesivo com 50% dentina exposta;
- 4 - Fratura mista, entre dentina e adesivo com 25% dentina exposta;
- 5 - Fratura coesiva, do adesivo ou da resina composta.

Amostras representativas de cada modo de fratura foram cobertas com ouro (Figura 6) e examinadas em microscopia eletrônica de varredura (JSM5600LV; Jeol Inc., Peabody, MA, EUA) para validação da microscopia ótica. Os escores dos modos de fratura foram submetidos ao teste de Kruskal-Wallis com teste de Dunn ( $\alpha=0.05$ ).

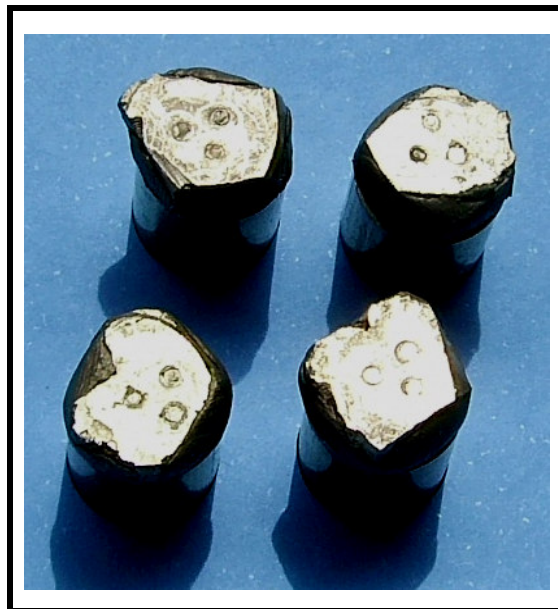


Figura 6 – Amostras cobertas com ouro para a análise por microscopia eletrônica de varredura.

## 5. Resultados

Os resultados do teste de microcisalhamento são exibidos na Figura 7. Não houve diferenças estatisticamente significativas na resistência da união adesiva devido à exposição a diferentes radiações pelo teste de Tukey ( $p > 0,05$ ). Nenhum processo de interação aconteceu entre radiação e sistemas adesivos. Diferenças estatisticamente significativas só foram encontradas no grupo do adesivo SB após irradiação com UV quando comparado com o grupo controle pelo teste de Dunnett ( $p = 0,0267$ ).

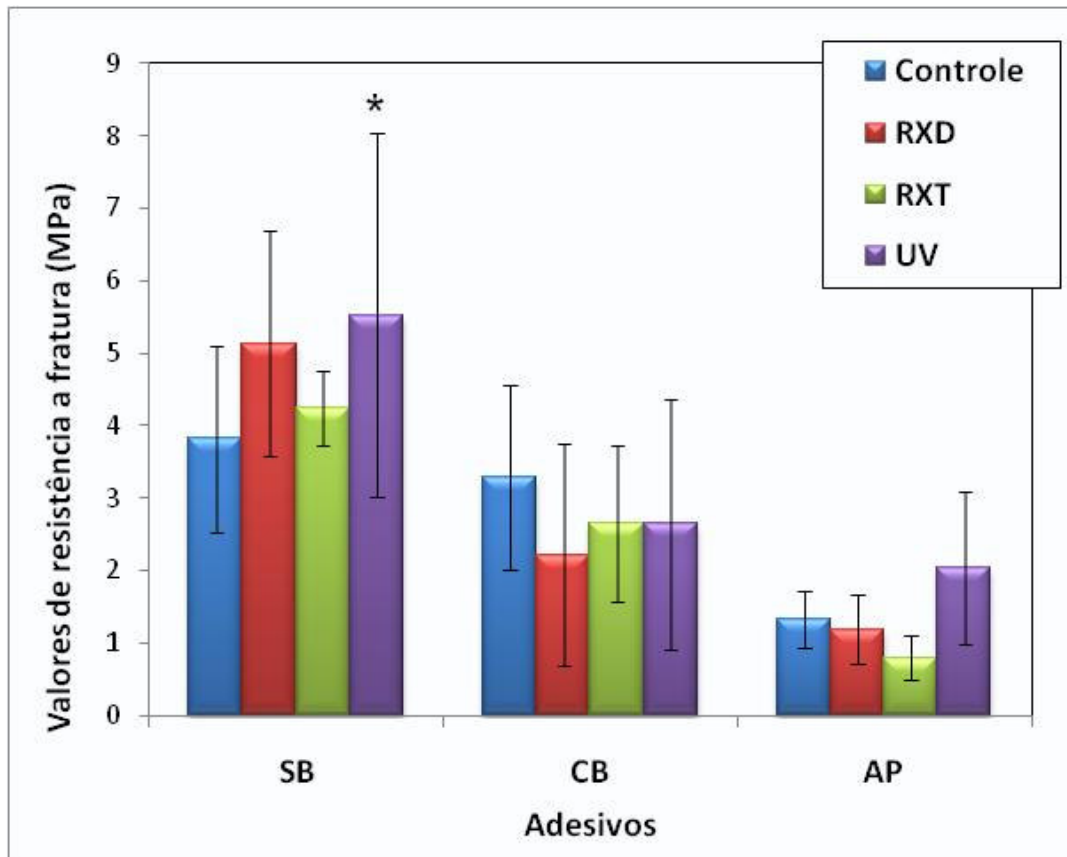


Figura 7 - Resultados do teste da resistência adesiva ao microcisalhamento. \*Valor que diferiu do controle pelo teste de Dunnett ( $p < 0,05$ ).

Na Figura 8 foram exibidas as distribuições dos padrões de fratura de acordo com os escores ilustrados na Figura 9.

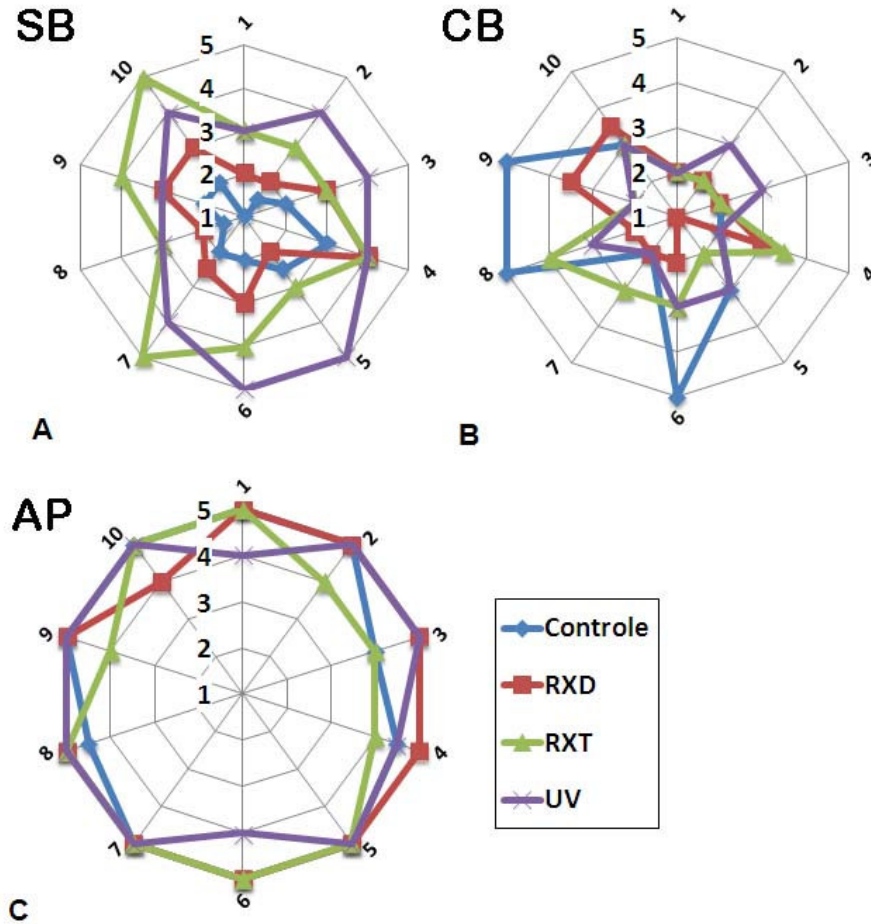


Figura 8 – Distribuição dos padrões de fratura apresentados pelos corpos de prova (de 1 a 10 representa o número do corpo de prova) da amostra de acordo com os escores utilizados (de 1 a 5, sendo 1 a fratura do tipo adesiva e 5 os do tipo coesiva). A) Distribuição dos padrões de fratura do adesivo SB: o adesivo apresentou padrão de fratura predominantemente do tipo adesivo ao tipo misto para o grupo controle, para os grupos irradiados com RXD e RXT houve predominância do tipo misto, e para o grupo irradiado com UV houve predominância dos tipos mista e coesiva. B) Distribuição dos padrões de fratura do adesivo CB: o adesivo apresentou, para todos os grupos, padrão de fratura predominantemente do tipo misto. C) Distribuição dos padrões de fratura do adesivo AP: o adesivo apresentou padrão de fratura predominantemente do tipo coesivo para todos os grupos.

