

LARISSA SGARBOSA NAPOLEÃO DE ARAÚJO

**EFEITO DE DIFERENTES TEMPOS E TEMPERATURAS
DE VOLATILIZAÇÃO DE SOLVENTES SOBRE O GRAU
DE CONVERSÃO E AS PROPRIEDADES MECÂNICAS DE
SISTEMAS ADESIVOS DENTINÁRIOS**

Dissertação apresentada à
Faculdade de Odontologia de
Piracicaba/ Universidade Estadual
de Campinas, para obtenção do
título de Mestre em Clínica
Odontológica com área de
concentração em Dentística.

Orientadora: Profa. Dra. Giselle Maria Marchi Baron

PIRACICABA

2011

**FICHA CATALOGRÁFICA ELABORADA PELA
BIBLIOTECA DA FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE PIRACICABA**
Bibliotecária: Elis Regina Alves dos Santos – CRB-8^a / 8099

Ar15e Araújo, Larissa Sgarbosa Napoleão de.
Efeito de diferentes tempos e temperaturas de volatilização de solventes sobre o grau de conversão e as propriedades mecânicas de sistemas adesivos dentinários / Larissa Sgarbosa Napoleão de Araújo. -- Piracicaba, SP: [s.n.], 2011.

Orientador: Giselle Maria Marchi Baron.
Dissertação (Mestrado) – Universidade Estadual de Campinas, Faculdade de Odontologia de Piracicaba.

1. Aquecimento. 2. Evaporação. I. Baron, Giselle Maria Marchi.
II. Universidade Estadual de Campinas. Faculdade de Odontologia de Piracicaba. III. Título.

(eras/fop)

Título em Inglês: Effect of different volatilization times and temperatures of solvents on degree of conversion and mechanical properties of dentin bonding systems

Palavras-chave em Inglês (Keywords): 1. Heating. 2. Evaporation

Área de Concentração: Dentística

Titulação: Mestre em Clínica Odontológica

Banca Examinadora: Giselle Maria Marchi Baron, Mário Alexandre Coelho Sinhoretí, Paulo Henrique dos Santos

Data da Defesa: 31-03-2011

Programa de Pós-Graduação em Clínica Odontológica



UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS
Faculdade de Odontologia de Piracicaba



A Comissão Julgadora dos trabalhos de Defesa de Dissertação de Mestrado, em sessão pública realizada em 31 de Março de 2011, considerou a candidata LARISSA SGARBOSA NAPOLEÃO DE ARAÚJO aprovada.

Profa. Dra. GISELLE MARIA MARCHI BARON

Prof. Dr. PAULO HENRIQUE DOS SANTOS

Prof. Dr. MARIO ALEXANDRE COELHO SINHORETI

DEDICO ESTE TRABALHO

A DEUS

Quando me sinto sem forças pra caminhar sozinha Ele me carrega nos braços. Entrego-me em Suas mãos e sinto o verdadeiro sentido das palavras felicidade, tranquilidade e segurança. Esta Dissertação eu dedico em primeiro lugar a Ele, o meu melhor Amigo, pois sem Ele eu não estaria aqui vivendo a realização de um sonho.

“Tudo quanto fizerdes, por palavra ou por obra, fazei-o em nome do Senhor Jesus, dando por ele graças a Deus Pai.”

(Col 3: 16 e 17)

Ao meu amor

Quero agradecer por ser tão especial na minha vida e por me trazer a certeza de que tenho em você um porto seguro, um abrigo tranquilo em meio às tempestades da vida. Agradeço por toda compreensão esquecendo a distância e me incentivando na busca de meu sonho. A certeza da sua compreensão e do seu companheirismo é uma benção que Deus me deu. Agradeço por compartilhar seus sonhos comigo e fazer dos meus sonhos, seus sonhos. Agradeço por colocar tanta sabedoria, amor e cuidado no nosso namoro. Você é muito mais que uma pessoa importante na minha vida, é parte dela. Pois você na minha vida faz uma grande e maravilhosa diferença. Amo você!

Ao meu pai

Agradeço a você meu Pai, que mesmo distante, em outro estado, manteve-se sempre ao meu lado lutando comigo. Obrigada por me ensinar a importância dos estudos para alcançar as vitórias. Dedico essa conquista também a você que sempre sonhou comigo desde que decidi me dedicar a profissão de cirurgiã dentista (a sua profissão), e depois quando passei no Mestrado. O momento é de conquista. Alcancei mais uma meta. Mais um sonho realizado. Estou muito feliz e divido essa alegria com o sr que sempre me impulsiona a alcançar novos horizontes. Você é muito importante pra mim. Te amo meu Pai!

A minha mãe

A você que compartilhou os meus ideais, incentivando-me a prosseguir na jornada, fossem quais fossem os obstáculos; Do amor incondicional que me acompanha a cada momento da minha vida, ajudando a trilhar o meu caminho. Do amor que transformou meus sonhos em sua vontade, minhas tristezas em suas lágrimas, minhas alegrias em suas vitórias. Sem você não poderia chegar aonde cheguei. Com você aprendi a não desistir de meus sonhos, a me esforçar, a vencer meus limites. Esta é uma longa jornada. Sem a sua ajuda e fortaleza, esta seria uma tarefa interminável. Você me mostrou a possibilidade impossível, alimentando meus sonhos. Você é minha jóia mais preciosa. Eu te amo minha Mãe guerreira!

Ao Maurício

Ao meu “Paidrasto”, o meu mais sincero agradecimento por compartilhar este meu percurso com bastante estímulo e amizade. Muito obrigada por seus conselhos, apoio, ajuda, orações e por toda a torcida.

DEDICO ESTE TRABALHO

Aos meus irmãos

Aos meus queridos irmãos Léo e Lina pela paciência, apoio, pela força, pelo carinho que sempre me deram em todos os momentos que precisei. Obrigada pela torcida mesmo de longe e por se alegrarem com minhas vitórias. Amo vocês.

Aos meus avós

A minha avó Rachel por todo carinho, amor, apoio, orações em todo momento, sempre se emocionando nas minhas conquistas, sempre fazendo dos meus sonhos, os seus sonhos, me ensinando sempre a importância do amor, do respeito. Ao meu avô Jacintho que vibra com as minhas vitórias derramando lágrimas de alegria fazendo eu me sentir a mais querida das netas; obrigada por ter me ensinado a ser uma pessoa honrada não importando os sacrifícios a serem feitos. A minha avó Zélia que, mesmo de longe, está sempre torcendo e me apoiando em meus sonhos. Ao meu avô Adalberto (*in memoriam*) por ter me ensinado a importância da união da família e a nunca deixar de lado os meus sonhos, me ensinou que após uma queda temos o dever de nos levantarmos e seguir em frente.

A minha família

A toda a minha família que amo tanto, em especial aos meus tios Fábio, Sílvia, Marcelo, Maura e Roseli por todas as orações, carinho, conselhos, pelo apoio que sempre me deram, me incentivando a buscar meus sonhos não importando as dificuldades que estivessem a minha frente. Por todo amor e pela torcida incondicional. Não tenho palavras para agradecer toda a ajuda que sempre me deram. Tenho muito respeito e admiração por vocês.

AGRADECIMENTOS ESPECIAIS

A minha orientadora Giselle Maria Marchi Baron

“Muito obrigada pela sua dedicação, disponibilidade, paciência e apoio. Obrigada pela confiança em mim depositada e pelo incentivo ao meu crescimento profissional. A você, que muito mais do que uma orientadora se tornou uma amiga e mãe nos momentos que mais precisei. Agradeço a Deus por ter recebido a benção de ter uma orientadora tão especial! Pra mim você é um exemplo! A você, todo o meu carinho, admiração e gratidão!”

Ao Prof. Dr. Paulo Henrique dos Santos

“Agradeço por ter me acompanhado desde 2005, acreditando na minha capacidade e me abrindo as portas para os caminhos da pesquisa com a iniciação científica. Pela disponibilidade, ensinamentos, atenção e pelo exemplo de docência, responsabilidade e competência. Por sempre me apoiar mesmo a distância. Expresso os meus maiores agradecimentos e o meu mais profundo respeito, que sempre serão poucos diante do muito que me foi oferecido.”

AGRADECIMENTOS ESPECIAIS

Prof. Dr. Flávio Henrique Baggio Aguiar

“Pela insubstituível contribuição para meu aprendizado durante todo o curso de mestrado, por todo conhecimento transmitido e por estar sempre disposto a ajudar. Os meus mais sinceros agradecimentos por todo respeito e disponibilidade, estando presente nos momentos em que mais precisei para a realização deste trabalho, contribuindo de maneira expressiva para a finalização do mesmo.”

Ao Prof. Dr. Renato Herman Sundfeld

“Agradeço seu apoio e disponibilidade durante todo o último ano da minha graduação quando foi meu orientador de iniciação científica. Por me incentivar a prestar a prova do Mestrado mesmo em um momento tão difícil pelo qual passei. Gostaria que soubesse que o vejo como um exemplo de docente, orientador, um exemplo de pessoa. Obrigada por todo conhecimento compartilhado e por contribuir de maneira expressiva para a realização do meu objetivo.”

A amiga Natália

“Naty, você uma pessoa muito especial, uma amiga insubstituível em quem posso confiar. Você sempre poderá contar comigo! PARA SEMPRE. Obrigada pelos momentos de descontração e pelo seu carinho. Por onde passa você ilumina, com sua simplicidade e simpatia.”

AGRADECIMENTOS ESPECIAIS

A amiga Milena

“Mi, só o convívio pode dizer quão grande é uma amizade. Obrigada por estar do meu lado nos momentos que mais precisei. Eu tenho certeza de que esse mestrado não seria o mesmo se não fosse a sua companhia e lealdade. Obrigada por tudo.”

A amiga Giovana

“Gi, obrigada por ser minha “irmã” aqui em Piracicaba, por ter me ajudado em muitos momentos em que precisei e por também pedir a minha ajuda confiando em mim. Você sempre poderá contar comigo.”

Ao amigo Adriano

“Agradeço a você por ter me passado sua experiência na parte experimental e ter me ensinado o caminho mais curto, tornando a jornada mais fácil através de seus conselhos e ajuda.”

A amiga Lívia

“Agradeço a você por toda ajuda, momentos de descontração, por ser essa pessoa tão querida e tão especial.”

AGRADECIMENTOS

A Faculdade de Odontologia de Piracicaba- Unicamp, nas pessoas do Diretor Prof. Dr. Jacks Jorge Júnior e do Diretor Associado Prof. Dr. Alexandre Augusto Zaia, pela oportunidade de realização do Curso de Pós- Graduação nesta tão conceituada Universidade.

A Profa. Dra. Renata Cunha Matheus Rodrigues Garcia, Coordenadora Geral do Curso de Pós- Graduação e ao Prof. Dr. Márcio de Moraes, Coordenador do Curso de Pós-Graduação em Clínica Odontológica, pela seriedade com que conduzem seus trabalhos.

Aos Professores que participaram do meu exame de qualificação Prof. Dr. Luis Roberto Marcondes Martins, Profa. Dra. Regina Maria Puppim Rontani e Prof. Dr. Flávio Henrique Baggio Aguiar, e aos professores que participaram da banca examinadora da minha Dissertação de Mestrado Prof. Dr. Mario Alexandre Coelho Sinhorete e Prof. Dr. Paulo Henrique dos Santos pelas sugestões e comentários enriquecedores que fizeram.

Aos Professores da Área de Dentística da Faculdade de Odontologia de Piracicaba, Prof. Dr. Luís Roberto Marcondes Martins, Profa. Dra Giselle Maria Marchi Baron, Prof. Dr. Flávio Henrique Baggio Aguiar, Prof. Dr. Luís Alexandre M. S. Paulillo, Prof. Dr. José Roberto Lovadino, Prof. Dr. Marcelo Giannini e Profa. Dra. Débora Alves Nunes Leite Lima por terem contribuído para o aprimoramento dos meus conhecimentos, por todos os conselhos e ensinamentos.

À Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de São Paulo (FAPESP), pela Bolsa de Estudo que me foi concedida durante grande parte do curso de mestrado. Foi essencial.

Ao Prof. Dr. Lourenço Correr Sobrinho, por ceder as dependências do Laboratório de Materiais Dentários da FOP para a realização dos Testes Mecânicos de Resistência a Flexão e Módulo de Elasticidade.

Ao Engenheiro Mecânico Marcos Blanco Cangiani, por todo o apoio e disponibilidade no laboratório de Materiais Dentários.

A Profa. Dra. Gláucia Maria Bovi Ambrosano desta Faculdade pela realização da análise estatística deste trabalho e por toda sua dedicação quando mais precisei.

Ao Ernani Rios da empresa Erios cuja fabricação de um equipamento para o estudo e compreensão com relação ao tempo hábil para a realização do experimento foram imprescindíveis.

A Fernanda e a Claudinha por todo apoio e carinho que me deram quando cheguei a Piracicaba, por serem pessoas tão especiais e transparentes, e por me ajudarem em um dos momentos mais importantes, o início do meu trabalho.

Ao Sr. Pedro e a Mônica pelo bom humor, apoio e disponibilidade nos ajudando durante todo esse processo.

A todos os Funcionários desta Faculdade, que de alguma forma possibilitaram a realização do curso de mestrado.

A todos os meus professores da UNESP de Araçatuba que muito contribuíram para a minha formação profissional. De modo especial ao Prof. Dr. Alcício Rosalino Garcia, Prof. Dr. Paulo Renato Junqueira Zuim, Prof. Dr. André Luiz Fraga Briso, Profa. Dra. Sandra Rahal Mestrenner e Prof. Dr Ricardo Coelho Okida e Prof. Dr. Michel Saad Neto, Prof. Dr. Renato Herman Sundfeld e Prof. Dr Paulo Henrique dos Santos que sempre estiveram envolvidos de alguma forma na minha busca pelas realizações de meus sonhos. São verdadeiros exemplos de docência inteligente e responsável a serem seguidos. Os meus mais sinceros agradecimentos pela grande influência que tiveram no meu modo de pensar Odontologia.

A todos os meus amigos, em especial Joyce, Letícia, Audrey, Lela, Amanda, Juliana, Fernanda, Patrícia e Marcela pela força que me deram, pelo carinho, por estarem sempre presentes e por compreenderem a minha ausência em vários momentos. Amo vocês.

Aos meus sogrinhos queridos por todas as orações, apoio, carinho e por sempre me falarem palavras que acalmam meu coração. Amo vocês.

Aos colegas de mestrado Natália, Giovana, Milena, Lívia, Mayra, Bia, Kadu, Diogo, Lucinha, Paulo, Boniek, Eduardo e Robson pela amizade e aprendizados compartilhados durante todo o curso. E aos colegas de doutorado Anderson, Cintia, Bruno, Marina, Gil, Gisele pelo convívio e por toda auxílio.

Aos novos amigos de Piracicaba, Jéssica, Camila, Andréia, Renato e Ronaldo pela amizade e apoio em momentos que mais precisei.