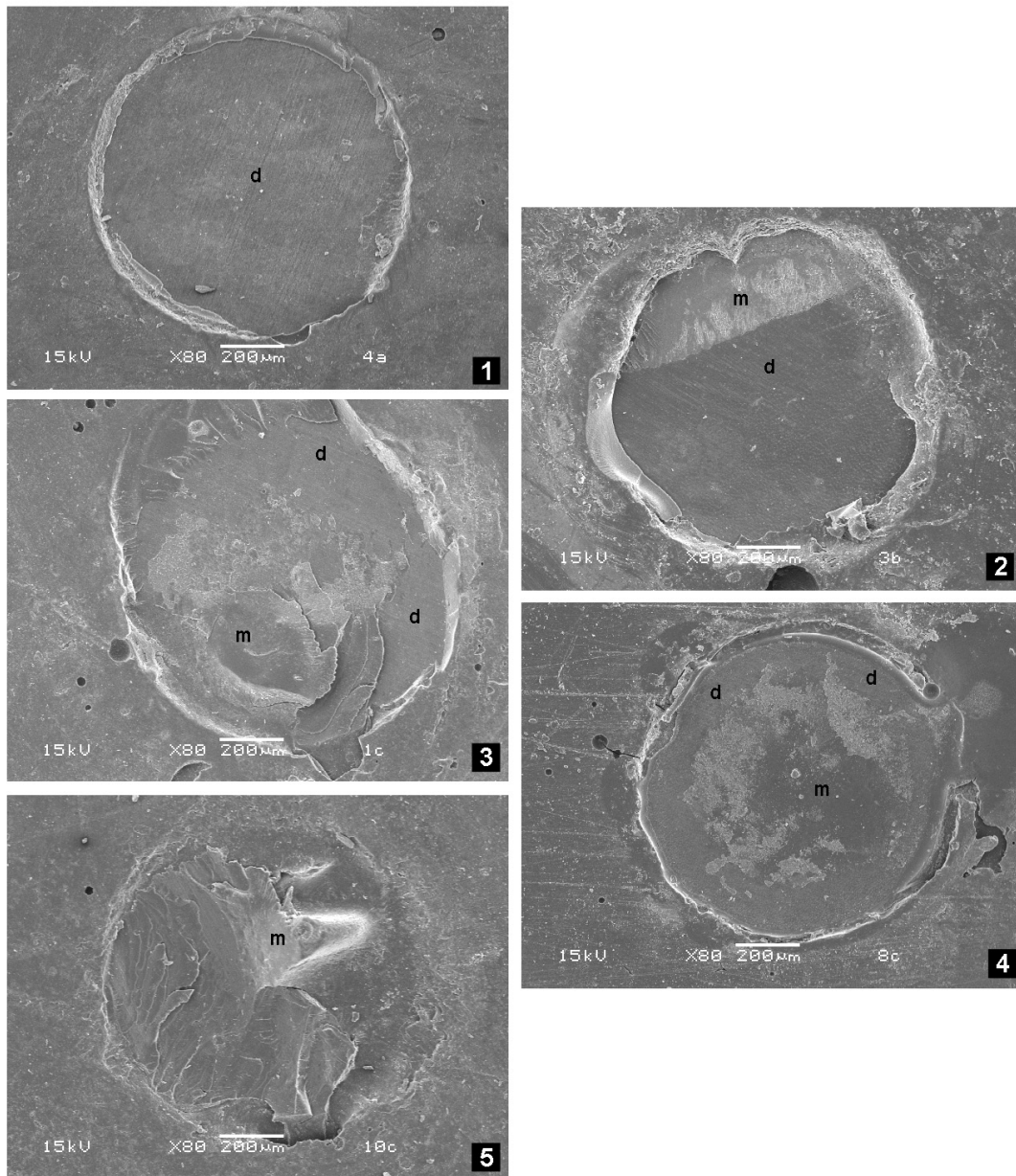


Figura 9 – Imagens representativas do tipo de fratura de acordo com os escores utilizados. 1 Fratura adesiva, entre dentina e o adesivo; 2 Fratura mista, entre dentina e adesivo com 75% dentina exposta; 3 - Fratura mista, entre dentina e adesivo com 50% dentina exposta; 4 Fratura mista, entre dentina e adesivo com 25% dentina exposta; 5 Fratura coesiva, do adesivo ou da resina composta. # Nas imagens, “d” representa a área de exposição dentinária e como característica exibe ranhuras do lixamento para exposição da dentina média durante a preparação dos corpos de prova; e “m” a área coberta com material restaurador, adesivo ou resina composta, remanescente.

Na Tabela 4, o adesivo SB exibiu diferenças estatisticamente significativas ( $p=0.0000$ ) nos padrões de fratura entre as exposições com as diferentes radiações.

Tabela 4 – Valores médios dos escores utilizados para classificar os padrões de fratura (mínimo - máximo)

Tratamento experimental	Material		
	SB	CB	AP
Controle	2.00 (1.0 - 3.0) Aab	2.50 (2.0 – 5.0) ABa	5.00 (4.0 – 5.0) Ba
RXD	2.75 (2.0 – 4.0) Ab	2.00 (1.0 – 3.5) Aa	5.00 (4.0 – 5.0) Ba
RXT	3.50 (3.0 – 5.0) ABbc	2.50 (2.0 – 4.0) Aa	5.00 (4.0 – 5.0) Ba
UV	4.00 (3.0 – 5.0) Bc	3.00 (2.0 – 3.0) Aa	5.00 (4.0 – 5.0) Ba

Valores com mesma letra (maiúscula na linha e minúscula na coluna) não são diferentes estatisticamente pelo teste de Dunn e Kruskal-Wallis ( $p>0.05$ ).

## 6. Discussão

No presente estudo laboratorial, em curto prazo, o conjunto dente-restauração foi submetido a radiações ionizantes com diferentes energias para avaliar a influência destas radiações na resistência da união adesiva. Também foram usados diferentes sistemas adesivos para avaliar a possibilidade de alteração da resistência da união após irradiações devido às diferenças do modo de aplicação desses sistemas.

O adesivo SB é um sistema de “dois-passos” no qual o primeiro passo é utilizado para preparação da superfície do dente com gel para condicionamento ácido seguido de enxágue, e o segundo passo da aplicação do *bond*. O adesivo CB também é um sistema de “dois-passos”, porém, este é autocondicionante onde o primeiro passo consiste da aplicação do *primer* autocondicionante sem enxágue, usado para preparar a superfície do dente, e o segundo passo da aplicação do *bond*. O adesivo AP é um sistema de “passo único” no qual o condicionador ácido, o *primer* e o *bond* são aplicados no mesmo momento juntos.

Com os resultados do presente estudo foi observado que as diferentes radiações não causaram alterações na resistência da união dos adesivos CB e AP; só o adesivo SB exibiu aumento da resistência da união adesiva após a exposição à radiação UV quando comparado com o grupo controle. Os resultados do presente estudo corroboram com os de Bulucu *et al.* (2006) que também não observaram alterações estatisticamente significantes na resistência da união adesiva após exposição à RXT. Porém, eles observaram que a irradiação com RXT alterou os valores da resistência da união dos diferentes adesivos. No presente estudo o mesmo foi observado: a resistência da união do adesivo CB era similar ao adesivo SB antes da exposição às diferentes radiações, ou seja, os grupos controles, no entanto, com a exposição às radiações RXD e RXT o adesivo CB tornou-se similar ao adesivo AP, e a resistência do adesivo AP era diferente dos adesivos SB e CB, porém após com a exposição à UV tornou-se similar.

No estudo de Ye *et al.* (2007), foram observadas alterações no grau de conversão (GC) de adesivos curados com diferentes unidades de fotoativação. Os adesivos utilizados no estudo desses autores também apresentaram diferentes modos de aplicação. Estas alterações no GC acontecem porque os adesivos não são similares tanto na quantidade de solvente remanescente durante o procedimento de adesão, como no tipo de fotoiniciador utilizado. E foram essas dissimilaridades que, segundo esses autores, induziram as diferentes conversões. Assim, considerando apenas um dos fatores citados, a porcentagem da conversão dependeu da intensidade e largura do espectro de radiação do fotoativador. No presente estudo foram selecionados três diferentes sistemas adesivos e fotoativados com o LED, que apresenta o espectro de radiação com largura mais estreita, quando comparado com o espectro de radiação da luz halógena. Assim, o fato de usar a unidade LED no presente estudo poderia induzir conversão insuficiente, sugerindo ocorrência de maiores alterações na resistência do adesivo quando este foi posteriormente exposto as radiações ionizantes, sugerindo conversão secundária, principalmente a radiação UV, devido à ampla largura do espectro. Considerando as outras radiações, RXD e RXT, possível alteração só ocorreria após a interação da radiação ionizante incidente com o tecido dental, que após absorvê-la, produziria radiação secundária de menor comprimento de onda, interagindo com as moléculas dos adesivos, porém, esse fato possivelmente não ocorreu ao ponto de promover alterações na resistência da união dos diferentes adesivos.

O presente estudo focou-se nos efeitos das radiações ionizantes nas restaurações dentárias por meio da resistência da união adesiva, variando os sistemas adesivos e energia das radiações. Por outro lado, outros estudos (Gernhardt 2001, 2004; Bulucu *et al.*, 2006) focalizaram os efeitos das radiações ionizantes com energia para terapia nos tecidos dentários. O estudo de Bulucu *et al.* (2006) focou os efeitos da exposição de dentina a RXT com dose de 60Gy, apesar do estudo deles ter dois grupos distintos: um com a radiação sendo aplicada no conjunto restauração/dente e o outro com a radiação aplicada nos

dentos antes de serem restaurados. Gernhardt *et al.* (2001, 2004) avaliou os efeitos de restaurações confeccionadas sobre dentina irradiada; e no estudo deles as restaurações não foram irradiadas. No estudo de Gernhardt *et al.* (2001) não foram observadas diferenças na resistência da união adesiva de restaurações confeccionadas após a radioterapia, enquanto que no estudo de Bulucu *et al.* (2006) foram observadas diferenças. Assim os resultados do presente estudo corroboram com o de Gernhardt *et al.* (2001), considerando que não foram encontradas diferenças causadas pela irradiação com RXT.

A dose de radiação terapêutica usada nos estudos previamente citados (Pioch *et al.*, 1992; Gernhardt 2001, 2004; Bulucu *et al.*, 2006) era similar a do presente estudo, doses compatíveis com a radioterapia da região de cabeça e pescoço (Kiebassa *et al.*, 2006). Porém, as doses de exposição à UV e a RXD usadas no presente estudo, apesar de serem baseadas em estudos prévios (Ferracane *et al.*, 1985; Regulla *et al.*, 2005; Faltermeier *et al.*, 2008), não possuem nenhuma relação clínica. As radiações RXT e RXD devido a suas grandes energias possuem grande penetração, e com isso são capazes de alcançar o tecido dental quando aplicadas sobre as restaurações de resina composta, porém, o mesmo não acontece com a radiação UV. A radiação UV pode quebrar ligações químicas, reativar ou ionizar moléculas, porém, seus fótons têm menos energia e pouca penetração (Ferracane *et al.*, 1985; Faltermeier *et al.*, 2008). Assim, quando a radiação UV é aplicada, dependendo da espessura da restauração, não consegue alcançar os tecidos dentários e a ação fica mais concentrada no material restaurador. Não há nenhum estudo sobre os efeitos das radiações RXD e UV em tecidos dentários, somente estudos com aplicação de radiação com energia para terapia (Pioch *et al.*, 1992; Kiebassa 2000, Kiebassa *et al.* 2000). E com relação aos efeitos da radiação terapêutica em tecidos dentários há duas visões opostas, uma indicando que a radioterapia pode alterar as estruturas dentárias (Pioch *et al.*, 1992; Bulucu *et al.*, 2006) e outra onde não ocorrem alterações (Kiebassa 2000; Kiebassa *et al.*, 2000, 2006; Gernhardt *et al.*,



2001). Porém, no presente estudo só foram observadas alterações na resistência da união adesiva, no adesivo SB, após a exposição à radiação UV.

Quando somente os materiais dentários, como as resinas compostas fotoativadas, foram irradiadas com energia terapêutica, como no estudo de von Franhoufer *et al.* (1989), foram observadas alterações em algumas propriedades mecânicas de alguns materiais. Porém, Curtis *et al.* (1991), avaliando outras propriedades mecânicas que não as estudadas por von Franhoufer *et al.* (1989), não observaram nenhuma alteração mecânica após expor os mesmos materiais restauradores às mesmas doses de radiação. Assim, a radiação com energia terapêutica, de acordo com os autores citados (von Fraunhofer *et al.*, 1989; Curtis *et al.*, 1991), pode promover alterações em materiais dentários, porém, as respostas das propriedades mecânicas são independentes. Outros prévios estudos (Hsiue & Chang, 1993; Haque *et al.*, 2001) concordam com os autores citados (von Fraunhofer *et al.*, 1989; Curtis *et al.*, 1991) afirmando que a mesma exposição à radiação pode induzir diferentes respostas nos materiais irradiados. Isso ocorre devido à composição química de cada material, que possui maior ou menor quantidade de grupos químicos radiosensíveis (Hsiue & Chang, 1993; Haque *et al.*, 2001). O presente estudo também concordou com estes estudos prévios citados, sendo que cada um dos três materiais estudados exibiu resposta diferente à exposição à mesma radiação. Porém, isto pode ter ocorrido devido aos diferentes modos de aplicações de cada sistema adesivo.

As diferentes radiações mudaram os padrões de fratura do adesivo SB; sendo que a radiação UV foi a que induziu as maiores alterações comparadas com o grupo controle. Sobre a influência da mesma radiação, ocorreram alterações dos padrões de fratura quando se comparou os diferentes sistemas adesivos. Para o adesivo SB, as aplicações das radiações-X resultaram em pequeno aumento no tipo de fratura mista e a radiação UV resultou na alteração de fratura adesiva para a coesiva. A ocorrência de fratura coesiva poderia ser indicação de que a resistência da união da dentina ao adesivo é igual ou excede a resistência coesiva da resina composta (Adebayo *et al.*, 2007). A redução da

incidência de fratura adesiva, devido à irradiação, seguida do aumento da resistência da união adesiva que pode indicar melhor adesão dentina-adesivo (Adebayo *et al.*, 2007). Como no presente estudo os resultados do adesivo SB mostraram alteração dos padrões de fratura do tipo adesiva para o tipo coesiva, porém, com aumento de resistência da união adesiva, nós podemos afirmar que essa radiação causou melhoria na sua resistência adesiva. A indução de degradação no material é sugerida quando ocorre aumento de fratura do tipo coesiva com diminuição na resistência da união adesiva. Assim, os resultados do presente estudo estão de acordo com estudos prévios (von Fraunhofer *et al.*, 1989; Curtis *et al.*, 1991; Haque *et al.*, 2001) que indicaram que a radiação ionizante com energia para terapia não causa efeitos prejudiciais em resina composta fotoativada, mas sim pode melhorar as propriedades mecânicas desses materiais.

O uso das radiações ionizantes para melhorar as propriedades mecânicas de resinas compostas fotoativadas é conhecido (Hsiue & Chang, 1993; Behr *et al.*, 2005, 2008), porém, as doses de radiação aplicadas nestes casos são muito maiores que as aplicadas em situações clínicas. Com relação à radiação UV os resultados do presente estudo discordam com os de outros estudos prévios (Ferracane *et al.*, 1985; Schulze *et al.*, 2003; Faltermeier *et al.*, 2008) que indicaram que esta radiação é um agente capaz de causar efeitos prejudiciais em materiais dentários. Porém, nesses estudos prévios (Ferracane *et al.*, 1985; Schulze *et al.*, 2003; Faltermeier *et al.*, 2008) não foi avaliada a ação da exposição à radiação UV na resistência da união adesiva ou padrão de fratura. A radiação UV foi usada para induzir envelhecimento causando alterações de cor, de microdureza, de grau de conversão, entre outras. Não há nenhum estudo, na literatura a nosso alcance, sobre a interação da radiação RXD com materiais dentários. Assim, deveriam ser feitas outras pesquisas sobre a interação das radiações ionizantes com materiais dentários e com outros testes mecânicos visando a aumentar a vida útil das restaurações de resina composta fotoativada.

## 7. Conclusão

Considerando o modelo experimental, é possível afirmar que:

- a) Houve alteração na resistência da união adesiva e no padrão de fratura sem diminuir a resistência adesiva após a irradiação com as diferentes radiações ionizantes.
  
- b) As alterações na resistência da união adesiva e no padrão de fratura dependeram tanto da energia das radiações ionizantes como do modo de aplicação dos adesivos.
  
- c) As radiações utilizadas no presente estudo não podem ser consideradas como agentes externos capazes de causar degradação nos materiais adesivos estudados.