A todos que de alguma forma me ajudaram na realização deste trabalho os meus mais sinceros agradecimentos.

“Não basta ensinar ao homem uma especialidade, porque se tornará assim uma máquina utilizável e não uma personalidade. É necessário que adquira um sentimento, um senso prático daquilo que vale a pena ser empreendido, daquilo que é belo, do que é moralmente correto.”

(Albert Einstein)

RESUMO

O objetivo deste estudo foi avaliar a influência de diferentes tempos (5s, 10s, 20s) e temperaturas ($\pm 23^\circ$, $\pm 40^\circ\text{C}$) para volatilização de sistemas adesivos [Excite (EX) e Single Bond 2 (SB)] sobre o grau de conversão (GC), resistência coesiva (RC), módulo de elasticidade (ME) e resistência à flexão (RF). A fonte de luz LED – Elipar Free Light 2 foi utilizada para fotoativação das amostras por 20 s (1100 mw/ cm^2). Para a análise da RC, RF e ME cada corpo de prova foi confeccionado a partir de uma matriz de silicone por adição em forma de barra ($2 \times 1 \times 7 \text{ mm}$). Sobre a matriz, foram dispensados $10 \mu\text{L}$ de adesivo após receberem leve jato de ar com tempo e temperatura variando de acordo com cada grupo, e fotoativados por 20s. Para análise de RC ($n=10$), os corpos de prova foram fixados à Máquina de Ensaio com célula de carga de 200N, e para RF e ME ($n=5$) com carga de 50N, ambos realizados a $0,5 \text{ mm/ min}$, até a ruptura da amostra. Para mensuração do GC ($n=5$) foram dispensados $3 \mu\text{L}$ de adesivo sobre o cristal e utilizada espectroscopia de transmissão infravermelha de *Fourier* (FTIR) na faixa de 1665 a 1580 cm^{-1} . Os dados foram submetidos a análise de variância 3 fatores e teste de Tukey ($p < 0,05$). Para EX e SB, a temperatura de $\pm 40^\circ\text{C}$ resultou em maior RC em todos os tempos de volatilização. Os maiores valores de RC foram observados no tempo de 20s, seguidos dos tempos de 10s e 5s, respectivamente. Maiores valores de RC foram encontrados para o adesivo EX comparativamente ao SB. Para GC não houve diferença estatisticamente significativa para EX entre as temperaturas e tempos de volatilização estudados. Para SB, maiores valores de GC foram obtidos com a temperatura de $\pm 40^\circ\text{C}$ com exceção do grupo volatilizado por 20s, que não diferiu estatisticamente da temperatura de $\pm 23^\circ\text{C}$. EX apresentou maiores valores de GC que SB, independente de tempo e temperatura de volatilização. Com relação ao ME, para EX não houve diferença estatisticamente significativa entre os tempos e as temperaturas de volatilização. Apenas para SB, a temperatura de $\pm 40^\circ\text{C}$ promoveu aumento no ME e, entre os tempos de volatilização não houve diferença estatisticamente significativa. De acordo com o resultado da análise da RF, para EX não foi observado efeito estatisticamente significativo entre as temperaturas de volatilização estudadas. A volatilização à temperatura de $\pm 40^\circ\text{C}$ de SB resultou em melhor desempenho na RF. Para tempo de volatilização, tanto

para SB quanto para EX, independente da temperatura de volatilização, os tempos de 20 e 10s não diferiram estatisticamente entre si e foram maiores do que 5s. Os resultados deste estudo indicam que há uma superioridade do adesivo à base de etanol sobre os que associam etanol e água. De modo geral, a volatilização por 20s elevou o desempenho dos sistemas adesivos testados. A volatilização com altas temperaturas dos sistemas adesivos avaliados, elevou o GC bem como as propriedades mecânicas dos mesmos. O ar aquecido elevou a resistência coesiva dos adesivos à base de etanol.

Palavras- chave: Aquecimento, Evaporação.

ABSTRACT

The aim of this study was to evaluate the influence of different times (5s, 10s, 20s) and temperatures ($\pm 23^{\circ}$, $\pm 40^{\circ}\text{C}$) for volatilization of various adhesive systems [Excite (EX) and Single Bond 2 (SB)] on the degree of conversion (DC), cohesive strength (CS), modulus of elasticity (ME) and the flexural strength (FS). The light curing unit Elipar Free Light 2- LED was used for curing the samples by 20s. For the analysis of CS, FS and ME each specimen was made from a silicone matrix addition with the stick format (2x1x7mm). On the matrix were dispensed 10 μL of adhesive after receiving gentle air with time and temperature varying according to each group, and were cured for 20s. For analysis of CS (n=10), the specimens were fixed to the Testing Machine with a load cell of 200N, and for FS and ME (n= 5) with a load of 50N, both held at 0.5 mm/min until failure of the sample. For measurement of DC (n = 5), after volatilization, were dispensed 3 μL of adhesive on the crystal and used Fourier Transform Infrared transmission Spectroscopy (FTIR) in the range from 1665 to 1580 cm^{-1} . The data were subjected to three factors ANOVA and Tukey test ($p < 0.05$). For EX and SB, the temperature of $\pm 40^{\circ}\text{C}$ resulted in higher CS at all times of volatilization. The highest values of CS were observed in 20s, followed by times of 10s and 5s, respectively. Higher values of CS were found for the adhesive EX compared to SB. For DC there was no statistically significant difference for EX between the times and temperatures volatilization studied. For SB, higher values of DC were obtained with a temperature of $\pm 40^{\circ}\text{C}$ with the exception of the group volatilized of 20s, that did not differ from temperature of $\pm 23^{\circ}\text{C}$. EX presented higher values of DC followed by SB, regardless of time and temperature of volatilization. Regarding the ME, to EX, there was no statistically significant difference between the times and temperatures of volatilization. Just to SB, the temperature of $\pm 40^{\circ}\text{C}$ promoted an increase in the ME, and between times of volatilization there was no statistically significant difference. According to the outcome of the FS, for EX was not observed statistically significant effect between the temperatures of volatilization studied. The temperature of $\pm 40^{\circ}$ of SB resulted in better performance in FS. On the time of volatilization for both SB and EX, independent of volatilization temperature, the times of 20 and 10s did not differ statistically and were higher than 5s. The results of this study indicate that there is a superiority of ethanol-based adhesive on those where there

is the association of ethanol and water. In general, the volatilization for 20s increased the performance of adhesive systems evaluated. Volatilization at high temperature adhesive systems based on water and ethanol, has raised its DC and the mechanical properties of them. The heated air increased CS of adhesives based on ethanol.

Key words: Evaporation, Heating.

SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO	1
2. REVISÃO DE LITERATURA	4
3. PROPOSIÇÃO	19
4. MATERIAIS E MÉTODOS	20
4.1. Delineamento experimental	20
4.1.1. Unidades experimentais	20
4.1.2. Fatores em estudo	20
4.1.3. Variável de resposta	20
4.1.4. Divisão dos grupos experimentais	20
4.2. Sistemas adesivos	22
4.3. Temperatura de volatilização	23
4.4. Tempo de volatilização	24
4.5. Tempo de fotoativação	25
4.6. Determinação do Grau de Conversão	26
4.7. Análise da Resistência Coesiva	28
4.8. Análise da Resistência à flexão e Módulo de Elasticidade	33
4.9. Análise Estatística	36
5. RESULTADOS	37
6. DISCUSSÃO	41
7. CONCLUSÕES	49
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	50
ANEXOS	54
Anexo 1- MSDS dos sistemas adesivos utilizados	54
1.1 Excite	54
1.2 Adper TM Single Bond 2	55
Anexo 2- Descrição do equipamento para aquecimento de ar.....	57

1. INTRODUÇÃO

Com a evolução dos procedimentos adesivos, muito se tem estudado sobre a capacidade que certos materiais têm em substituir o esmalte e a dentina. Os sistemas adesivos passaram a ser amplamente empregados, sendo capazes de promover a união entre restaurações e substratos dentais. O seu uso tão intenso faz com que a evolução e o aprofundamento no estudo desse material tornem-se cada vez mais necessários e contínuos, levando fabricantes e pesquisadores a trabalharem a fim de promover melhorias estéticas e funcionais.

É de fundamental importância conhecer a composição dos sistemas adesivos bem como suas limitações para buscar avanços nas suas propriedades garantindo o sucesso clínico das restaurações. Os sistemas adesivos contêm monômeros resinosos, iniciadores da polimerização, inibidores ou estabilizadores, solventes e, ocasionalmente, partículas de carga inorgânicas, independente da técnica de aplicação no substrato (Van Landuyt *et al.*, 2007).

Alguns fatores podem afetar a conversão dos monômeros interferindo nas propriedades mecânicas dos sistemas adesivos, como a água residual (Tay *et al.*, 2003) ou solventes orgânicos (Holmes *et al.*, 2007). Várias pesquisas são realizadas para averiguação da degradação de adesivos destacando-se os tipos de solventes dos mesmos, que podem ser à base de água, acetona ou etanol, e ainda a associação entre eles (De Munck *et al.*, 2005).

O solvente nos adesivos é o principal fator que afeta a sua manipulação e performance (Tay *et al.*, 2002; Carvalho *et al.*, 2003). Para que ocorra o processo de hibridização de alta qualidade, é necessária adequada volatilização da água e de solventes orgânicos, antes da polimerização (Gianinni *et al.*, 2008; De Munck *et al.*, 2005; Marchesi *et al.*, 2010). Porém, a isenção de água no substrato dentinário no momento da adesão torna-se um desafio para pesquisadores, já que se trata de um substrato úmido e necessita de hibridização com monômeros mais hidrofílicos.

A função dos solventes orgânicos é a desidratação química da dentina para que os monômeros resinosos possam ocupar os espaços previamente ocupados pela água.

Contudo, pode ocorrer redução na pressão de vapor da mistura água e solvente, reduzindo a capacidade de evaporação de ambos (Van Landuty *et al.*, 2007). Muito se tem questionado sobre a efetividade dos sistemas adesivos, devido ao fracasso de restaurações, sendo as causas mais citadas em literatura, a perda de retenção e desadaptação marginal (De Munck *et al.*, 2005; Van Meerbeek *et al.*, 2003), sendo a degradação da interface de união dentina-resina, a principal causa do declínio no comportamento clínico das restaurações em longo prazo (Tay *et al.*, 2003).

Adicionalmente, ainda são muito comuns as limitações clínicas, a inabilidade na técnica para evaporar o solvente e, com a necessidade de se estabelecer um tratamento odontológico em tempo mínimo, os clínicos frequentemente diminuem o tempo gasto na volatilização dos sistemas adesivos, deixando parte de solvente não volatilizado na camada de adesivo polimerizada (Holmes *et al.*, 2007), o que pode acarretar a perda de retenção e desadaptação marginal (De Munck *et al.*, 2005) nas restaurações, prejudicando suas propriedades adesivas e, ocasionando a longo prazo, a degradação da camada adesiva. Logo, é importante buscar manobras clínicas que visem melhorar a volatilização de solventes presentes nos sistemas adesivos em um tempo considerado mínimo para fortalecer a camada adesiva formada.

A utilização de ar quente para volatilização do sistema adesivo pode elevar consideravelmente a evaporação dos solventes (Klein- Junior *et al.*, 2008) devido à elevação da temperatura do material (Alexandre *et al.*, 2008; Reis *et al.*, 2009). Dessa forma, pode haver uma interferência positiva sobre o grau de conversão, a resistência de união e as propriedades mecânicas dos sistemas adesivos resultando em uma camada adesiva mais resistente, o que tem sido testado em vários estudos (Klein- Júnior *et al.*, 2008; Reis *et al.*, 2009; Alexandre *et al.*, 2008).

Testes laboratoriais informam, com maior rapidez e de forma padronizada, resultados que estabelecem uma expectativa de comportamento dos materiais, buscando simular a condição clínica. O grau de conversão dos monômeros em polímeros é um importante fator que influencia na biocompatibilidade e nas propriedades físico-mecânicas do polímero resultante (Holmes *et al.*, 2007).

A resistência coesiva de um material indica o quanto as suas moléculas ou átomos estão unidos entre si (Marshall *et al.*, 2010) evitando, dessa forma, a presença de espaços entre o polímero formado. Assim, a microporosidade dentro da camada adesiva pode ser indício de falha coesiva, o que influencia negativamente nas propriedades físico/mecânicas de uma restauração (D'Arcangelo *et al.*, 2009). O módulo de elasticidade e a resistência à flexão dos sistemas adesivos descrevem a rigidez relativa do material bem como a sua resistência à deformação plástica (Anusavice, 2005). Assim, as propriedades mecânicas são aspectos relevantes no sucesso da restauração adesiva.

Dessa forma, faz-se necessário examinar o grau de conversão e as propriedades mecânicas: resistência coesiva, resistência à flexão e módulo de elasticidade dos adesivos dentinários fazendo uso de manobras clínicas que buscam remover os solventes (Yiu *et al.*, 2005) com maior precisão e eficiência. Assim, é de extrema importância o desenvolvimento de técnicas restauradoras que favoreçam as suas propriedades físicas e mecânicas de forma a diminuir a incidência de falhas, promovendo, assim, restaurações que além de estéticas, obtenham a melhor adesão em longo prazo.

2. REVISÃO DA LITERATURA

MACIEL et al., em 1996, avaliaram os efeitos da desidratação sobre a rigidez da matriz dentinária descalcificada. Pequenos (8 x 1,7 x 0,9 mm) palitos foram preparados a partir da dentina coronária de molares humanos extraídos. As extremidades foram cobertas com verniz de proteção, e as amostras foram colocadas em 0,5 M de EDTA por 5 dias para descalcificação. A rigidez foi medida tanto pela técnica cantilever quanto pelo teste de tensão-deformação convencional. As amostras testadas pela técnica cantilever foram seqüencialmente expostas a acetona, água, álcool, HEMA e glutaraldeído. As amostras testadas submetidas ao teste de tensão- deformação foram expostas a acetona, água ou HEMA, ou foram submetidas ao ar seco. Os resultados indicaram que a rigidez da matriz dentinária descalcificada foi muito baixa (Cerca de 7 MPa) quando as amostras foram expostas a água. Como eles foram desidratados, seja quimicamente em solventes orgânicos miscíveis em água, seja fisicamente no ar, a rigidez aumentou de 20 a 38 vezes em baixas tensões ou de três a seis vezes em tensões elevadas. Este aumento no módulo foi rapidamente revertido pela reidratação em água. A exposição ao glutaraldeído também produziu um aumento da rigidez que não foi revertido quando os espécimes foram colocados de volta na água.

PEUTZFELDT, em 1997, revisou a história de monômeros usados em resinas compostas, motivando um maior desenvolvimento dos mesmos. Os sistemas de monômeros resinosos mais atuais são baseados em BisGMA, desenvolvido há 40 anos, ou derivados de BisGMA. Nas resinas compostas restantes, monômeros ou oligômeros uretano são usados como base do sistema de monômero. As principais deficiências das resinas compostas atuais são a contração de polimerização e resistência ao desgaste insuficiente sob altas forças mastigatórias. Ambos os fatores são altamente influenciados pelo sistema de monômero, e consideráveis esforços estão sendo feitos em todo o mundo para reduzir ou eliminar estas propriedades indesejáveis. Pesquisas analisando a liberação de flúor nos monômeros bem como o grau de conversão das resinas estão sob investigação, para mitigar

os efeitos negativos das lacunas marginais formadas em consequência da contração de polimerização.

PASHLEY *et al.*, em 1998, tiveram como objetivo(1) determinar as taxas relativas de evaporação de água e HEMA, e (2) determinar os efeitos do aumento das concentrações de HEMA sobre a taxa de evaporação da água a partir de misturas de água e HEMA. 10 µl de cada solução (100% H₂O, 75% H₂O-HEMA 25%, 50% H₂O-HEMA 50%, 25% HEMA, 100% HEMA) foram colocados sobre o prato de um instrumento de análise termogravimétrica a 37 graus C. A taxa de perda de peso espontânea foi medida em função do tempo e da umidade relativa (UR). A taxa de evaporação de água pura foi 32 vezes maior do que 100% de HEMA. A adição de HEMA a água baixou a taxa de evaporação da água das misturas de HEMA- água de uma forma proporcional ao seu efeito na redução da pressão de vapor de água ($p < 0,05$ comparação com 50% de HEMA e 75% HEMA). A taxa de evaporação da água de misturas de água e HEMA foi maior ($p < 0,05$) quando o gás ambiente estava em 0% de umidade relativa do que quando estava no RH de 51%. Os resultados indicam a evaporação da água a partir de misturas de água e HEMA e a concentração de HEMA aumenta porque é relativamente não volátil. Este aumento na concentração de HEMA reduz a pressão de vapor de água, tornando mais difícil sua remoção. Esta água residual pode interferir com a polimerização de monômeros adesivos, diminuindo assim a qualidade da camada híbrida.

TAY *et al.*, em 2002 a, testaram a hipótese de que a resistência de união a micro-tração de todos os adesivos de um passo disponíveis a dentina são afetados negativamente pela ativação retardada de um composto fotopolimerizável, e que tal fenômeno só ocorre na presença de água do substrato da interface de união. No experimento I, um controle de adesivo de três passos (All-Bond 2, Bisco) e seis adesivos de passo único (One-up F Bond, Tokuyama; Etch& Prime 3.0, a Degussa; Xeno CF Bond, Sankin; AQ Bond, a Sun Médica; Reactmer Bond, Shofu e Prompt L-Pop, 3M ESPE) foram aplicados em dentina hidratada. Um compósito microparticulado foi colocado sobre o adesivo polimerizado e foi ativado pela luz, imediatamente, ou após 20 min no escuro. No experimento II, três adesivos de passo único (Etch& Prime 3.0, Xeno CF Bond e AQ Bond)

foram igualmente aplicados a dentina completamente desidratada usando o mesmo protocolo de ativação de luz atrasada. No experimento III, uma resina processada foi utilizada como substrato de ligação para os mesmos três adesivos de passo único. A resina de micropartículas foi aplicada com os adesivos polimerizados com o mesmo protocolo de ativação da luz imediata e tardia. Os espécimes foram seccionados para avaliação de micro-resistência à tração. A análise fractográfica das amostras foi realizada através de MEV. As amostras também foram examinadas por TEM. Quando ligado a dentina hidratada, a ativação tardia não teve efeito sobre o adesivo de três passos de controle, mas não reduziu significativamente a resistência de união de todos os adesivos de passo único ($p < 0,05$). Este efeito adverso não foi observado nos três adesivos de passo único que foram aplicados a dentina desidratada ou aos compósitos processados. Manifestações morfológicas de atraso de fotoativação do compósito no substrato de dentina hidratado foram exclusivamente localizados ao longo da interface compósito-adesivo, e estavam presentes como grandes vazios, glóbulos de resina e estruturas de favo de mel que se formaram em torno de pequenas bolhas ao longo das interfaces fraturadas.

TAY *et al.*, em 2002 b, testaram a hipótese de que os padrões de nanoinfiltração em sistemas adesivos autocondicionantes são causados pela dissolução de minerais em nitrato de prata levemente ácido. Interfaces dentina-resina com quatro adesivos de um passo, adesivos autocondicionantes foram examinados por nanoinfiltração convencional (pH 4,2) e base de nitrato de prata amoniacal (pH 9,5) e preparados para microscopia eletrônica de transmissão. Todos os adesivos apresentaram um modo reticular de nanoinfiltração na camada híbrida quando o nitrato de prata convencional foi usado. Com nitrato de prata amoniacal, um padrão mais manchado de nanoinfiltração foi observado dentro das camadas adesivas e híbridas. O modo reticular de nanoinfiltração em adesivos autocondicionantes representa, provavelmente, sítios de remoção de água incompleta que leva a uma polimerização incompleta. O teste padrão manchado identificados com o uso de nitrato de prata amoniacal, provavelmente representa regiões potencialmente permeáveis ao adesivo e camadas híbridas que resultam da interação entre os íons de prata com ácido diamino / componentes de resina hidrófila.

CARVALHO *et al.*, em 2003, testaram a hipótese de que a resistência adesiva depende da capacidade do HEMA experimental (2-hidroxi- etil- metacrilato)/solvente de voltar a expandir a matriz de colágeno. Superfícies de dentina foram condicionadas com ácido fosfórico 37% por 20 segundos, secas ao ar por 30 segundos, contendo 35/65% (v / v) de água/ HEMA, metanol / HEMA, etanol/ HEMA ou propanol/ HEMA por 60 segundos, e unidas com o adesivo 4-META-TBBO (4 methacryloyloxyethyl- trimellitateborano anidrido- tri- n- butílico). Após armazenamento em água por um dia a 37 ° C, as amostras foram preparadas para o teste de microtração. Foi utilizada microscopia eletrônica de transmissão para medir a largura dos espaços interfibrilares nas camadas híbridas. O primer a base de HEMA / etanol e o primer a base de HEMA/ propanol apresentaram a maior e a menor resistência de união, respectivamente ($p < 0,05$). A resistência de união foi diretamente relacionada com a largura dos espaços interfibrilares ($p < 0,05$). A resistência de união está relacionada à capacidade do primer em manter a re-expansão da matriz de dentina desmineralizada.

TAY *et al.*, em 2003, escreveram uma revisão onde discutiram as tendências atuais no desenvolvimento de adesivos dentinários e da possibilidade de alguns tipos de adesivos disponíveis atualmente serem muito hidrófilos. Os fabricantes têm reformulado adesivos para torná-los mais compatíveis para a união à dentina umedecida, ataque ácido e a adição de metacrilato de 2- hidroxietil e outros monômeros de resina hidrofílica. Estes adesivos de três passos funcionam bem, mas são mais demorados e mais sensíveis à técnica do que os adesivos simplificados. Quando primers são misturados com adesivos de 2- passos, de frasco único e primers autocondicionantes, os adesivos são mais permeáveis à água e, portanto, absorvem mais água ao longo do tempo que as gerações anteriores de adesivos. Os mais recentes adesivos autocondicionantes são ainda mais hidrófilos e, portanto, mais permeáveis à água derivada da dentina. Essa permeabilidade pode levar a uma grande variedade de problemas aparentemente independentes, incluindo a incompatibilidade de compósitos quimicamente ativados ou duais com adesivos simplificados e degradação acelerada da interface de união dentina-resina.

VAN MEERBEEK *et al.*, em 2003, revisaram o mecanismo de união por meio do estudo da caracterização química e ultramorfológica da interface dente/restauração . Os testes de resistência de união e medição da eficácia marginal de vedação (os dois métodos mais comumente empregados para determinar a "eficácia de ligação" no laboratório) são avaliados em seu valor e relevância na previsão do desempenho clínico. Especial atenção tem sido dada às vantagens / desvantagens de um sistema de condicionamento ácido total versus uma abordagem de autocondicionantes e do desempenho em longo prazo destes adesivos. Correlacionando os dados recolhidos no laboratório com os resultados clínicos os autores demonstraram claramente que os testes laboratoriais podem prever a efetividade clínica de sistemas adesivos. Embora haja uma tendência a simplificar os procedimentos de união, os dados apresentados confirmam que os adesivos convencionais de condicionamento ácido total de 3 passos ainda são mais favoráveis e mais confiáveis a longo prazo.

O livro Phillips do autor **ANUSAVICE (2005)** representa um panorama geral e abrangente sobre composição, biocompatibilidade, propriedades físicas, variáveis de manipulação e desempenho de materiais restauradores diretos e indiretos, e materiais auxiliares usados em odontologia. O Capítulo 2 fala sobre as Mudanças de Estado, Ligações Interatômicas, Distância Interatômica, Energia de Ligação, Energia Térmica, Estrutura Cristalina, Difusão, Adesão e União e sobre Adesão à estrutura Dental.

DE MUNCK *et al.*, em 2005 realizaram uma revisão de literatura examinando os processos fundamentais que causam a adesão de biomateriais em esmalte e dentina bem como a sua degradação com o tempo. A eficácia da união imediata dos adesivos contemporâneos é bastante favorável, independentemente da abordagem utilizada. No longo prazo, a eficácia da união de alguns adesivos cai drasticamente, enquanto a resistência de união de outros adesivos é mais estável. Ensaios clínicos de cavidades classe V não-cariosas continuam a ser o teste ideal para a avaliação da eficácia da união, mas fornecem poucas informações sobre a verdadeira causa da falha clínica. Em laboratório,

portanto, vários protocolos foram desenvolvidos para prever a durabilidade da adesão. Esta revisão avalia metodologias que enfocam modelos de degradação química de hidrólise e de diluição de componentes de interface, bem como testes mecânicos, como medições de fadiga e tenacidade à fratura. A correlação *in vitro* e *in vivo* revelou que, atualmente, o método mais utilizado para avaliar a durabilidade da adesão envolve o envelhecimento de espécimes unidos a esmalte ou dentina. A comparação de adesivos contemporâneos revelou que sistemas adesivos de três passos de condicionamento ácido total continuam a ser o "padrão ouro" em termos de durabilidade. Os autores concluíram que qualquer tipo de simplificação nos procedimentos de aplicação clínica resultam em perda da eficácia de união. Dentre os adesivos autocondicionantes, apenas os de dois passos têm alguns benefícios clínicos adicionais.

CARRILHO *et al.*, em 2005, avaliaram os efeitos a longo prazo do tempo de ataque ácido, o sistema adesivo e condição de armazenamento sobre a resistência de união da resina à dentina. Dois adesivos de condicionamento ácido total Single Bond (SB) e One Step (OS), e um sistema adesivo autocondicionante Clearfil Liner Bond 2V (CL), foram utilizados. Os adesivos foram aplicados em dentina de acordo com as instruções do respectivo fabricante. Grupos adicionais de SB e OS sistemas foram criados, em que o tempo de ataque ácido foi dobrado (30 segundos). Após a aplicação dos adesivos a resina composta Z250 foi inserida de forma incremental e os dentes foram armazenados por 24 horas em água destilada a 37 ° C. Os dentes foram serialmente e verticalmente seccionados para obtenção de vários palitos com aproximadamente 0,8 mm² de seção transversal região. Os palitos foram testados em microtração (0,6 mm / minuto) imediatamente (controle) ou após o armazenamento por seis meses ou um ano, quer em água destilada ou óleo mineral. Foram observadas reduções significativas (P <0,05) na resistência de união após dois períodos de armazenamento em longo prazo na água para todos os palitos, independentemente do tempo de ataque ácido para SB e OS. A resistência de união ou era preservada ou aumentada em amostras armazenadas em óleo.

Em **2005**, **YU *et al.***, analisaram o grau de retenção de solventes orgânicos e água em misturas de comonômeros com diferentes hidrofílicidades (parâmetro de solubilidade

para ligações de hidrogênio, delta (h)), após a evaporação do solvente, e da extensão da penetração do marcador em camadas polimerizadas preparadas a partir dessas resinas. Para cada mistura de comonômeros, misturas de solventes/adesivo foram preparadas pela adição de (1) 50 wt% de acetona, (2) 50% de etanol em peso, (3) 30% de acetona em peso e 20% de água em peso e (4) de etanol 30% em peso e 20% de água em peso. As misturas foram colocadas em frascos de vidro e evaporadas por 30-60s de resinas à base de acetona, e 60-120 s de resinas à base de etanol. O peso das misturas de comonômero foi medido antes e após a evaporação do solvente. Camadas de resina foram preparadas para microscopia eletrônica de transmissão (MET). Em misturas de comonômero de solventes orgânicos, o percentual de solvente retido em acetona, e em misturas à base de etanol aumentaram significativamente com a hidrofiliabilidade das misturas de comonômero ($P < 0,05$). Em misturas de resina orgânica de água e solventes, significativamente mais solvente e água foram mantidos nas misturas à base de etanol ($P < 0,0001$), quando comparado com misturas à base de acetona, após 60 s de secagem ao ar. Os autores concluíram que a adição de água às misturas de comonômero/ etanol resultou em maior retenção de etanol e água, porque ambos os solventes podem ligar hidrogênio aos monômeros.

Em 2006, FERRACANE *et al.* descreveram os fatores associados com efeitos higroscópicos e hidrolíticos em redes de polímeros odontológicos, e revisaram a literatura gerada nos últimos 30 anos ou mais nessa área. As informações foram obtidas a partir de cerca de 90 artigos publicados ou resumos que aparecem na literatura odontológica. Os estudos foram predominantemente identificados através de uma pesquisa do banco de dados PubMed. Os estudos foram incluídos desde que a evidência direta para a absorção de solvente por uma rede de polímero e seus efeitos físicos ou químicos, ou a perda de espécies moleculares em solventes. As redes de polímeros dentários têm se mostrado sensíveis aos efeitos higroscópicos e hidrolíticos que em graus diferentes dependem de sua estrutura química. A importância desses efeitos sobre o desempenho clínico de restaurações é desconhecida, embora diversos pesquisadores tenham demonstrado que o seu potencial de vida útil é reduzido. Enquanto as propriedades físicas e mecânicas desses materiais podem ser significativamente alteradas pelos efeitos da absorção de solvente e da diluição

de componentes. O que pode constituir a maior preocupação é a liberação em curto prazo dos componentes que não reagiram e a diluição em longo prazo dos produtos de degradação em cavidade bucal, ambos devem ser fortemente considerados durante o desenvolvimento do material restaurador.

HASHIMOTO *et al.*, em 2006, avaliaram a resistência de união, permeabilidade e falhas marginais de dois sistemas adesivos de condicionamento ácido (Excite/ Ivoclar Vivadent, Optibond Solo Plus/ Kerr) quando aplicados erroneamente (técnica úmida sem evaporação adequada de solvente e dentina excessivamente desidratada). Os resultados demonstraram que o grupo controle apresentou resistência de união significativamente maior, para ambos os adesivos. A permeabilidade demonstrou-se similar para o grupo controle e dentina desidratada, para ambos os adesivos. Entretanto, maior permeabilidade foi registrada para o grupo sem evaporação de solvente. Para ambos os adesivos, o grupo controle demonstrou mínima absorção do nitrato de prata. Inversamente, intensa absorção do nitrato de prata foi observada para os grupos aplicados erroneamente. Desta forma, concluíram que o aumento do tempo de volatilização dos adesivos de técnica úmida resulta em aumento da resistência de união, diminui a permeabilidade e a formação de fendas.