**Referências\***

Adebayo OA, Burrow MF, Tyas MJ. Effects of conditioners on microshear bond strength to enamel after carbamide peroxide bleaching and/or casein phosphopeptide-amorphous calcium phosphate (CPP-ACP) treatment. *J Dent.* 2007;35:862-870.

Behr M, Rosentritt M, Faltermeier A, Handel G. Electron beam exposure of dental composites. *Dent Mater.* 2005;21:804-810.

Behr M, Rosentritt M, Hagenbuch K, Faltermeier A, Handel G. Experimental composites made of electron beam irradiated reinforced fillers. 1: *J Mater Sci Mater Med.* 2008;19:1891-1896.

Brahme A, Nilsson J, Belkic D. Biologically optimized radiation therapy. *Acta Oncol* 2001;40:725-734.

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

Curtis PM Jr, Farman AG, von Fraunhofer JA. Effects of gamma radiation on the in vitro wear of composite restorative materials. *J Dent.* 1991;19:241-244.

Faltermeier A, Rosentritt M, Reicheneder C, Behr M. Discoloration of orthodontic adhesives caused by food dyes and ultraviolet light. *Eur J Orthod.* 2008;30:89-93.

Ferracane JL, Moser JB, Greener EH. Ultraviolet light-induced yellowing of dental restorative resins. *J Prosthet Dent.* 1985;54:483-487.

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

Gernhardt CR, Koravu T, Gerlach R, Schaller HG. The influence of dentin adhesives on the demineralization of irradiated and non-irradiated human root dentin. *Oper Dent.* 2004;29:454-461.

---

\* De acordo com a norma da UNICAMP/FOP, baseado na norma do International Committee of Medical Journal Editors – Grupo de Vancouver. Abreviatura dos periódicos em conformidade com o Medline.

- Haque S, Takinami S, Watari F, Khan MH, Nakamura M. Radiation effects of carbon ions and gamma ray on UDMA based dental resin. *Dent Mater J*. 2001;20:325-338.
- Hsiue GH, Chang HL. The effects of radiation-modified silica and monomeric diluents on the properties of dental composite resins. *Angew Makromol Chem*. 1993;209:63-77.
- Kielbassa AM, Schendforam A, Schulte-Mönting J. Microradiographic and microscopic studies on in situ induced initial caries in irradiated and nonirradiated dental enamel. *Caries Res*. 2000;34:41-47.
- Kielbassa AM. In situ induced demineralization in irradiated and non-irradiated human dentin. *Eur J Oral Sci*. 2000;108:214-221.
- Kielbassa AM, Hinkelbein W, Hellwig E, Meyer-Lückel H. Radiation-related damage to dentition. *Lancet Oncol*. 2006;7:326-335.
- Moraes RR, Correr-Sobrinho L, Sinhoreti MA, Puppim-Rontani RM, Ogliari FA, Piva E. Light-activation of resin cement through ceramic: Relationship between irradiance intensity and bond strength to dentin. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater*. 2008a;85:160-165.
- Moraes RR, Gonçalves LS, Ogliari FA, Piva E, Sinhoreti MA, Correr-Sobrinho L. Development of dental resin luting agents based on Bis-EMA4: bond strength evaluation. *eXPRESS Polymer Letters*. 2008b;2:88-92.
- Pioch T, Golfels D, Staehle HJ. An experimental study of the stability of irradiated teeth in the region of the dentinoenamel junction. *Endod Dent Traumatol*. 1992;8:241-244.
- Regulla DF, Eder H. Patient exposure in medical X-ray imaging in Europe. *Radiat Prot Dosimetry*. 2005;114:11-25.
- Schulze KA, Marshalla SJ, Ganskyb SA, Marshalla GW. Color stability and hardness in dental composites after accelerated aging. *Dent Mater*. 2003;19:612-619.

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

Ye Q, Wang Y, Williams K, Spencer P. Characterization of photopolymerization of dentin adhesives as a function of light source and irradiance. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater.* 2007;80:440-446.

## Anexos

## Anexo 1 – Certificado do comitê de ética em pesquisa

	<p><b>COMITÊ DE ÉTICA EM PESQUISA</b>  <b>FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE PIRACICABA</b>  <b>UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS</b></p>	
<p><b>CERTIFICADO</b></p>		
<p>O Comitê de Ética em Pesquisa da FOP-UNICAMP certifica que o projeto de pesquisa "Influência da radiação ionizante na resistência a microtração", protocolo nº <b>032/2007</b>, dos pesquisadores <b>ADRIANA DIBO DA CRUZ</b> e <b>FRAB NORBERTO BOSCOLO</b>, satisfaz as exigências do Conselho Nacional de Saúde – Ministério da Saúde para as pesquisas em seres humanos e foi aprovado por este comitê em 20/06/2007.</p>		
<p>The Ethics Committee in Research of the School of Dentistry of Piracicaba - State University of Campinas, certify that the project "Ionizing radiation influence on microresilient bond strength", register number <b>032/2007</b>, of <b>ADRIANA DIBO DA CRUZ</b> and <b>FRAB NORBERTO BOSCOLO</b>, comply with the recommendations of the National Health Council – Ministry of Health of Brazil for research in human subjects and therefore was approved by this committee at 20/06/2007.</p>		
<p><b>Prof. Cinthia Pereira Machado Tabchoury</b></p>	<p><b>Prof. Jacks Jorge Júnior</b>          Coordenador          CEP/FOP/UNICAMP</p>	<p>Nota: O título do protocolo aparece como fornecido pelos pesquisadores, sem qualquer edição.          Notice: The title of the project appears as provided by the authors, without editing.</p>

## Anexo 2 – Protocolo de aceite do artigo da tese

---

## Journal of Adhesive Dentistry

**Manuscript: 775**

Investigation of bond strength of dental adhesive systems irradiated with ionizing radiations

Date submitted: 2008-12-09

Decision date: 2009-01-07

Decision: Accept

Decision letter:

Dear Dr

DECISION: Accept

You have recently submitted the above manuscript to the Journal of Adhesive Dentistry. The paper has now been reviewed by two external experts in the field and one of the editors.

It is our pleasure to inform you that your paper has been accepted for publication in the Journal of Adhesive Dentistry.

Two to three months before publication you will receive page proofs with instructions from our printing office.

We thank you for submitting this valuable paper and hope that you will continue to consider the Journal of Adhesive Dentistry as the primary journal of publication for your most interesting and important studies.

Sincerely yours

Jean-Francois Roulet  
Editor-in-Chief

Decision and reviewer reports



### Anexo 3 – Artigo da tese

#### **Investigation of bond strength of dental adhesive systems irradiated with ionizing radiations**

- Adriana Dibo da **Cruz\***, DDS, MSc, PhD student, Department of Oral Diagnosis, Dental School of Piracicaba, State University of Campinas.
- Luciano de Souza **Gonçalves**, DDS, MSc, PhD student, Department of Dental Materials, Dental School of Piracicaba, State University of Campinas, Av. Limeira, 901. Areião. Piracicaba, SP, Brazil. ZipeCode: 13414-018.
- Alessandra Nara de Souza **Rastelli**, DDS, MSc, PhD, Research, Physics Institute of São Carlos, University of São Paulo, Av. Trabalhador Sãocarlense, 400. São Carlos, SP, Brazil. ZipeCode: 13560-970.
- Lorenço **Correr-Sobrinho**, DDS, MSc, PhD, Chairman Professor, Department of Dental Materials, Dental School of Piracicaba, State University of Campinas, Av. Limeira, 901. Areião. Piracicaba, SP, Brazil. ZipeCode: 13414-018.
- Vanderlei Salvador **Bagnato**, DDS, MSc, PhD, Chairman Professor, Physics Institute of São Carlos, University of São Paulo, Av. Trabalhador Sãocarlense, 400. São Carlos, SP, Brazil. ZipeCode: 13560-970.
- Frab Norberto **Bóscolo**, DDS, MSc, PhD, Chairman Professor, Department of Oral Diagnosis, Dental School of Piracicaba, State University of Campinas, Av. Limeira, 901. Areião. Piracicaba, SP, Brazil. ZipeCode: 13414-018.

\* **Corresponding author:**

Adriana Dibo da CRUZ

Department of Oral Diagnosis, Oral Radiology, Dental School of Piracicaba, UNICAMP.

Av. Limeira, 901. Areião. Piracicaba, SP, Brazil.

Post office box: 52. ZipeCode: 13414-018

Tel.: +55 (19) 2106-5327 Fax: +55 (19) 2106-5218.

e-mail: cruz\_a\_d@fop.unicamp.br

## **Investigation of bond strength of dental adhesive systems irradiated with ionizing radiations**

### **Abstract**

The aim of the present paper was to determine the effect of different ionizing radiations on bond strength of three different dentin adhesive systems. 120 specimens of 60 human teeth (protocol number: 032/2007) sectioned mesio-distally were divided into 3 groups according to the adhesives systems used: SB (Adper™ Single Bond Plus), CB (Clearfil™ SE Bond) and AP (Adper™ Prompt™ Self-Etch). The adhesives were applied on dentin and photo-activated using LED (Lec 1000, MMOptics, 1000mW/cm<sup>2</sup>). Onto the bonding areas were placed customized elastomer molds (0.5 mm-thickness) with three orifices of 1.2mm which were filled with composite resin (Filtek™ Z-250) photo-activated during 20s. Each group was subdivided into 4 subgroups for application of the different ionizing radiations: Ultraviolet radiation (UV), diagnostic X-radiation (DX), therapeutic X-radiation (TX) and without irradiation (Control group - CG). The microshear tests were carried out (Instron Inc., model 4411), and afterwards the modes of failure were evaluated by optical and scanning electron microscope and classified using 5 scores: adhesive failure, mixed failures with 3 significance levels and cohesive failure. The results were submitted to ANOVA by Tukey test, Dunnett test and Kruskal-Wallis test ( $p=0.05$ ). No change on bond strength of CB and AP was observed after application of the different radiations, only SB showed increase on bond strength after UV ( $p=0.0267$ ) irradiation. The UV also changed the failure patterns on SB ( $p=0.0000$ ). The radio-induced changes did not cause degradation in restoration which means that they can be exposed to these ionizing radiations without weakening the bond strength.

**Keywords:** Adhesion; Dentin; Dentin adhesives; Irradiation; Degradation.

### **Introduction**

The light-cured composite resins are widely used in restorative dentistry. One of the established factors of clinical success for dental restorations is the reliable bond strength between the restorative material and dental tissues [1,5,9,16-18] that it is obtained by dental adhesives.

The improvement of the adhesive systems caused an increase of its clinical applications in adhesive dentistry that include pit and fissure sealants, orthodontic brackets, adhesive bridges, laminate veneers, and direct resin restorations [1]. However, in spite of the improvements, undesirable consequences such as recurrent caries or marginal discoloration are often found in resin restorations following long-term clinical use, due to exposition to several external agents [7].

The restorations in oral cavity are challenged by different external agents and the ionizing radiations deriving from radiography diagnosis, radiotherapy or environmental sunlight can be one of these challenging agents. These restorations could suffer influences as a consequence of the

radiation interaction with atoms and their molecules through electrostatic and electromagnetic forces. The interaction occurs with any atoms and molecules that are in the way of the radiation source [4,19]; i.e., tissue, vital organs or biomaterials. Only few studies reported about the direct effects of the exposure of ionizing radiation on dental materials [2-3,5-8,11,12,21] and teeth tissues [5,9,10,13,14,18], however the results of these exposures are still unclear.

There are studies using high-energy ionizing radiations, as gamma [6,11,12,21] or electron [2,3,11] radiation. These radiations were applied on dental materials or on teeth-restoration. In the case where these radiations were directly applied on dental materials, it was observed that microhardness, fracture toughness and others mechanical properties changed proportionally to the increase of the applied radiation dose. And when the radiations were applied for radiotherapy simulation [5,9,10,13,14] on teeth or restored teeth, some changes on bond strength were observed.

There are other studies using low-energy ionizing radiations, as ultraviolet radiation (UV) [8], and in these cases color changes were observed among other alterations. There is none publication about effects of the x-radiation exposure for diagnosis on dental materials or on dental tissues.

The ionizing radiations, both high and low-energy, also have been used to induce accelerated aging by exposure to light to assess the resistance of materials at the degradation process [7,20].

Considering that intraoral adhesive restorations can be exposed to different types of ionizing radiation as they have great energy and capacity of penetration, any negative change in the adhesive capacity of the restoration caused by irradiation will be a contraindicated to these adhesive systems. Thus, the aim of the present paper was to determine the effect of different ionizing radiations on bond strength of three different dentin adhesive systems.

### **Materials and Methods**

After approbation of this project by the Ethical Committee for Human Research, protocol number 032/2007, 60 non-carious human adult third-molars teeth were selected. The teeth were cleaned by removing debris and stored in distilled water, at 4°C, for no more than 6 months post-extraction. The crown of the teeth was sectioned from the root and then divided mesio-distally using a diamond saw at low speed, KG Sorensen #7020 flexible diamond disc (KG Sorensen, Barueri, SP, Brazil) in the IsoMet® Low Speed Saw machine (Buehler Ltd., Lake Bluff, IL, USA) with water cooling.

Each half crown of the tooth was embedded in PVC cylinder rings with epoxy resin maintaining the dentin surface to the outside in level with the ring base. The dentin surfaces were wet-ground with 180-, 220-, 400- and 600-grit SiC abrasive papers, in order to create a smooth, flat

surface in the medium dentin. After this, 120 specimens were divided randomly to 3 groups (n=40). Each group used one of the adhesive systems described in Table 1.

The adhesive systems were applied on dentin, according to Table 2. Absorbent paper was used to remove the excess dentin moisture, and the photo-activation of all adhesives systems was carried out using a LED light-curing unit (Lec 1000 MMOptics, São Carlos, SP, Brazil) with 1000 mW/cm<sup>2</sup>.

In order to obtain specimens for the microshear bond strength test, customized 0.5 mm-thick elastomer molds, each with three cylinder-shaped orifices (1.2 mm in diameter), were placed in the teeth surfaces, allowing delimitation of the bonding area [16,17]. Afterwards the cylinder-shaped orifices were filled with composite resin (Filtek™ Z-250 Universal Restorative, 3M/ ESPE Dental Products, St. Paul, MN, USA), and a mylar strip was placed over the filled orifices. Prior to the composite resins photo-activation procedures, a constant and uniform 250 g cementation load was applied for 2 min, using a custom-made device. The composite resins were photo-activated for 20s with the same LED light-curing unit cited previously. The specimens were stored at 37°C (±1 °C) and 95% (±5%) relative humidity during all the experiment.

Each group was subdivided randomly into 4 subgroups (n=10) according to the following experimental treatment:

- a) Ultraviolet radiation (UV), into light box with relative humidity at 50% (±5%) using the mercury light HN ZN 15W (Huaning Corp, Nanjing, China), 253.7nm, 15W, during 48 hours, resulting in 1157.76J/cm<sup>2</sup>;
- b) Diagnostic X-radiation (DX), from a Poli-Tecnica 300/125 X-ray unit (Engeclin Ltda, São Paulo, SP, Brazil), using 30s exposure times, 80kV tube voltage, 200mA tube current, 100cm focus-object distance and 10cm<sup>2</sup> radiation field;
- c) Therapeutic X-radiation (TX), from Clinac® 600 Linear Accelerator (Varian Medical Systems, Palo Alto, CA, USA), with a 6MV X-rays beam, 70Gy exposition dose, 100cm focus-object distance, 10cm<sup>2</sup> radiation field.
- d) Control group, no-treatment.

Thus, with the end of the experimental treatment application (48 hours after the specimen photo-activation procedures), the customized molds were removed from the specimens. All resin cylinders were checked by stereomicroscope (Carl Zeiss do Brasil Ltda. São Paulo, BR) under magnification (40x); those presenting flaws, irregularities or bonding defects were eliminated.

For the microshear test, a thin steel wire (0.2 mm in diameter) was looped around each cylinder and aligned with the bonding interface. The test was conducted in an universal testing machine (Instron Inc., Canton, MA, USA, model 4411), at a crosshead speed of 0.5 mm/min until failure. Bond strength values were calculated in MPa. For each subgroup, 10 specimens were tested, and the average value of the three resin cylinders was recorded as the bond strength for

each sample. Bond strength data were submitted to ANOVA by the Tukey test ( $p=0.05$ ) for comparison among the radiations and among the adhesives; each group was independently compared with control groups by the Dunnett test ( $p=0.05$ ).

The fractured specimens were examined under an optical microscope (HMV-2, Shimadzu Corporation, Nakagyo-ku, Kyoto, Japan) at a 200X magnification by the same appraiser. Modes of failure were classified as follow:

- 1- Adhesive failure, between dentin and adhesive;
- 2- Mixed failure, between dentin and adhesive with 75% dentin exposed;
- 3- Mixed failure, between dentin and adhesive with 50% dentin exposed;
- 4- Mixed failure, between dentin and adhesive with 25% dentin exposed;
- 5- Cohesive failure, within adhesive or composite resin.

Additionally, representative fractured specimens were coated with gold and reexamined by scanning electron microscopy (SEM – JSM5600LV; Jeol Inc., Peabody, MA, USA) for validation of optic microscopic assessment. Failure pattern scores were submitted to the Kruskal-Wallis test ( $p=0.05$ ).