HOLMES *et al.*, em 2007, estudaram o efeito do tipo (etanol e acetona) e conteúdo de solvente (1, 2.5, 5, 7.5, 10 e 13 M) no grau de conversão de um adesivo experimental. Os autores observaram que pequenas quantidades de ambos os solventes (1 até 5 M para acetona; 1 até 2.5 M para etanol) foram capazes de aumentar os valores de grau de conversão, aproximando-se de 0 para os grupos contendo 13 M. Houve diferença entre os solventes apenas nas concentrações de 2.5 e 5 M, sendo os valores para acetona significativamente superiores.

RODE *et al.*, em 2007, estudaram o efeito da distância da ponta polimerizadora (0, 3, 6 e 9 mm) na profundidade de polimerização (0, 1, 2, 3 e 4 mm), através das análises de microdureza e grau de conversão, de uma resina composta (Z250/3M ESPE) fototativa

com luz halógena (Degulux/ Degussa), laser de argônio (AccuCure 3000/ Lasermed) e LED (Elipar Freelight 2/3M ESPE). Os resultados obtidos demonstram que quanto maior a distância da ponta polimerizadora, maior a diminuição nos valores de microdureza e grau de conversão. Adicionalmente, o aumento da espessura da resina composta também resulta na diminuição da microdureza e grau de conversão. Todas as fontes de luz demonstram semelhantes microdureza e grau de conversão desde que a espessura não ultrapasse 1 mm e a distância máxima da ponta polimerizadora não ultrapasse 3 mm. Os dados obtidos demonstraram alta correlação entre microdureza e grau de conversão.

Em **2007**, **VAN LANDUYT *et al.*** realizaram uma revisão de literatura com o objetivo de revisar de forma sistemática os componentes usados nos atuais sistemas adesivos, bem como as propriedades destes componentes. Esse artigo inclui uma tabela extensa com a formulação química de adesivos dentinários contemporâneos. A formulação química de sistemas adesivos determina seu desempenho adesivo na clínica. Independentemente do número de frascos, um sistema adesivo normalmente contém monômeros de resinas, iniciadores, inibidores ou estabilizadores, solventes e, por vezes, carga inorgânica. Cada um destes componentes tem uma função específica.

Em **2008**, **CADENARO *et al.*** avaliaram o grau de conversão de cinco sistemas adesivos experimentais em relação à sua hidrofiliicidade. Foram testadas misturas resinosas hidrofílicas e hidrofóbicas como agentes de ligação pura, ou com percentagens crescentes de etanol. A hipótese testada foi que o grau de polimerização de misturas de resina é afetado pela hidrofiliicidade da resina, as concentrações do solvente ou o tempo de polimerização. Cinco versões fotopolimerizáveis de misturas de resinas experimentais foram submetidas à investigação: (1) 70% E- BisADM, 28,75% TEGDMA; (2) 70% BisGMA, 28,7% TEGDMA; (3) 70% BisGMA, 28,7% HEMA, (4) BisGMA 40%, 30% TCDM e TEGDMA 28,75%; HEMA (5) BisGMA 40%, 30% BisMP, e 28,75%. Todas as misturas incluíram 1% de EDMAB e 0,25% de CQ. Etanol em diferentes porcentagens de peso (A: 0%, B: 30%, C: 50%, D: 70% e E: 90%) foi adicionado a estas misturas resinosas simulando outra formulação de adesivos. Os resultados mostraram que o grau de conversão

foi influenciado pela hidrofiliçidade da mistura resinosa ($p < 0,05$), percentual de diluição de etanol ($p < 0,05$) e tempo de polimerização ($p < 0,05$). Diluição de etanol 30% apresentou maior grau de conversão em relação aos compostos puros, Este estudo indica que o alto percentual de etanol (>50% massa) pode comprometer a extensão da cinética de polimerização dos adesivos dentários.

GIANNINI *et al.*, em 2008, avaliaram o efeito de diferentes técnicas para evaporação de solvente (evaporação por 30s, evaporação por 60s, evaporação por 30s seguida de jato de ar por 10s, evaporação por 60s seguida de jato de ar por 10s) no grau de conversão de sete sistemas simplificados (Excite/ Ivoclar Vivadent, One Step/ Bisco, OptiBond Solo Plus/ Kerr, Prime& Bond 2.1/ Dentsply, Prime& Bond NT/ Dentsply, Single Bond/ 3M ESPE, Single Bond Plus/ 3M ESPE). O grau de conversão obtido por OptiBond Solo Plus, Prime& Bond 2.1, Prime& Bond NT e Single Bond Plus não foi afetado pelas diferentes condições de evaporação. Excite não demonstrou necessidade de volatilização por jato de ar para atingir maior grau de conversão. One Step e Single Bond apresentaram maior grau de conversão após a volatilização por jato de ar. Os autores concluíram que, para alguns sistemas adesivos, uma inadequada etapa de volatilização pode interferir na polimerização, reduzindo a conversão dos monômeros.

Em **2008**, **IKEDA *et al.*** Avaliaram o efeito de diferentes tempos de volatilização (0, 5 e 10s) na resistência de união de três sistemas adesivos autocondicionantes de um único passo (iBond/ Heraeus Kulzer, G-Bond/ GC e Clearfil S3 Bond/ Kuraray). Os resultados demonstraram que maior tempo de volatilização aumenta significativamente o grau de evaporação dos solventes. Adicionalmente, maior resistência de união foi observada após 10s de volatilização. Apesar de Clearfil S3 ter demonstrado menor taxa de volatilização, demonstrou maior resistência de união. Os autores concluíram que o tempo de volatilização demonstrou uma capacidade significante na remoção dos solventes.

Em 2008, **KLEIN-JÚNIOR *et al.*** estudaram o efeito de jatos de ar aquecidos (60 ± 2) ou não (20 ± 1) para volatilização de solventes na resistência de união, formação de fenda marginal, grau de conversão e taxa de evaporação de sistemas adesivos contendo diferentes solventes (Single Bond/3M ESP/etanol e água; Prime& Bond 2.1/ Dentsply/ Acetona) em 20 terceiros molares humanos. Para a volatilização dos sistemas adesivos foi utilizado um secador de cabelos (SC831, Black & Decker, Uberaba, MG, Brazil) a uma distância de 20 cm entre a ponta do secador e a superfície dos dentes pelo tempo de 10 segundos. Os autores demonstraram que maior resistência de união foi observada para ambos os adesivos volatilizados com jato de ar aquecido. Entretanto, este aumento não foi estatisticamente significativo para Prime& Bond. Tanto para Single Bond quanto para Prime& Bond, a penetração do nitrato de prata para os grupos que utilizaram jato de ar aquecido não demonstrou tanta magnitude. Apenas para Single Bond a aplicação de jato de ar aquecido favoreceu a evaporação de solvente, resultando em maior grau de conversão. Desta forma, concluíram que a utilização de jato de ar aquecido parece ser uma ferramenta útil para melhora na qualidade da união dentina-resina, principalmente para sistemas adesivos contendo etanol. Sendo esta melhora atribuída à maior volatilização dos solventes e não ao maior grau de conversão.

ALEXANDRE *et al.*,2008, avaliaram a resistência a microtração (mT), micromorfologia da interface esmalte/ resina (RET) e os padrões de condicionamento (EP), promovido pelo adesivo de condicionamento ácido total, Prime & Bond NT (PB), e dois adesivos autocondicionantes, Clearfil SE Bond (SE) e Adper Prompt L Pop (APR), quando aplicadas as temperaturas de 5°C (C), 40°C (H) e 20°C (R). Sessenta e três incisivos bovinos foram divididos aleatoriamente em nove grupos experimentais ($n = 7$) de acordo com os sistemas adesivos e temperaturas. Os sistemas adesivos foram aplicados de acordo com as instruções do fabricante. Após os procedimentos restauradores, os espécimes foram seccionados em cinco tabletes. Quatro palitos foram preparados para microtração e para análise interface. Para análise do padrão de condicionamento, os 16 fragmentos de esmalte bovino restantes foram utilizados ($n = 2$). Os adesivos foram aplicados e as superfícies foram lavadas com solventes orgânicos após a aplicação. As amostras para análise RET e

PE foram preparados para análise em MEV. Não foram encontradas diferenças significativas entre os adesivos à temperatura R. No entanto, a 5 ° C, PB e APR apresentaram menor resistência à tração do que SE. Na temperatura H, maior resistência foi observada para PB do que para APR e SE.

D'ARCANGELO *et al.*, em 2009, avaliaram os efeitos de múltiplas camadas adesivas de três adesivos de condicionamento ácido total sobre a espessura do adesivo e resistência à microtração (micro TBS). Dentes humanos foram divididos aleatoriamente em três grupos (EB, XP, PQ), de acordo com o sistema adesivo a ser utilizado: PQ1 (Ultradent) (PQ), EnaBond (Micerium) (EB), ou XP Bond (Dentsply / DeTrey) (XP) . As amostras de cada grupo foram subdivididas em três subgrupos de acordo com o número de camadas adesivas (1, 2 ou 3). Em todos os subgrupos, cada camada de adesivo foi fotoativada antes da aplicação de cada camada adicional. Após os procedimentos adesivos, coroas de resina composta foram realizadas em incrementos. Os espécimes foram seccionados perpendicularmente à interface adesiva para produzir feixes múltiplos, cerca de 1 mm². Os espécimes foram testados sob tensão a uma velocidade de 0,5 mm / min até a ruptura. As espessuras de adesivo e modos de falha foram avaliadas em MEV. A média de resistência de união (em MPa (DP)) do grupo EB aumentou gradualmente de 1 a 3 camadas consecutivas (27,02 (9,38) a 44,32 (4,93), respectivamente) (p <0,05). A maior resistência de união para PQ (46,66 (12,95)) e XP (40,55 (5,69)) foram obtidas na aplicação de duas camadas adesivas. A espessura média da camada adesiva aumentou significativamente com aumento do número de revestimentos (p <0,05), variando de 29,45 (1,42) a 77,64 (1,10) para o PQ, a partir de 5,12 (0,68) a 37,75 (0,92) para EB, e de 12,64 (0,68) a 37,92 (0,71) para o grupo de XP. Os modos de falha dos espécimes EB foram classificados principalmente como falha adesiva entre o adesivo e dentina. Os subgrupos XP3 e PQ3 apresentam um número maior de fratura coesiva no adesivo. Um excesso de espessura da camada adesiva pode influenciar negativamente sobre a força e a qualidade da adesão.

LOGUERCIO *et al.*, em 2009, estudaram a resistência de união à dentina (úmida e desidratada), grau de conversão e resistência à tensão de sistemas adesivos de

condicionamento ácido de dois passos à base de etanol (OptiBond Solo Plus/ Kerr), etanol/água (Single Bond/ 3M ESPE) e acetona (One Step/ Bisco), na presença e ausência de seus respectivos solventes. Os resultados demonstraram maior resistência de união para Single Bond e One Step independente da presença ou ausência de solvente. Entretanto, baixa resistência de união foi observada para a versão sem solvente de Opti Bond Solo quando compara à versão com solvente. A análise de resistência à tensão demonstrou valores significativamente inferiores para todos os adesivos em suas versões com solvente. O grau de conversão de Single Bond e Optibond Solo demonstrou-se maior que o grau de conversão de One step em suas versões contendo solvente. Nas versões livre de solvente, houve um aumento significativo no grau de conversão One Step, enquanto houve diminuição no grau de conversão de OptiBond Solo. Os autores concluíram que a presença de solvente não é essencial para Single Bond e One Step resultarem em alta resistência de união tanto à dentina úmida quando desidratada, desde que aplicados vigorosamente. Apesar de ocorrer significativa melhora na resistência à tensão para todos os adesivos nas versões sem solventes, melhora no grau de conversão foi observada apenas para One Step.

REIS *et al.*, em 2009, testaram o efeito da temperatura do adesivo sobre a resistência de união à dentina (MTBS) e infiltração de nitrato de prata (SNU) de sistemas adesivos de condicionamento ácido total à base de etanol / água (Adper Single Bond 2 [SB]) e um à base de acetona (Prime & Bond 2.1 [PB]). Os frascos de cada adesivo foram mantidos em diferentes temperaturas (5^oC, 20^oC, 37^oC e 50^oC) por 1 h antes de sua aplicação na dentina oclusal desmineralizada de 40 molares. Os palitos (0,8 mm²) foram testados em tração (0,5 mm / min) de imediato (IM) ou após 6 meses (6 M) de armazenamento em água. Dois palitos a partir de cada dente foram imersos em nitrato de prata e analisados em MEV. Não houve diferença significativa na resistência de união para ambos os adesivos em 5^oC e 20^oC. A maior resistência de união de PB foi observada no grupo de 37^oC enquanto para SB foi em 50^oC. Reduções significativas da resistência de união foram observados para PB em 37^oC e SB, 50^oC depois de 6 meses de armazenamento em água MOF. Deposição de nitrato de prata foi observada em todas as camadas híbridas, independentemente do grupo. Menor deposição de nitrato de prata

(árvores de água) na camada de adesivo foi visto em PB e SB em altas temperaturas. Os autores concluíram que o aquecimento ou refrigeração dos adesivos antes da sua aplicação na superfície dentinária não melhoram a resistência de união entre resina/ dentina à degradação em água ao longo do tempo.

Durante a reação de polimerização, os monômeros dos sistemas adesivos devem apresentar ligações cruzadas suficientes para reforçar uma camada adesiva que seja clinicamente confiável. **MARCHESI *et al.*, em 2010**, avaliaram como diferentes condições de armazenamento (armazenamento em ar ou água) afetam o módulo de elasticidade (ME) e grau de conversão (GC) de sistemas adesivos de condicionamento ácido total de três passos e um de dois passos. O teste de flexão biaxial e microscopia Raman foram realizados em corpos de prova em formato de discos dos sistemas adesivos: Adper Scotchbond Multi- Purpose (SBMP, 3M ESPE) e Clearfil Protect Bond (CPB; Kuraray). As medições foram repetidas após o armazenamento em ar ou água após 15 e 30 minutos e após 1, 24 e 72 horas. No tempo 0, o módulo de elasticidade não foi afetado pelo sistema adesivo, enquanto que o grau de conversão da CPB foi maior do que a SBMP. O armazenamento em ar elevou o módulo de elasticidade em cada intervalo de envelhecimento. Armazenamento em água aumentou o módulo de elasticidade até atingir um valor máximo em 24 h, diminuindo significativamente em 72 h. Não houve correlação linear entre o percentual de GC e ME dos dois adesivos quando armazenados em água. Os resultados deste estudo indicam que a propriedades mecânicas e cinética de polimerização de SBMP e CPB são afetadas por tempo e meio de armazenamento.

MARSHALL *et al.*, em 2010 realizaram uma revisão de literatura sobre a adesão bem como a diferença entre coesão e adesão. As restaurações adesivas podem incluir uma ou mais interfaces. A adesão se concentra na compreensão das propriedades dos materiais associados à formação das interfaces, as mudanças que ocorrem nas interfaces com o tempo e os eventos associados com a falha das interfaces. Os princípios fundamentais para a formação de uma boa interface são a obtenção de uma superfície limpa e rugosa para intertravamento interfacial, ocorrendo o molhando do substrato pelo adesivo /

materiais coesivos, o fluxo adequado e adaptação para a interação íntima, além de uma fotoativação de qualidade. Os autores concluíram que os cientistas devem aplicar técnicas mais rigorosas, tais como a análise do ângulo de contato (e não a simples molhabilidade pela água) para determinação da energia de superfície, e AFM, além de MEV para análise de textura da superfície.

3. PROPOSIÇÃO

O presente estudo *in vitro* propôs-se a:

Avaliar a influência de diferentes tempos (5, 10 e 20s) e temperaturas (23 ± 1 °, 40 ± 1 °C) do jato de ar para volatilização de solventes sobre as propriedades mecânicas (resistência coesiva, módulo de elasticidade e resistência à flexão) e o grau de conversão de sistemas adesivos à base de etanol e à base de água e etanol (Excite/ Ivoclar Vivadent; AdperTM Single Bond 2/ 3M ESPE, respectivamente).

4. MATERIAL E MÉTODOS

4.1. *Delineamento experimental*

4.1.1. *Unidades experimentais:*

- *Grau de Conversão:* 60 amostras de 3 μ L de adesivo (n=5)
- *Resistência Coesiva:* 120 amostras de 10 μ L de adesivo (n=10)
- *Módulo de Elasticidade e Resistência à Flexão:* 60 amostras de 10 μ L de adesivo (n=5)

4.1.2. *Fatores em estudo:*

- Sistemas adesivos em 2 níveis (Excite, AdperTM Single Bond 2)
- Tempos de volatilização em 3 níveis (5, 10 e 20 segundos)
- Temperatura de volatilização em 2 níveis (23 \pm 1 e 40 \pm 1 °C)

4.1.3. *Variável de resposta:*

- Resistência coesiva (MPa)
- Grau de conversão (%)
- Resistência à flexão (MPa)
- Módulo de elasticidade (GPa)

4.1.4. *Divisão dos grupos experimentais*

- Para a análise do GC (n=5), RC (n=10), ME (n=5) e RF (n= 5) foram estabelecidos 12 grupos divididos de acordo com o tipo de adesivo utilizado, tempo e temperatura de volatilização. (Figura 1).

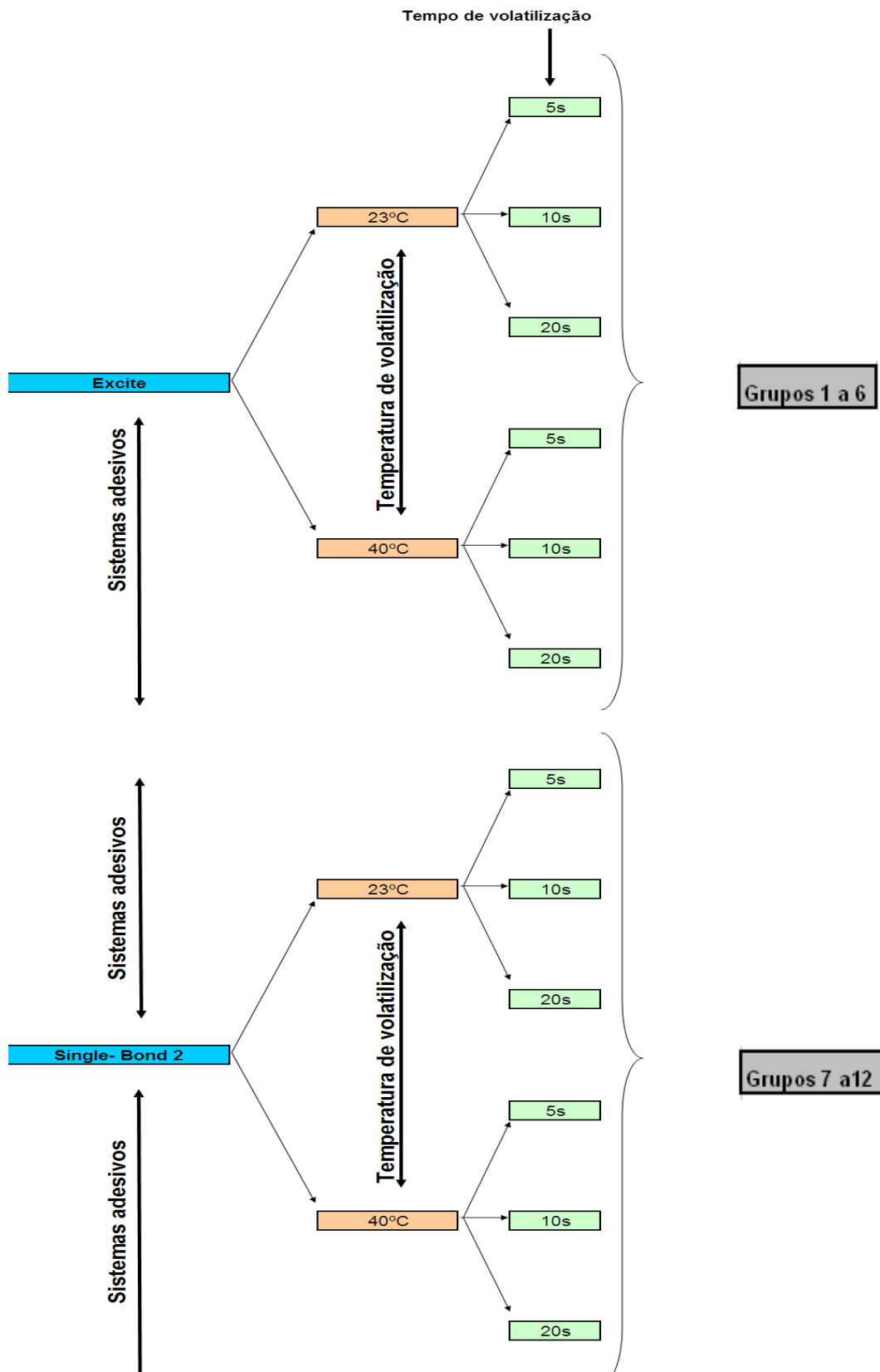


Figura 1: Grupos experimentais de acordo com tipo de adesivo, temperatura e tempo de volatilização para GC, RC, ME e RF.

4.2. *Sistemas adesivos*

Para a realização deste estudo dois diferentes sistemas adesivos foram utilizados: Excite (Ivoclar Vivadent AG, Bändererstrasse, Schaan, Liechtenstein)(Figura 2A)e AdperTM Single Bond 2 (3M ESPE, Brasil) (Figura 2B). (Quadro 1)

Quadro 1. Composição e Descrição de uso dos sistemas adesivos utilizados no estudo. (Ver sequência de fotos na Figura 16)

Sistema Adesivo	Composição	Metodologia experimental	Recomendação do fabricante
Excite	HEMA (15%), dimetacrilatos, acrilato do ácido fosfínico, Bis-GMA(25%), Sílica, iniciadores, estabilizadores, Etanol (20%)	Aplicação do adesivo durante 10 s, seguido de leve jato de ar (com tempo e temperatura de acordo com o grupo analisado) e fotoativação por 20s.	Aplicação do adesivo durante 10 s, seguido de leve jato de ar por 3s e fotoativação por 10 s.
AdperTMSingle Bond 2	Bis- GMA(10-20%)*, silano tratado com partícula de sílica (10-20%), HEMA (5-15%)*, glicerol 1,3Dimetacrilato, Copolímero de ácido acrílico e ácido itacônico e diuretano dimetacrilato, Água (5%) e Etanol (25-35%)	Aplicação do adesivo durante 10 s, seguidas de leve jato de ar (com tempo e temperatura de acordo com o grupo analisado) e fotoativação por 20s.	Aplicação de duas camadas consecutivas do adesivo, seguidas de leve jato de ar por 5s e fotoativação por 10 s.

*Nihl *et al.*, 2009



Figura 2: Sistemas adesivos utilizados para a realização desse estudo. **A-** Excite (Ivoclar Vivadent AG, Bänderstrasse, Schaan, Liechtenstein); **B-** AdperTM Single Bond 2 (3M ESPE, Brasil).

4.3. *Temperatura de volatilização*

As amostras receberam jato de ar através de um dispositivo portátil para aquecimento de ar (Figura 3 A), com pressão (5psi) e vazão de ar (15 l/min) ejetadas controladas e constantes na saída do dispositivo (Figura 3 B), sendo padronizada a distância de 7 cm entre a ponta da cânula aplicadora e a base do microtubo Safe- Lock 2 mL (Eppendorf North America) que continha o adesivo. O jato de ar foi aplicado à temperatura ambiente ($23 \pm 1^\circ\text{C}$) ou com jato de ar aquecido ($40 \pm 1^\circ\text{C}$) de acordo com o grupo em questão (Ver descrição do equipamento no Anexo 2). A temperatura se mantinha constante na saída do dispositivo sendo confirmada através de termômetro digital Powerpack ET- 11 plus (Figura 4) medindo a temperatura do jato de ar após a saída da cânula aplicadora a cada grupo experimental.



Figura3: A- Vista frontal: Dispositivo portátil para o aquecimento de ar utilizado neste estudo; B- Vista Traseira: Pressão (5psi) e vazão de ar (15 l/min) ejetadas controladas e constantes na saída do dispositivo.



Figura 4: Termômetro digital Powerpack ET- 11 plus utilizado para verificar a temperatura do jato de ar aplicado sobre cada adesivo.

4.4. *Tempo de volatilização*

O sistema adesivo foi dispensado cuidadosamente durante 10 segundos (Figura 5A), de acordo com as recomendações do fabricante, em um microtubo Safe- Lock 2 ml (Eppendorf North America) cuja base era maior (Figura 5B) para favorecer a evaporação de solvente em toda a extensão do adesivo. Após tempo de aplicação, foi feita a volatilização do solvente variando-se os tempos (Figura 5C) de acordo como grupo em questão (5,10 e

20 segundos). Foi feita a padronização do tempo de aplicação e de volatilização dos adesivos através de cronômetro digital OX. BSH- 200.

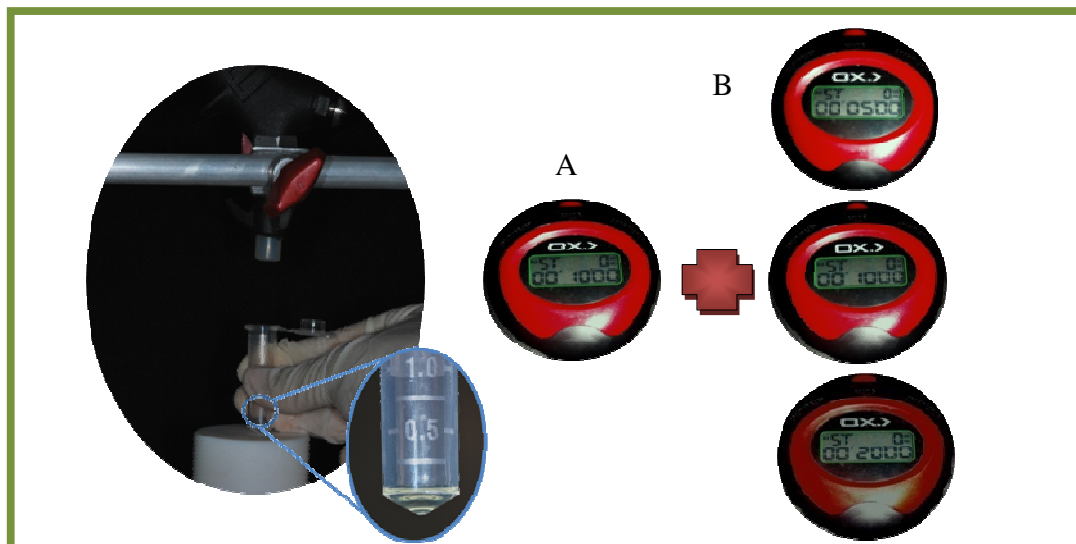


Figura 5: Cronômetro OX. BSH- 200 utilizado para controlar o tempo de aplicação (A) e de volatilização (B) do adesivo.

4.5. *Tempo de fotoativação*

Os adesivos foram fotoativados com o aparelho Elipar Freelight2 (3M ESPE, Seefeld, Germany) (Figura 6) com tempo de 20 segundos. O tempo foi estipulado através de estudo piloto para polimerização apropriada dos espécimes, objetivando a obtenção de endurecimento adequado dos mesmos para a realização dos testes. A intensidade da luz emitida foi acompanhada através de radiômetro durante a confecção das amostras para verificar se esta permaneceu constante (1100 mW/cm^2).



Figura 6: Aparelho Elipar Freelight2 (3M ESPE, Seefeld, Germany) utilizado para fotoativação das amostras de adesivo.

4.6. *Determinação do Grau de Conversão*

O grau de conversão (GC) dos sistemas adesivos foi avaliado por meio da espectroscopia infravermelha com transformada de Fourier (FTIR) (FTIR Spectrometer, Perkin Elmer, Waltham, MA, EUA) (Figura 7), equipado com cristal de reflectância total atenuada (ATR) (Universal ATR Sampling Accessory, Perkin Elmer, Waltham, MA, EUA). Para a mensuração, 6 μ l do sistema adesivo foram inseridos em um microtubo Safe- Lock 2 ml, e após 10 segundos, foi aplicado sobre ele jato de ar variando tempo e temperatura (Figura 16) de acordo com os grupos experimentais (n=5) mencionados anteriormente (Figura 1). Após a volatilização, o adesivo foi coletado e dispensado sobre o cristal (3 μ l) através do uso de micropipeta de precisão (Microman Classic, modelo M25, Gilson, FRA). Com o adesivo posicionado sobre o cristal, a fonte de luz foi aplicada de acordo com o tempo estabelecido em estudo piloto (20s). Para a fotoativação dos corpos de prova a ponta fotoativadora foi acomodada diretamente acima da superfície do adesivo (1mm), pois, segundo Rode *et al.*, em 2007, quanto maior a distância entre a ponta fotoativadora e o adesivo, menor o grau de conversão.

O ensaio foi conduzido a partir da leitura inicial de cada sistema adesivo não fotoativado. Esta leitura foi considerada o controle para cada tipo de adesivo, pois fornece os valores das áreas correspondentes às bandas dos anéis aromáticos e alifáticas previamente à polimerização do material em estudo (leitura do monômero). Durante cada

leitura, foram obtidos espectros infravermelhos com auxílio do programa Spectrum (Perkin Elmer) presente em microcomputador ligado ao espectrômetro. O programa foi utilizado no modo de monitoramento da varredura, usando a apodização Happ- Genzel, com resolução de 4 cm⁻¹ e os espectros sendo coletados no intervalo de 1665 a 1580 cm⁻¹.