## **Results**

The results of the microshear bond strength test were shown in Figure 1. There were not differences in microshear bond strength due to exposure at different radiations. No interaction processes occurred between radiation and adhesive systems. Statistically significant differences were only found in the UV irradiated group of the SB adhesive when compared with the control group by Dunnett test ( $p=0.0267$ ).

In Figure 2 were shown distribution of the failure patterns according to scores that were illustrated in Figure 3. In Table 3, the SB adhesive showed a statistically significant change ( $p=0.0000$ ) on failure patterns among exposure at different radiation.

## **Discussion**

In the present short-term laboratory study, the tooth-restoration set was submitted to different ionizing radiations to evaluate the influence of these radiations on adhesive bond strength. Different adhesive systems were also used to evaluate the possibility of alteration on bond strength after irradiations due to the differences in the way of application of the adhesive systems. The SB adhesive is a two-step system, in which the first step is used to prepare the tooth surface with etching gel followed by rinsing, and the second step to apply the primer/bonding agent. The CB adhesive is also a two-step system, however, the first step consists of a self-etching primer system without rinse to prepare the tooth surface, and the second step to apply the bonding agent. The AP adhesive is a one-step system where etching, primer and bonding agents are applied together.

The results showed that the different radiations did not cause changes on the bond strength of the CB adhesive and AP adhesive; only the SB adhesive showed an increase of bond strength after exposure to UV when compared with control group. The results of the present study agreed with the study of Bulucu et al [5] that also did not observe changes on bond strength after exposure at TX. However, they observed that the irradiation with TX changed the bond strength behaviors of the different adhesives. In the present study the same was observed: the bond strength behavior of the CB adhesive was similar to the SB adhesive before exposure to radiations. However, after exposure to DX and TX, the CB adhesive was similar to the AP adhesive. The bond strength behavior of the AP adhesive was different from the SB and CB adhesives, but after exposure to UV, it was similar to them.

In the study of Ye et al [22], were observed changes in degree of conversion (DC) of adhesives when photo-activated using different curing units. The adhesives had different way of application. These differences occur because the adhesives are as dissimilar in the amount of solvent as in the type of photoinitiator used, which induced dissimilar conversion behavior. But this behavior depends on the intensity and breadth of the radiation spectrum. In the present study three different adhesive systems were selected and photo-activated with a LED unit, which has more strait breadth of radiation spectrum when compared with halogen bulbs. The fact of using a LED unit could induce an insufficient conversion, which could cause bigger changes when later exposure to radiations, mainly UV radiation, due to its more wide breadth. For other radiations, a possible change could only occur after interaction with dental tissue, because absorbed and scatted radiation produces a secondary radiation, with smaller wavelengths, and is then able to interact with the molecules of the adhesives.

The present study focused on the ionizing radiation on dental restoration by means of adhesive bond strength behavior, varying the adhesives and energy of the radiation. On the other hand, others studies [5,9] focused only on therapeutic dose ionizing radiation in dental tissue. The study of Bulucu et al [5] focalized the effects of dentin exposure at TX with 60Gy dose, in spite of their study having two distinct groups: one with radiation applied on teeth restoration and the other with radiation applied on restored teeth. Gernhardt et al [9,10] evaluated the effects of restorations on irradiated dentin; however in their study the restorations were not irradiated. In the study of Gernhardt et al [9] no differences were found in adhesion bond strength after radiotherapy, while in the study of Bulucu et al [5] differences were found. Thus the present study agreed with Gernhardt et al [9] because here no differences caused by TX irradiation were found either.

The therapeutic radiation dose used in the previously cited studies [5,9] and the present study were similar, and compatible with radiotherapy of the head and neck region [15]. The doses of exposure at UV and DX used in present study were based on others studies [7,8,19] but they did not have any clinical application. The TX and DX due to great penetration can reach the dental

tissue when applied upon restoration; however the same did not occur with UV. The UV radiation can break chemical bonds, to reactivate or to ionize molecules, however, their photons have little energy and little penetration [7,8]. Depending of the restoration thickness the UV can not reach the dental tissue when applied upon restoration. Thus, the UV radiation can act more concentrated in the restorative material. There are no studies about effects of DX or UV on dental tissues, only studies with therapeutic dose radiation [13,14,18]. Concerning the radiation effects on dental tissues there are two opposite views, one indicating that the radiotherapy is able to change the dental structures [5,18] and the other that it is not possible [9,13-15]. However, in this study, change on bond strength was only observed after exposure to UV on SB adhesive by the Dunnett test.

When only dental materials, such as photoactivated composite resin, were irradiated with therapeutic dose radiation, as in the study of von Franhoufer et al [21], changes were observed in some mechanical properties of some materials. However, Curtis et al [6] did not observe any change after using the same restoratives materials and the same exposures at radiation, but evaluating other mechanical properties that von Franhoufer et al [21]. Thus, the radiation in therapeutic dose according to the cited authors [6,21], is able to provide some changes on dental materials, however, the response of each mechanical property is independent. Others previous studies [11-12] corroborate with the cited authors affirming that the same exposure to radiation may induce different responses of different materials. That is due to composition of each material which possesses either a larger or a smaller amount of radiosensitive chemical groups [11-12]. The present study also corroborated with these previously cited studies because each one of the three studied materials showed a different response concerning exposure at the same radiation. However, this can have occurred due to different applications modes of each adhesive system.

The different radiations changed the failure patterns on SB adhesive; as that the UV induced greater changes when compared with the control group. Under the influence of the same radiation, the failure patterns also changed when compared with the different adhesive systems. For SB adhesive, the application of the X-radiations resulted in a slight increase in mixed failures and the UV resulted in changes from adhesive failure to cohesive failure. The occurrence of cohesive failure could be an indication that the bond strength of the dentine at the adhesive is equals or exceeds the resistance of the used composite resin [1]. The reduction in incidence of adhesive failure due to exposure to radiation and the increased bond strength can indicate an adhesion improvement in the dentin-adhesive interface [1]. As in the present study the results of failure patterns are linked with the increased bond strength of the SB adhesive, we may affirm that the radiations improved this adhesive. When the increase of cohesive failure was added to the decreased bond strength, it suggests a degradation of the material, which did not occur in the present study. The results of present study are in agreement with results of others previous studies

[6,11,21] which indicated that the therapeutic ionizing radiation dose does not cause detrimental effects on photoactivated composite dental materials, but it is able to improve the materials studied.

The use of the ionizing radiations to improve dental materials is known [2,3,12], however, the applied radiation doses in these cases are much bigger in non-clinical situation. Regarding UV in the present study there is a disagreement with others previous studies [7,8] which indicated that this radiation is the agent of detrimental effects on dental materials. However, in these previous studies [7,8] the action of UV exposure on adhesive bond strength or failure pattern was not evaluated. The UV was used to cause aging by changes in color, in microhardness, in the degree of conversion, among others. Regarding DX, there are no studies in literature about its interaction with dental materials. Therefore, other researches should be elaborated explaining the interaction of ionizing radiations with dental materials by use of other mechanical tests to extend the lifetime of the restoration.

### **Conclusions**

The ionizing radiations used in this study induced changes in bond strength and failure patterns of the studied adhesives. However, the changes depended on the radiation energy and type of adhesive materials evaluated. Considering the experimental model, it is possible to affirm that these used radiations can not be considered as external agents able to cause degradation on adhesive materials by weakening its bond strength.

### **Acknowledgments**

This study is part of a PhD degree thesis, in Dental Radiology of the Oral Diagnosis Department (FOP-UNICAMP). The authors thank "Servidores de Cana de Piracicaba" Hospital for authorizing the use of the linear accelerator, and for placing their radiotherapy technicians at the authors' disposition for this study. They also thank Marcos Blanco Cangiani of the Dental Materials Department (FOP –UNICAMP) for his technical support during experimental procedures; and the FUNCAMP for providing financial support for this study.

### **References**

1. Adebayo OA, Burrow MF, Tyas MJ. Effects of conditioners on microshear bond strength to enamel after carbamide peroxide bleaching and/or casein phosphopeptide-amorphous calcium phosphate (CPP-ACP) treatment. *J Dent.* 2007;35:862-870.
2. Behr M, Rosentritt M, Faltermeier A, Handel G. Electron beam exposure of dental composites. *Dent Mater.* 2005;21:804-810.
3. Behr M, Rosentritt M, Hagenbuch K, Faltermeier A, Handel G. Experimental composites made of electron beam irradiated reinforced fillers. 1: *J Mater Sci Mater Med.* 2008;19:1891-1896.



4. Brahme A, Nilsson J, Belkic D. Biologically optimized radiation therapy. *Acta Oncol* 2001;40:725-734.
5. Bulucu B, Yesilyurt C, Cakir S, Meydan AD. Influence of radiation on bond strength. *J Adhes Dent*. 2006;8:217-221.
6. Curtis PM Jr, Farman AG, von Fraunhofer JA. Effects of gamma radiation on the in vitro wear of composite restorative materials. *J Dent*. 1991;19:241-244.
7. Faltermeier A, Rosentritt M, Reicheneder C, Behr M. Discoloration of orthodontic adhesives caused by food dyes and ultraviolet light. *Eur J Orthod*. 2008;30:89-93.
8. Ferracane JL, Moser JB, Greener EH. Ultraviolet light-induced yellowing of dental restorative resins. *J Prosthet Dent*. 1985;54:483-487.
9. Gernhardt CR, Kielbassa AM, Hahn P, Schaller HG. Tensile bond strengths of four different dentin adhesives on irradiated and nonirradiated human dentin in vitro. *J Oral Rehabil* 2001;28:814–820.
10. Gernhardt CR, Koravu T, Gerlach R, Schaller HG. The influence of dentin adhesives on the demineralization of irradiated and non-irradiated human root dentin. *Oper Dent*. 2004;29:454-461.
11. Haque S, Takinami S, Watari F, Khan MH, Nakamura M. Radiation effects of carbon ions and gamma ray on UDMA based dental resin. *Dent Mater J*. 2001;20:325-338.
12. Hsiue GH, Chang HL. The effects of radiation-modified silica and monomeric diluents on the properties of dental composite resins. *Angew Makromol Chem*. 1993;209:63-77.
13. Kielbassa AM, Hinkelbein W, Hellwig E, Meyer-Lückel H. Radiation-related damage to dentition. *Lancet Oncol*. 2006;7:326-335.
14. Kielbassa AM, Schendera A, Schulte-Mönting J. Microradiographic and microscopic studies on in situ induced initial caries in irradiated and nonirradiated dental enamel. *Caries Res*. 2000;34:41-47.
15. Kielbassa AM. In situ induced demineralization in irradiated and non-irradiated human dentin. *Eur J Oral Sci*. 2000;108:214-221.
16. Moraes RR, Correr-Sobrinho L, Sinhoreti MA, Puppim-Rontani RM, Ogliari FA, Piva E. Light-activation of resin cement through ceramic: Relationship between irradiance intensity and bond strength to dentin. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater*. 2008;85:160-165.
17. Moraes RR, Gonçalves LS, Ogliari FA, Piva E, Sinhoreti MA, Correr-Sobrinho L. Development of dental resin luting agents based on Bis-EMA4: bond strength evaluation. *eXPRESS Polymer Letters*. 2008;2:88–92.
18. Pioch T, Golfels D, Staehle HJ. An experimental study of the stability of irradiated teeth in the region of the dentinoenamel junction. *Endod Dent Traumatol* 1992;8:241-244.

19. Regulla DF, Eder H. Patient exposure in medical X-ray imaging in Europe. *Radiat Prot Dosimetry*. 2005;114:11-25.
20. Schulzea KA, Marshalla SJ, Ganskyb SA, Marshalla GW. Color stability and hardness in dental composites after accelerated aging. *Dent Mater*. 2003;19:612-619.
21. von Fraunhofer JA, Curtis P Jr, Sharma S, Farman AG. The effects of gamma radiation on the properties of composite restorative resins. *J Dent*. 1989;17:177-183.
22. Ye Q, Wang Y, Williams K, Spencer P. Characterization of photopolymerization of dentin adhesives as a function of light source and irradiance. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater*. 2007;80:440-446.

Table 1 – Adhesive systems used in the present study and its groups.

Groups	Commercial name	Manufacturer	Composition*
SB	Adper™ Single Bond Plus Adhesive	3M/ESPE, Dental Products, St. Paul, MN, USA	BisGMA, HEMA, dimethacrylates, ethanol, water, copolymer of polyacrylic, polyitaconic acids and silica nanofiller
CB	Clearfil™ SE Bond	Kuraray Co., Ltd., Kurashiki, Japan	Primer : MDP, HEMA, dimethacrylate monomer, water, catalyst Bond : MDP, HEMA, dimethacrylate monomer, microfiller, catalyst
AP	Adper™ Prompt™ Self-Etch Adhesive	3M/ESPE Dental Products, St. Paul, MN, USA	Liquid 1 (red blister): Methacrylated phosphoric, esters, Bis-GMA, Initiators based on camphorquinone, Stabilizers Liquid 2 (yellow blister): Water, HEMA, Polyalkenoic acid, Stabilizers

\* Information available in the technical product profile provided by the manufacturer.

Table 2 – Protocol of application of the adhesive systems used in the present study.

Groups	Procedure*
SB	Application of 35% phosphoric acid (Scotchbond™ Etchant, 3M/ESPE, Dental Products, St. Paul, MN, USA) on dentin for 15s. Abundant rinse with distilled water for 10s, and then dried the water excess with absorbent paper. Application of 3 coats of adhesive using a microbrush applicator (Microbrush® International, Grafton, USA) with gentle rubbing for 15s, and then dried with a soft airflow for 5s. Photo-activation for 10s.
CB	Application of primer using a microbrush applicator for 20s and then dried thoroughly with a soft airflow. Application of 1 coat of bond using a microbrush applicator with a gentle rubbing and dried soft airflow for 3s. Photo-activation for 10s.
AP	Rapid mix of 1 drop of liquid 1 with 1 drop of liquid 2 for 5s. Application of the mixture with hard rubbing over dentin using microbrush applicator for 15s and then dried thoroughly with a soft airflow. Photo-activation for 10s.

\* Before starting the described procedures, the polished surface was cleaned with distilled water and dried with absorbent paper.

Table 3 – Median values of the failure patterns (minimum - maximum).

Experimental treatment	Material		
	SB adhesive	CB adhesive	AP adhesive
Control non-experimental	2.00 (1.0 - 3.0) Aa	2.50 (2.0 – 5.0) ABa	5.00 (4.0 – 5.0) Ba
Diagnostic X-radiation	2.75 (2.0 – 4.0) Aab	2.00 (1.0 – 3.5) Aa	5.00 (4.0 – 5.0) Ba
Therapeutic X-radiation	3.50 (3.0 – 5.0) ABbc	2.50 (2.0 – 4.0) Aa	5.00 (4.0 – 5.0) Ba
Ultraviolet radiation	4.00 (3.0 – 5.0) Bc	3.00 (2.0 – 3.0) Aa	5.00 (4.0 – 5.0) Ba

Values with the same letters (capital letter in the line and lower case letters in the column in each group) are not significantly different by Kruskal-Wallis test, ( $p > 0.05$ ).

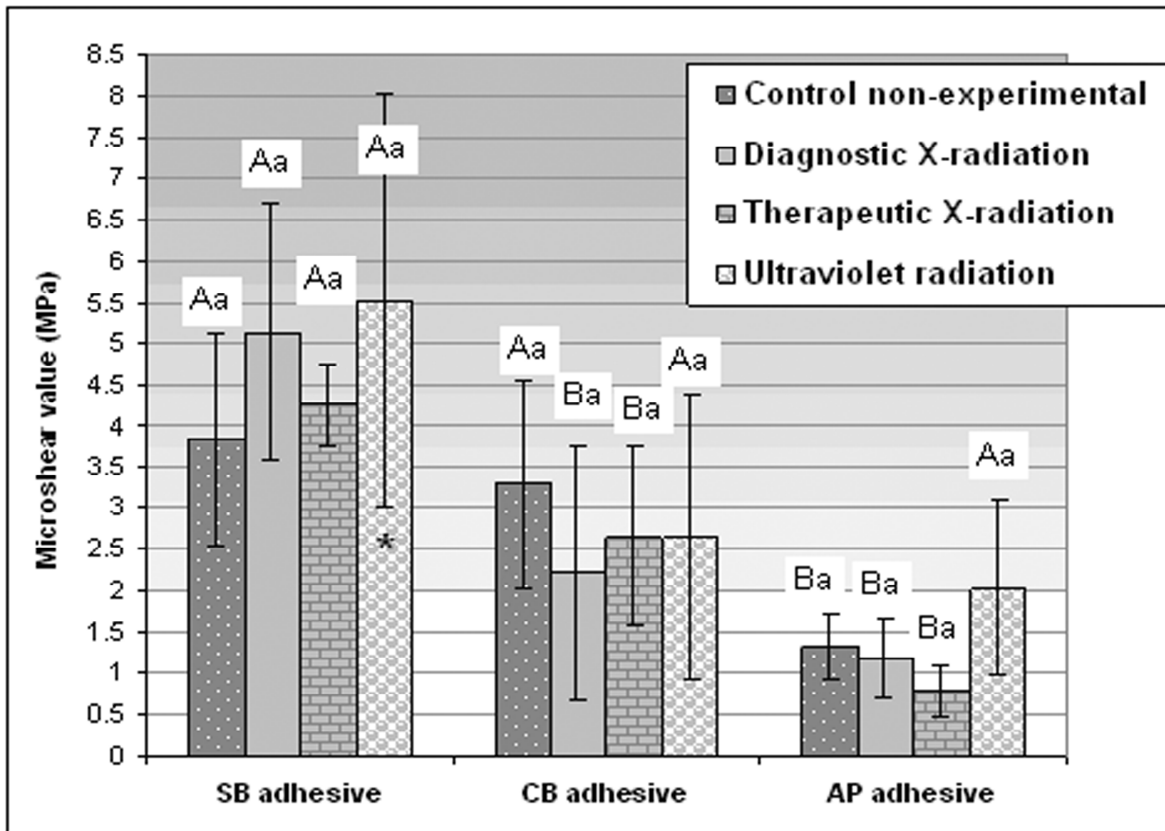


Figure 1 – Results of the microshear bond strength test. \* The value differed from control by Dunnett test ( $p < 0.05$ ). Groups with same letter (capital letter in the columns with same treatment comparing adhesive systems and lower case letters in the joined columns comparing different treatments) are not significantly different by ANOVA and Tukey test, ( $p > 0.05$ ).