O cálculo do grau de conversão foi feito baseado na proporção entre as duplas ligações de carbono alifáticas (C = C) e aromáticas, sendo estas últimas usadas como controle interno por ser considerada inerente à composição do material, nos estados polimerizados e não polimerizados (Ferracane & Greener, 1984). Durante a reação de polimerização, a absorvância das duplas ligações de carbono aromáticas permanece constante, enquanto que há redução da quantidade de duplas ligações alifáticas. A dupla ligação de carbono alifática absorve a energia no comprimento de onda de 1638 cm⁻¹, enquanto que a aromática no comprimento de 1608 cm⁻¹.

Para o cálculo, foi utilizada a técnica de *baseline* (Rueegeberg et al., 1990), traçado pelo próprio programa Spectrum. A partir desta, foram mensurados alguns parâmetros pelo próprio programa. A intensidade corrigida dos picos observados nos comprimentos de onda 1638 e 1608 cm⁻¹ foi utilizada na seguinte fórmula: R = intensidade em 1638 cm⁻¹ / intensidade em 1608 cm⁻¹.

Desta forma, a %GC foi determinada usando a seguinte equação:

$$GC (\%) = \left[1 - \frac{\left[\frac{1638 \text{ cm}^{-1}}{1608 \text{ cm}^{-1}} \text{ polimerizado} \right]}{\left[\frac{1638 \text{ cm}^{-1}}{1608 \text{ cm}^{-1}} \text{ não polimerizado} \right]} \right] \times 100$$



Figura 7: FTIR Spectrometer, Perkin Elmer, Waltham, MA, EUA, equipamento utilizado para análise do grau de conversão dos sistemas adesivos.

4.7. *Análise da Resistência Coesiva*

Inicialmente, para confecção dos corpos-de-prova, foram confeccionados moldes padronizados de silicone por adição (Aquasyl, Dentsply, Petrópolis, RJ, Brasil) a partir da impressão do material de moldagem em matrizes de Teflon que possuem uma elevação interna central em forma de barra medindo 1 mm de profundidade, 2 mm de largura e, 7 mm de comprimento (Figura 8).

20 μ l do sistema adesivo foram inseridos em um microtubo Safe- Lock 2 ml, e após 10 segundos, foram volatilizadas com tempo e temperatura variando de acordo com cada grupo (n=10), conforme mencionados anteriormente (Figura 1). No interior do molde de silicone (Figura 9 A e B) foi inserida, através do uso de micropipeta, a quantidade de 10 μ L de adesivo em única camada, sob constante agitação com a própria ponteira da micropipeta (Figura 16), de modo a impedir a formação de bolhas de ar (Loguercio et al., 2009).

Em seguida, foi acomodada sobre o adesivo uma tira de poliéster (K Dent-Quimidrol) para evitar a inibição da reação de polimerização pelo oxigênio. Para a fotoativação dos corpos de prova a ponta fotoativadora foi acomodada 1 mm acima da tira de poliéster, sendo fotoativados também de acordo com tempo (20s) estipulado em estudo piloto (Figura 9 C).

Os corpos de prova em forma de barra medindo 1 mm de profundidade, 2 mm de largura e, 7 mm de comprimento (Figuras 9D e 10) foram removidos da matriz e armazenados por 24 horas em estufa a 37°C, a seco e ao abrigo da luz.

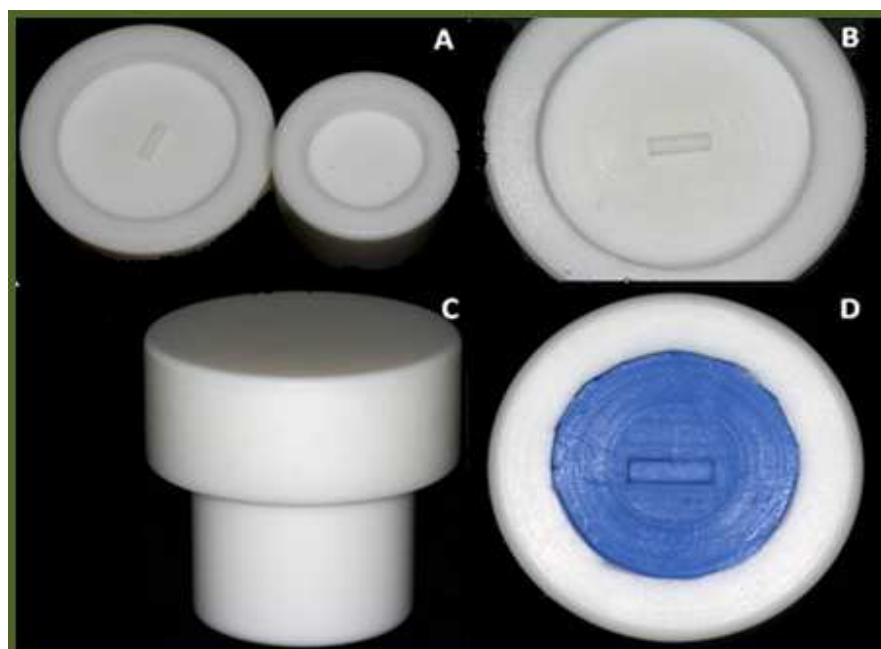


Figura 8: A- Partes superior e inferior da matriz de Teflon; B- Parte superior da matriz com elevação central em forma de barra; C- Matriz em posição para impressão no material de moldagem; e D - Molde de silicone de adição confeccionado a partir da matriz de Teflon.

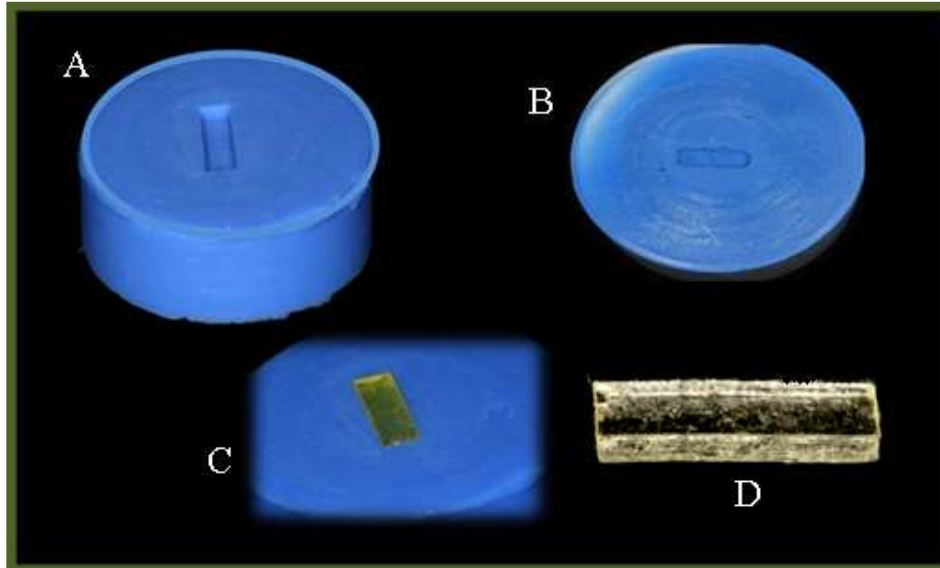


Figura 9: A- Vista de perfil da matriz de silicone que foi utilizada para confecção dos corpos-de-prova de adesivos; B- Vista superior; C-Adesivo polimerizado após inserção do mesmo em camadas; e D- Amostra de um adesivo em forma de barra nas dimensões da matriz de silicone (1x 2 x 7mm).

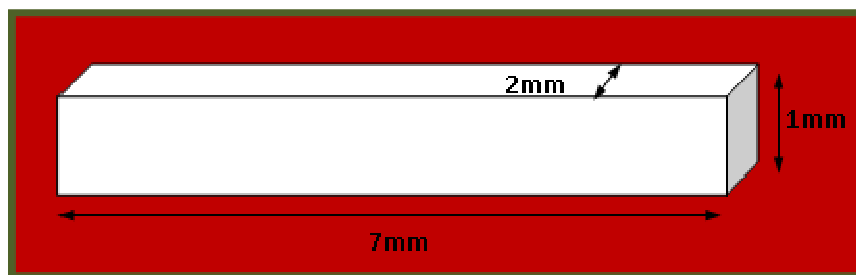


Figura 10: Representação do corpo-de-prova confeccionado a partir da matriz de silicone.

Dez corpos de prova para cada grupo, pertencentes a um sistema adesivo e condição experimental explicados anteriormente, foram submetidos ao teste de resistência coesiva.

Antes do posicionamento no dispositivo, foram medidas a largura e a altura das amostras utilizando paquímetro digital Absolute (Mitutoyo, Tokyo, Japan, 0.01mm accuracy) (Figura 11). Para o ensaio de resistência máxima à tração, os corpos de prova foram individualmente fixados em dispositivo especial para o ensaio de tração, adaptado à Máquina de Ensaio Universal (EMIC DL 500, SÃO JOSÉ DOS PINHAIS, SC, BRASIL) (Figura 12). A fixação do corpo de prova ao aparato foi feita com adesivo à base de cianoacrilato (SUPER BONDER GEL, HENKEL LOCTITE, ITAPEVI, SP, BRASIL) pelas duas extremidades do palito, com o longo eixo do corpo de prova paralelo ao longo eixo da força de tração. O ensaio de tração foi realizado com velocidade constante 0,5mm/min, utilizando célula de carga de 200N, até que ocorresse a ruptura da amostra (Figura 13). No momento da fratura, o movimento foi automaticamente interrompido e os valores de resistência coesiva em quilogramas-força (kgF) foram coletados. Os dados em KgF foram convertidos em MPa e tabulados para realização da análise estatística.



Figura 11: Medição de (A) largura (± 2 mm) e (B) altura (± 1 mm) das amostras utilizando paquímetro digital Absolute (Mitutoyo, Tokyo, Japan, 0.01mm accuracy); (C) aferição da amostra em maior aumento.



Figura 12: Corpos de prova fixados em dispositivo para o ensaio de micro-tração, adaptado à Máquina de Ensaio Universal (Emic DL 500, São José dos Pinhais, SC, Brasil).

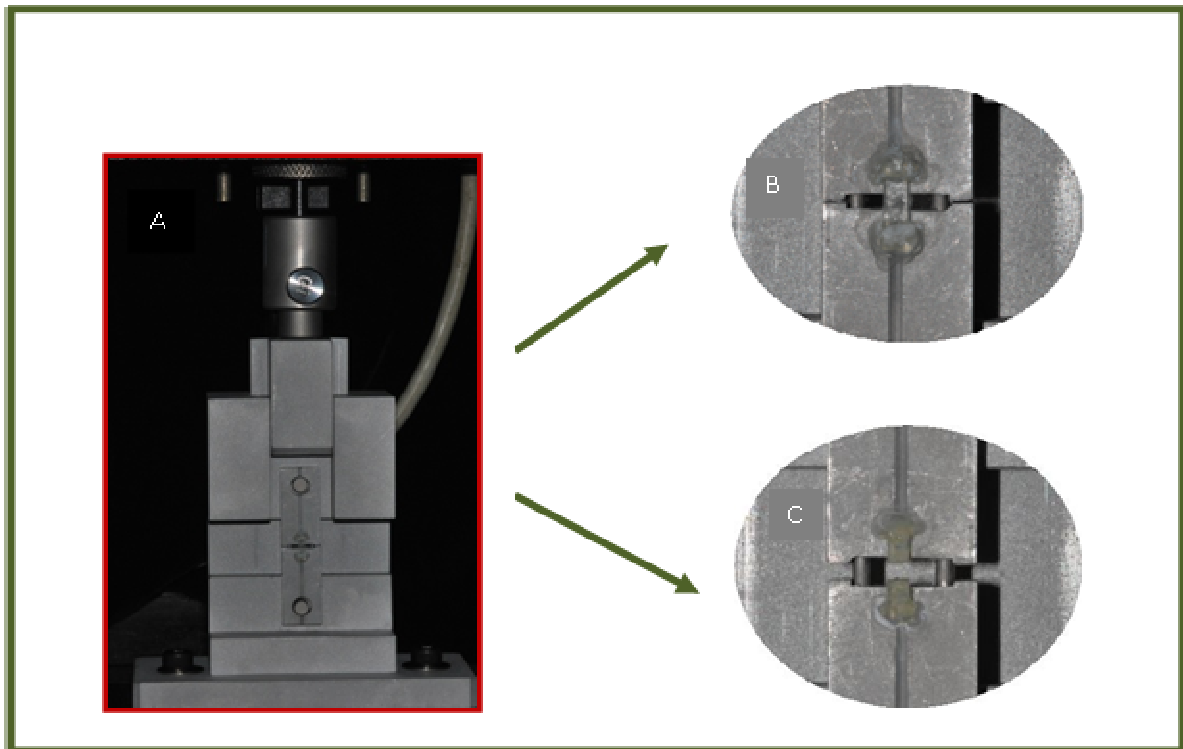


Figura 13: Em maior aumento: **A-** Dispositivo especial para o ensaio de micro-tração ERIOS. **B-** corpo de prova fixado em dispositivo pelas duas extremidades do palito, com o longo eixo do corpo de prova paralelo ao longo eixo da força de tração; **C-** Corpo de prova após a ruptura.

4.8. *Análise da Resistência à flexão e Módulo de Elasticidade*

Para a análise da resistência à flexão e módulo de elasticidade, cada corpo de prova foi confeccionado (Figura 16), de forma padronizada (1mm profundidade x 2mm largura x 7mm comprimento), utilizando como mesmo molde de silicone por adição (Aquasil, DentsplyDeTrey, Konstanz, Germany) como foi descrito no item anterior 4.7.

Os corpos de prova foram removidos da matriz e armazenados por 24 horas em estufa a 37°C, a seco e ao abrigo da luz.

Para este estudo foi utilizado o ensaio de resistência à flexão e módulo de elasticidade em três pontos, utilizando célula de carga de 50N (Figura 14), realizado na Máquina Universal de ensaio mecânico (Instron, modelo 4111, Corp., Canton, MA) (Figura 15). Antes do posicionamento no dispositivo, foram medidas a largura e a altura das amostras utilizando paquímetro digital e, então, o teste foi realizado com velocidade de 0,5mm/ min e célula de carga de 50N até a fratura.

Os resultados foram obtidos através do programa Blue Hill II (Instron, model 4411, Bucking) em computador ligado a máquina de ensaio. Os valores de resistência a flexão foram calculados em Megapascal (MPa) e os valores de módulo de elasticidade em Gigapascal (GPa).