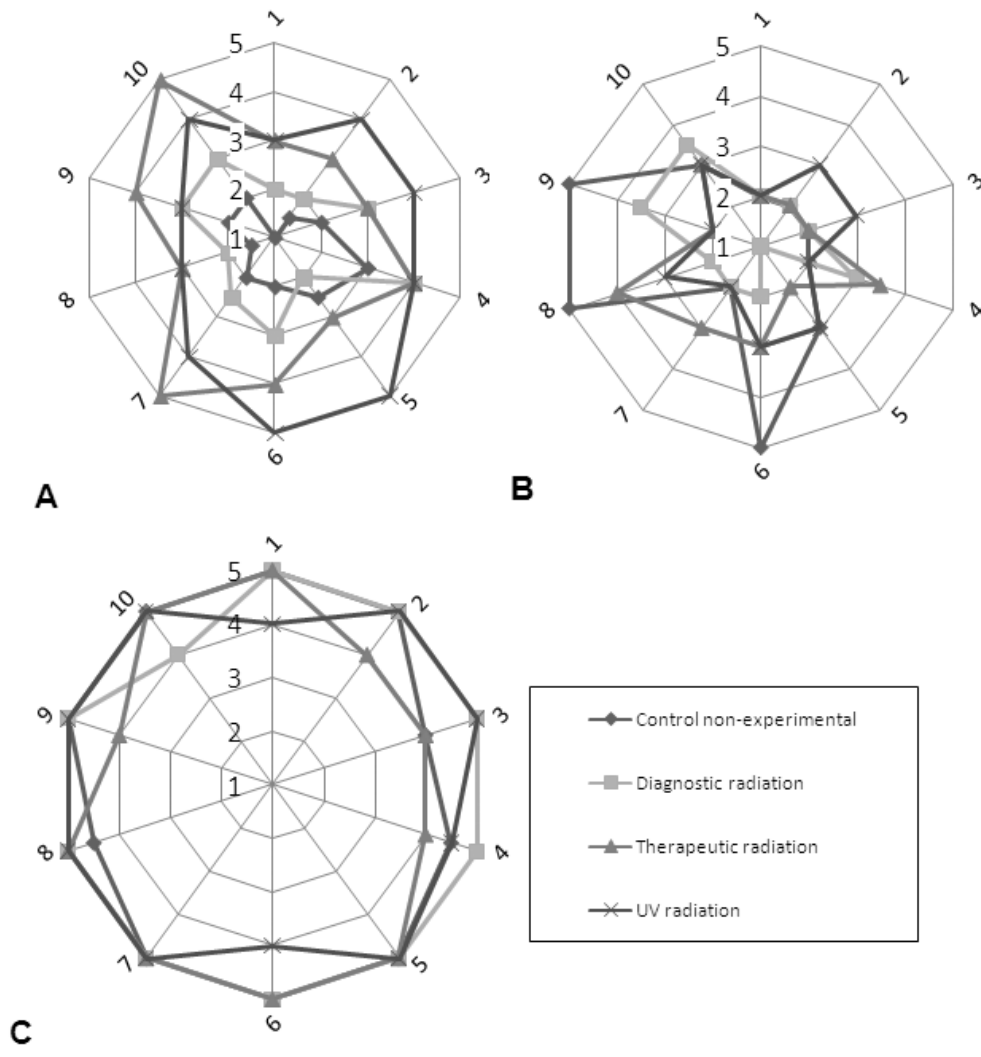


Figure 2 - Failure patterns distribution (median values). A= Results of the SB adhesive; B= Results of the CB adhesive; C= Results of the AP adhesive.

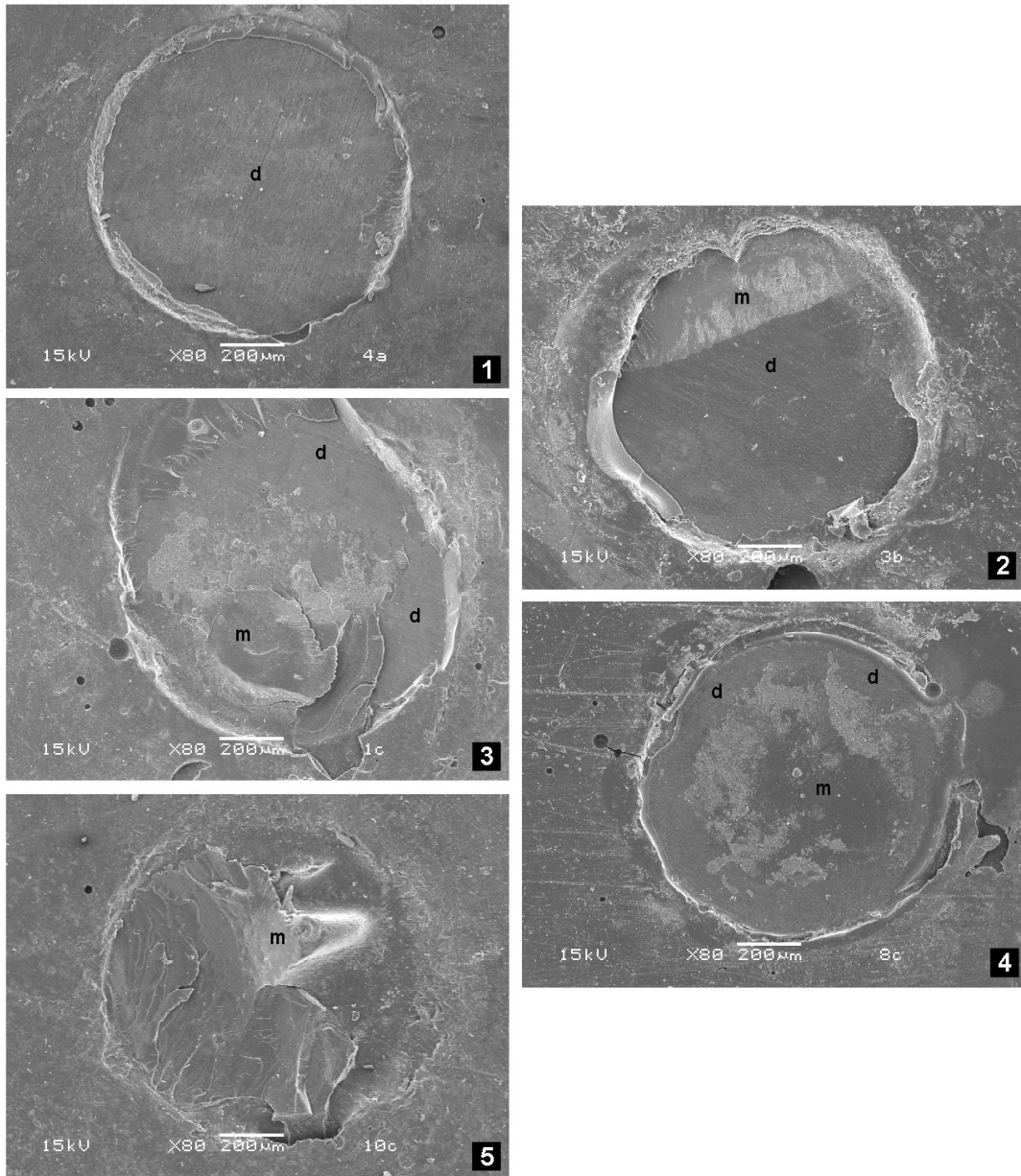


Figure 3 - Representative samples of each failure pattern in accordance with used scores (original magnification:  $\times 80$ ), "m" representing the remaining material and "d" the area where denture was exposed.