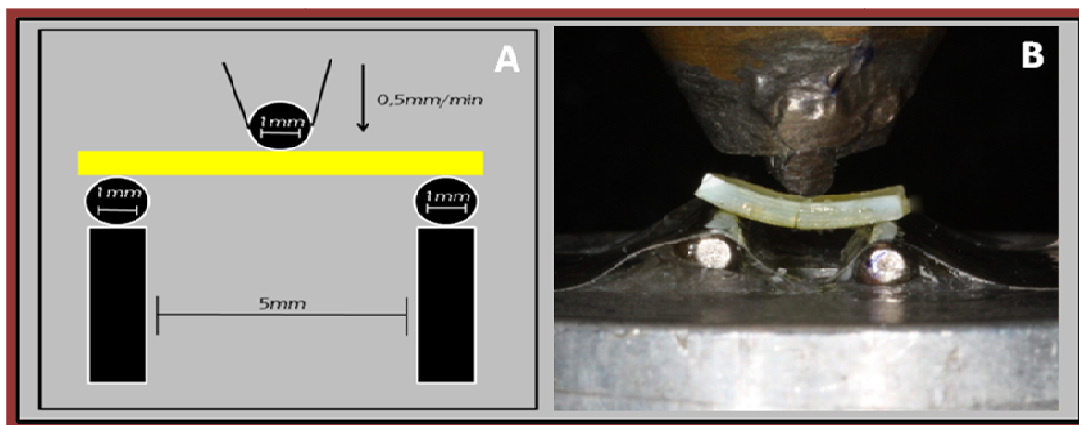


Figura 14: A- Representação esquemática do teste de resistência à flexão que foi realizado no presente estudo; e B- Teste de flexão sendo executado no corpo-de-prova de adesivo.



Figura 15: Máquina Universal de ensaio mecânico (INSTRON, modelo 4111, Corp., Canton, MA) com célula de carga de 50 N (5Kgf) utilizada para a realização dos testes de resistência à flexão e módulo de elasticidade.

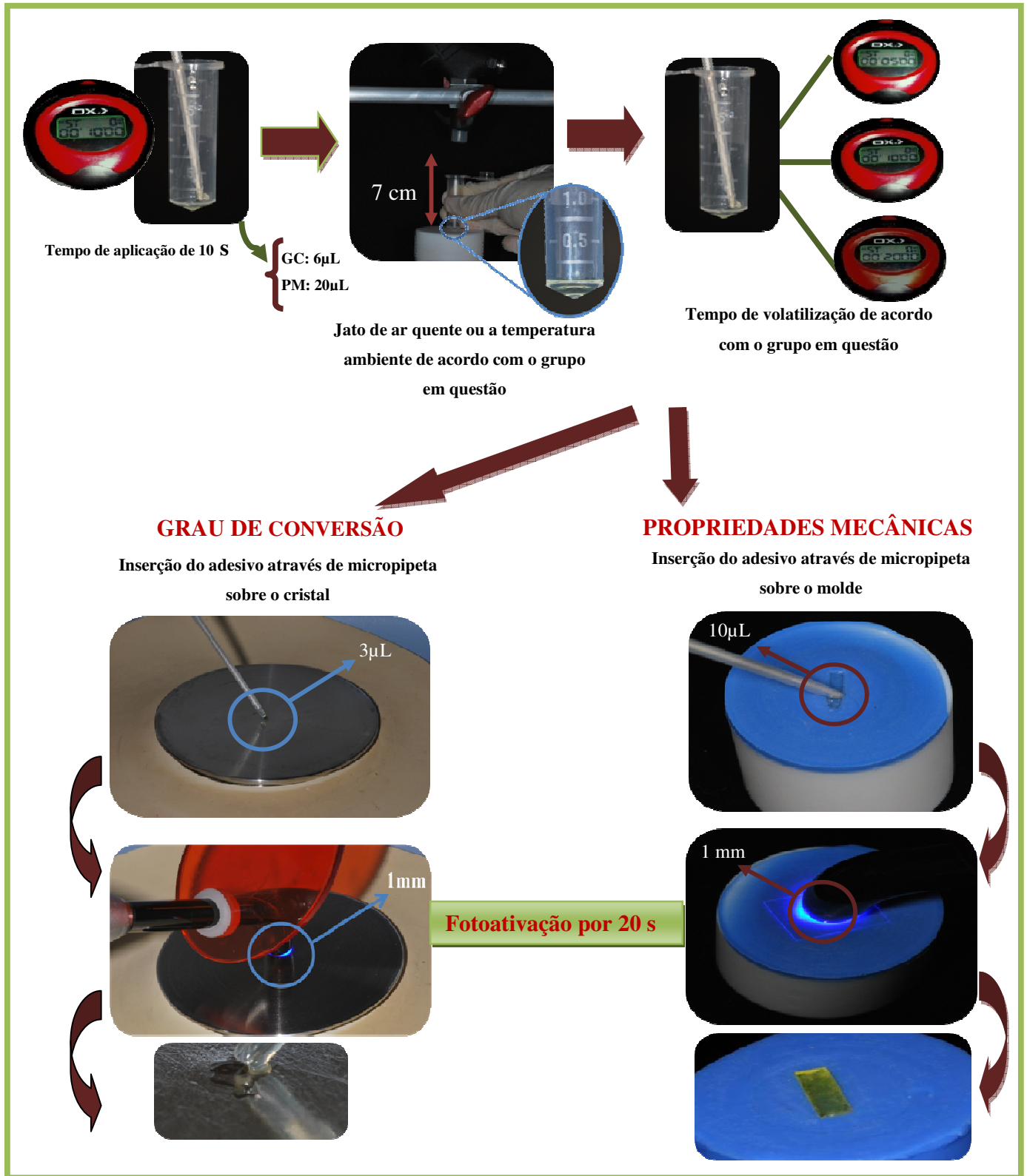


Figura 16- Metodologia ilustrada da confecção das amostras para os testes de Grau de Conversão (GC) e Propriedades Mecânicas (PM).

4.9. *Análise Estatística*

Os dados de resistência coesiva, grau de conversão, módulo de elasticidade e resistência à flexão, para cada tempo e temperatura avaliados referentes a cada sistema adesivo, foram tabulados e avaliados por meio de análise de variância (ANOVA)- 3 fatores e Teste de Tukey considerando nível de significância de 5%:

Grau de Conversão, Resistência Coesiva, Módulo de Elasticidade e Resistência a flexão:

Após a análise exploratória os dados foram analisados por meio de análise de variância 3 fatores (grupo x temperatura x tempo) e teste de Tukey, considerando o nível de significância de 5%.

Para a análise dos dados foi utilizado o Programa SAS na versão 9.2, 2008 (SAS versão Institute Inc., Cary, NC, USA).

5. RESULTADOS

Os resultados da análise de variância referentes aos tempos e temperaturas de volatilização sobre a Resistência coesiva dos sistemas adesivos Excite e Single Bond2 estão descritos na Tabela 1.

Tabela 1- Valores médios de Resistência coesiva (MPa) dos diferentes sistemas adesivos em função dos tempos (5, 10 e 20s) e das temperaturas (23° C e 40° C) avaliados.

Temperatura	Tempo	Sistemas Adesivos	
		Excite	Single bond 2
23	5	20,13 (3,96) Ac	7,80 (1,02) Bc
	10	21,82 (3,97) Ab	10,67 (3,14) Bb
	20	23,90 (2,98) Aa	15,27 (6,06) Ba
40	5	*30,43 (5,00) Ac	*18,47 (4,20) Bc
	10	*32,57 (4,14) Ab	*22,94 (4,98) Bb
	20	*36,59 (4,64) Aa	*26,66 (3,41) Ba

Médias seguidas de letras distintas (maiúsculas na horizontal e minúsculas na vertical dentro de cada temperatura) diferem entre si ($p \leq 0,05$). * Difere significativamente da temperatura de 23 ($p \leq 0,05$).

De acordo com a Tabela 1 os corpos de prova submetidos à volatilização com temperatura de $\pm 40^\circ$ C apresentaram maior resistência coesiva em todos os tempos de volatilização tanto para Excite quanto para Single Bond2 ($p < 0,05$). Quando comparados os tempos de volatilização dentro de cada sistema adesivo, os maiores valores de Resistência Coesiva foram observados no tempo de 20 segundos, seguidos dos tempos de 10 e 5 segundos, respectivamente. O Sistema adesivo à base de etanol Excite apresentou maiores valores de Resistência Coesiva comparativamente ao sistema adesivo à base de água e etanol Single Bond 2 independente do tempo e temperatura de volatilização ($p < 0,05$).

Tabela 2- Valores Médios de Grau de Conversão (%) dos diferentes sistemas adesivos em função dos tempos (5, 10 e 20s) e das temperaturas ($\pm 23^{\circ}\text{C}$ e $\pm 40^{\circ}\text{C}$) avaliados.

Temperatura	Tempo	Sistemas Adesivos	
		Excite	Single bond 2
23	5	94,65 (0,32)Aa	85,25 (1,46)Ba
	10	94,04 (0,25)Aa	86,72 (1,28)Ba
	20	94,15 (0,34)Aa	86,55 (1,96)Ba
40	5	96,24 (0,33)Aa	*88,39 (2,30)Bb
	10	95,57 (0,84)Aa	*91,08 (0,74)Ba
	20	95,36 (0,19)Aa	88,12 (1,21)Bb

Médias seguidas de letras distintas (maiúsculas na horizontal e minúsculas na vertical dentro de cada temperatura) diferem entre si ($p \leq 0,05$). * Difere significativamente da temperatura de 23 ($p \leq 0,05$).

De acordo com o resultado da análise do Grau de conversão, para o sistema adesivo Excite não foi observado efeito estatisticamente significativo ($p > 0,05$) entre as temperaturas e tempos de volatilização estudados (Tabela 2). A volatilização à temperatura de $\pm 40^{\circ}\text{C}$ dos corpos de prova do adesivo Single Bond 2 resultaram em melhor Grau de Conversão com exceção do grupo volatilizado por 20s. Com relação ao tempo de volatilização, para o adesivo Single Bond 2, as amostras volatilizadas com ar à temperatura ambiente ($\pm 23^{\circ}\text{C}$) não apresentaram diferença estatisticamente significativa entre os tempos estudados ($p > 0,05$); já entre as amostras que receberam ar aquecido ($\pm 40^{\circ}\text{C}$) aquelas volatilizadas por 10 segundos (91,08) apresentaram maior Grau de Conversão do que as volatilizadas por 5 (88,39) e 20 (88,12) segundos. Na comparação entre o desempenho dos sistemas adesivos, Excite apresentou maiores valores de Grau de Conversão seguido de Single Bond 2, independente de tempo e temperatura de volatilização ($p < 0,05$).

Tabela 3- Valores médios de Módulo de Elasticidade (GPa) dos diferentes sistemas adesivos em função dos tempos (5, 10 e 20s) e das temperaturas ($\pm 23^{\circ}$ C e $\pm 40^{\circ}$ C) avaliados.

Temperatura	Tempo	Sistemas Adesivos	
		Excite	Single bond 2
23	5	0,97 (0,12) Aa	0,21 (0,16) Ba
	10	0,99(0,08) Aa	0,46 (0,12) Ba
	20	1,05 (0,06) Aa	0,44 (0,14)Ba
40	5	1,10 (0,09) Aa	*0,91 (0,57)Aa
	10	1,06 (0,15) Aa	*1,12 (0,18)Aa
	20	1,19 (0,21) Aa	*1,08 (0,41)Aa

Médias seguidas de letras distintas (maiúsculas na horizontal e minúsculas na vertical dentro de cada temperatura) diferem entre si ($p \leq 0,05$). * Difere significativamente da temperatura de 23 ($p \leq 0,05$).

Com relação ao módulo de elasticidade dos sistemas adesivos avaliados (Tabela 3), para o grupo do sistema adesivo Excite não houve diferença estatisticamente significativa ($p > 0,05$) tanto entre os tempos quanto para as temperaturas de volatilização. Os corpos de prova submetidos à volatilização com temperatura de $\pm 40^{\circ}$ C apresentaram maior módulo de elasticidade apenas para o sistema adesivo Single Bond 2 independente dos tempos de volatilização ($p < 0,05$). Por outro lado, não houve diferença estatisticamente significativa na comparação entre os tempos de volatilização para Single Bond 2 ($p > 0,05$). Excite apresentou maiores valores de Módulo de Elasticidade comparativamente a Single Bond 2 quando volatilizados por $\pm 23^{\circ}$ C ($p < 0,05$). Quando os espécimes foram volatilizados por $\pm 40^{\circ}$ C, Excite e Single Bond 2 não apresentaram diferença estatisticamente significativa para Módulo de Elasticidade ($p > 0,05$).

Tabela 4. Valores médios de Resistência à flexão (MPa) dos diferentes sistemas adesivos em função dos tempos (5, 10 e 20s) e das temperaturas ($\pm 23^{\circ}\text{C}$ e $\pm 40^{\circ}\text{C}$) avaliados.

Temperatura	Tempo	Sistemas Adesivos	
		Excite	Single bond 2
23	5	78,99 (5,91) Ab	10,55 (5,03)Bb
	10	80,93 (5,45) Aa	28,43 (6,86)Ba
	20	83,42 (6,35) Aa	28,19 (8,19)Ba
40	5	80,85 (3,76) Ab	*48,33(18,94)Bb
	10	89,45 (5,02) Aa	*62,11 (9,54)Ba
	20	95,00 (3,53) Aa	*60,75 (16,72)Ba

Médias seguidas de letras distintas (maiúsculas na horizontal e minúsculas na vertical dentro de cada temperatura) diferem entre si ($p \leq 0,05$). * Difere significativamente da temperatura de 23°C ($p \leq 0,05$).

De acordo com o resultado da análise da Resistência a Flexão (Tabela 4), para o sistema adesivo Excite não foi observado efeito estatisticamente significativo ($p > 0,05$) entre as temperaturas de volatilização estudadas. A volatilização à temperatura de $\pm 40^{\circ}\text{C}$ dos corpos de prova do adesivo Single Bond 2 resultaram em melhor desempenho na Resistência à Flexão ($p < 0,05$) comparativamente à temperatura de $\pm 23^{\circ}\text{C}$. Com relação ao tempo de volatilização, tanto para o adesivo Single Bond2 quanto para o Excite, independente da temperatura de volatilização, os tempos de 20 e 10 segundos não diferiram estatisticamente e foram maiores do que o tempo de 5 segundos. Na comparação entre o desempenho dos sistemas adesivos, Excite apresentou maiores valores de Resistência à flexão que Single Bond 2, independente de tempo e temperatura de volatilização ($p < 0,05$).

6. DISCUSSÃO

A união dos materiais restauradores às estruturas dentárias é promovida pela associação aos sistemas adesivos, originando uma interface de união dente/restauração. O sucesso clínico e a longevidade dos procedimentos restauradores dependerão da eficácia dessa interface de união. Dessa forma, este tema ainda tem sido motivo contemporâneo de pesquisas, pois uma adesão deficiente pode ser a causa de diversos fatores determinantes de degradação da camada híbrida ao longo do tempo. De extrema importância para os sistemas adesivos, os solventes agem como veículo de transporte através da diminuição da viscosidade, permitindo a penetração daqueles nas microporosidades formadas pelo condicionamento ácido.

Segundo Hashimoto *et al.*, 2006, a inadequada evaporação do solvente pode ser considerada como um dos erros mais graves durante a realização do procedimento adesivo. Assim, o solvente permanece retido à resina e interpõe-se entre os monômeros dificultando sua interação e prejudicando a propagação e o crescimento das cadeias poliméricas. Conseqüentemente, após a polimerização, a camada adesiva que se forma na presença de excesso de solvente apresentará nano e/ ou microporosidades pelas quais a infiltração de fluidos intra e extra-orais poderá acontecer (Tay *et al.*, 2002a, b). Assim, no presente estudo, a influência de diferentes tempos e temperaturas para volatilização de solventes sobre as propriedades mecânicas e o grau de conversão de sistemas adesivos dentinários foi avaliada.

O grau de conversão é a medida do percentual de duplas ligações de carbono que foram convertidas em ligações simples de carbono para formar uma cadeia polimérica. Neste estudo, para o teste de grau de conversão, tanto as amostras dos adesivos Single Bond 2 e Excite volatilizadas com ar a temperatura ambiente ($\pm 23^{\circ}\text{C}$) quanto as amostras de Excite volatilizadas com ar quente ($\pm 40^{\circ}\text{C}$), não apresentaram diferença estatisticamente significativa entre os tempos estudados (Tabela 2), evidenciando que, após 5s, supostamente com menor quantidade de solvente evaporado comparativamente aos outros tempos, já são

formadas quantidades razoáveis de polímeros que se manterão constantes independente do aumento no tempo de volatilização.

Em contrapartida, entre as amostras de Single Bond 2 que receberam ar aquecido ($\pm 40^{\circ}\text{C}$), aquelas volatilizadas por 10s (91,08) apresentaram maior grau de conversão do que as volatilizadas por 5s (88,39) e 20s (88,12). Porém, este comportamento só foi observado para este adesivo, e quando a volatilização foi feita com ar aquecido. Assim, com a elevação da temperatura, provavelmente, a etapa de evaporação de Single Bond 2 (água/etanol) pode ter sofrido uma mínima influência da água, que possui maior temperatura de ebulição e menor pressão de vapor que o etanol (Van Landuyt *et al.*, 2007) presente no Excite.

Dessa forma, após 5s de volatilização, provavelmente, a solução água/etanol ainda não tenha sido evaporada de forma tão adequada quanto após 10s, deixando espaços maiores entre os monômeros, o que, neste caso, dificultou a conversão das duplas ligações de carbono em comparação a 10s. Por outro lado, após 20s, o solvente presente no sistema adesivo pode ter sido evaporado em excesso, ocasionando a diminuição dos espaços entre os monômeros e, também, diminuindo a sua conversão, desta vez por falta de solvente.

Semelhante ao grau de conversão, para a análise de módulo de elasticidade, não houve diferença estatisticamente significante entre os tempos de volatilização para os dois adesivos testados (Tabela 3). Neste caso, o tempo de 5s, supostamente com menor quantidade de solvente evaporado, portanto menos viscoso, pode ter facilitado o movimento das moléculas e, por conseguinte, a conversão dos monômeros em polímeros (Cadenaro *et al.*, 2008). O módulo de elasticidade descreve a rigidez relativa de um material (Anusavice, 2005); dessa forma, a camada adesiva em formação seria enrijecida pela presença de maior número de ligações cruzadas, de modo a contribuir para alcançar estabilidade já após 5s de volatilização.

De acordo com Peutzfeldt em 1997, verifica-se que quanto menor o número residual de ligações duplas entre carbonos após a polimerização, melhores são as propriedades mecânicas do polímero. Os testes de grau de conversão e módulo de elasticidade apresentaram resultados semelhantes no que diz respeito aos tempos avaliados neste estudo. Portanto, pode se afirmar que quanto maior a quantidade de polímeros

formados, maior será o módulo de elasticidade da camada adesiva, pois maior será o número de ligações cruzadas.

Por outro lado, maiores valores de resistência coesiva foram observados após 20s de volatilização, para os dois sistemas adesivos avaliados, independente das temperaturas (Tabela 1), evidenciando que com o aumento do tempo de evaporação dos solventes ocorreu uma elevação crescente da sua resistência coesiva. O que pode ser explicado pelo fato de que, após 5 e 10s, ainda poderia haver solvente residual em excesso que, ao se ligarem aos grupamentos polares do polímero em formação, possivelmente comprometeram a formação de ligações cruzadas de qualidade, devido à presença de espaços entre elas. Dessa forma, a coesão do polímero resultante pode ser alterada (Hashimoto *et al.*, em 2006), podendo apresentar microporosidades que serão susceptíveis à ocorrência de infiltração (Tay *et al.*, 2002 a, b).

De modo semelhante, na avaliação de resistência à flexão, tanto para o adesivo Single Bond 2 quanto para o Excite, independente da temperatura de volatilização, para os tempos de 10 e 20s, os resultados não diferiram estatisticamente e foram maiores do que 5s (Tabela 4). A camada adesiva deve sofrer o mínimo de flexão quando submetida às cargas mastigatórias. Desse modo, a resistência do adesivo à deformação é um fator importante na preservação da restauração final. Assim, através desses resultados, foi constatado que, com o aumento no tempo de volatilização, a camada adesiva passa a apresentar uma maior resistência à deformação, possivelmente, por apresentar ligações cruzadas de melhor qualidade, além de melhor coesão do polímero resultante.

As propriedades dos materiais não podem ser avaliadas de forma isolada, mas no contexto com outras propriedades. Assim, por exemplo, é essencial relacionar a resistência à flexão com a dureza do material (módulo de elasticidade), que são obtidos através de um mesmo ensaio mecânico. Porém, de acordo com os resultados deste estudo, o fator tempo de volatilização não forneceu uma correlação positiva entre essas duas propriedades. A rigidez relativa dos adesivos testados se estabilizou após 5s de volatilização, contudo, foi necessário um aumento crescente desse tempo para serem atingidos maiores valores de resistência à deformação.

Portanto, pode-se associar o grau de conversão e o módulo de elasticidade à quantidade de polímeros formados. Por outro lado, a resistência coesiva e a resistência à flexão estariam mais relacionadas à qualidade dos mesmos. Logo, em 5s já seria obtida quantidade estável de polímeros relativamente rígidos, porém, seriam necessários 20s para que os espaços entre os polímeros fossem diminuídos consideravelmente a ponto de oferecer resistência (à flexão/ coesiva) à camada adesiva pela maior quantidade de ligações cruzadas.

Diferentemente do fator tempo, as temperaturas de volatilização estudadas atuaram de modo distinto nos testes realizados, demonstrando comportamentos diferentes para cada adesivo avaliado. Neste estudo, a volatilização à temperatura de $\pm 40^{\circ}\text{C}$ do adesivo Excite não promoveu melhorias no grau de conversão do mesmo. Ao passo que o jato de ar quente em Single Bond2 resultou em melhor grau de conversão após 5 e 10s de volatilização, enquanto que as amostras que receberam jato de ar por 20s tiveram grau de conversão semelhante às aquelas volatilizadas com ar a temperatura ambiente ($\pm 23^{\circ}\text{C}$) (Tabela 2).

Este fato indica que provavelmente, o jato de ar quente pode ter potencializado a evaporação do solvente após 20s de volatilização para este adesivo. Dessa forma, uma volatilização por tempo muito maior removeria maior quantidade de solvente (Ikeda *et al.*, 2008) diminuindo os espaços entre os monômeros e tornando o adesivo mais viscoso. Essa maior viscosidade prejudicaria o movimento das moléculas e a conversão dos monômeros em polímeros aconteceria com menor velocidade (Cadenaro *et al.*, 2008; Klein- Júnior *et al.*, 2008), de modo a não haver diferença entre as temperaturas após esse tempo de volatilização.

Semelhante ao ocorrido na avaliação do grau de conversão, a volatilização à temperatura de $\pm 40^{\circ}\text{C}$ não influenciou o módulo de elasticidade e resistência à flexão do adesivo Excite (Tabelas 3 e 4, respectivamente). Por outro lado, já no adesivo Single Bond 2, o jato de ar quente resultou em melhores propriedades mecânicas (módulo de elasticidade, resistência à flexão e resistência coesiva), em todos os tempos, quando comparado ao jato de ar em temperatura ambiente ($\pm 23^{\circ}\text{C}$) (Tabelas 3, 4 e 1, respectivamente). Dessa forma, o Single Bond 2 respondeu mais positivamente ao jato

aquecido do que o adesivo Excite. Isto sugere que o tipo de solvente, a etapa de evaporação, bem como os constituintes de cada adesivo, tenham sido determinantes para esses resultados.

Neste estudo, foi constatado que o adesivo Single Bond 2 apresentava menor viscosidade do que o adesivo Excite imediatamente após a sua aplicação. O Bis-GMA, presente em ambos os adesivos, porém em maior quantidade no adesivo Excite, pode ter contribuído para a maior viscosidade deste, por se tratar de um monômero que se caracteriza por apresentar uma molécula longa e rígida com duplas ligações de carbono reativas em ambas as extremidades, o que confere maior rigidez ao adesivo (Van Landuyt *et al.*, 2007). Outro motivo pode ser o fato de Single Bond 2 apresentar a água como co-solvente além do etanol, o que pode ter diminuído a sua viscosidade comparado ao Excite que apresenta apenas etanol como solvente.

Aliado a isso, em ambos os adesivos existe a presença de HEMA, que é um monômero hidrófilo que, juntamente com os solventes, favorecem um melhor molhamento, pois diminuem a tensão superficial do adesivo (Maciel *et al.*, 1996), o que, somado à presença da água no adesivo Single Bond 2, pode ter contribuído para a sua menor viscosidade. Sabe-se que, quanto menor a viscosidade de um fluido, mais rápido e com maior facilidade ele irá se movimentar. O movimento térmico de uma molécula deve ser suficiente para vencer a tensão superficial e evaporar, isto é, sua energia cinética deve exceder o trabalho de coesão aplicado pela tensão superficial à superfície do líquido (Anusavice, 2005).

Pode-se sugerir, portanto, que o calor a que o adesivo Single Bond 2 (menos viscoso) foi submetido fez as moléculas do solvente se movimentarem mais depressa, de modo que a temperatura do mesmo se elevou mais rapidamente, favorecendo a sua evaporação. Este fato pode explicar o melhor desempenho de Single Bond 2 quando submetido ao jato de ar quente em todos os testes avaliados.

Por conseguinte, o fato de não ter havido diferença significativa entre jato aquecido e à temperatura ambiente para Excite na maioria dos testes, se deu devido ao fato de que com o jato de ar à temperatura ambiente já era alcançada uma evaporação adequada. O jato de ar quente faz as moléculas se movimentarem mais depressa elevando a sua

temperatura (Anusavice, 2005), porém, já que este adesivo era mais viscoso, suas moléculas, podem ter oferecido maior resistência a essa movimentação do que Single Bond 2. Além disso, por apresentarem moléculas supostamente mais próximas devido a maior viscosidade, as mesmas podem ter sido forçadas a reagirem entre si, durante a polimerização, independente da temperatura de volatilização.

De forma distinta, a elevação da temperatura de volatilização resultou em maior desempenho na resistência coesiva tanto para o adesivo Excite quanto para Single Bond2 (Tabela 1). A elevação na temperatura de volatilização pode fazer com que os radicais livres e a propagação de cadeias de polímeros tornem-se mais flexíveis e possam reagir em uma extensão maior (Reis A *et al.*, 2009), aumentando assim a movimentação e a colisão entre as moléculas.

O resultado será uma reação de polimerização mais completa e com maior qualidade de ligações cruzadas, oferecendo maior coesão aos polímeros, que de acordo com Anusavice, em 2005, é caracterizada pela força de atração molecular entre moléculas de uma mesma espécie. Dessa forma, o calor absorvido pelos adesivos durante a volatilização com o ar quente pode ter aumentado a coesão entre o polímero resultante, o que pode fortalecer a estrutura da camada adesiva contra a infiltração de fluidos intra e extra-orais.

Segundo Ferracane *et al.*, em 2006, a infiltração de fluidos poderia tornar essa camada adesiva mais permeável, fazendo com que as moléculas de solvente retidas fossem gradativamente solubilizadas, comprometendo, a longo prazo, o volume e o módulo de elasticidade do material (Carrilho *et al.*, 2005). Logo, é recomendável a aplicação de jato de ar quente para a obtenção de maior resistência coesiva dos sistemas adesivos estudados, o que pode aumentar a qualidade da camada híbrida formada por proporcionar uma resistência intrínseca da camada adesiva.

Na comparação entre os adesivos avaliados, a temperatura de $\pm 40^{\circ}\text{C}$ minimizou ou eliminou a influência da diferença entre os solventes [Single Bond 2: etanol (25-35%)+água (5%); Excite: etanol (20%)] para o módulo de elasticidade (Tabela 3). Isto sugere que a elevação da temperatura atuou de modo eficaz na propagação de cadeias de polímeros tornando- as mais flexíveis e fazendo- as reagir em uma extensão maior (Reis A *et al.*, 2009); deste modo, o sistema adesivo Single Bond 2, teve sua rigidez relativa

aumentada pela maior quantidade de ligações cruzadas formadas, assemelhando-o ao Excite.

Por outro lado, foi verificada uma superioridade do adesivo Excite tanto para o grau de conversão quanto para as propriedades mecânicas avaliadas (resistência coesiva e resistência à flexão) comparativamente ao sistema adesivo Single Bond2 (Tabelas 2, 1 e 4, respectivamente). Dessa forma, o efeito do solvente sobre o comportamento de polimerização é diferente entre esses dois sistemas adesivos, tanto devido à diferença de concentrações de etanol em ambos, quanto à presença da água no Single Bond 2, o que foi evidenciado pela superioridade quase absoluta do adesivo à base de etanol apenas, na comparação entre sistemas adesivos.

Quando um líquido é aquecido atingindo determinada temperatura, que varia de acordo com a solução em questão, o movimento térmico das suas moléculas deve ser suficiente para vencer a tensão superficial do líquido e evaporar (Anusavice, 2005). A alta temperatura de ebulição (100.0 °C) e a baixa pressão de vapor (23.8 °C) da água implicam em maior dificuldade de remoção do solvente após a aplicação do adesivo (Van Landuyt *et al.*, 2007). Além disso, Pashley *et al.*, em 1998, mostraram que monômeros, tais como o HEMA, que está presente em ambos os adesivos testados, mas em maior quantidade em Single Bond 2, causam diminuição da pressão de vapor da água ainda maior, o que pode interferir com a evaporação dos solventes.

Por outro lado, o etanol possui uma pressão de vapor (54.1 °C) mais elevada e menor temperatura de ebulição (78.5 °C) do que a da água, o que pode favorecer a volatilização do solvente, permitindo a evaporação mais rápida (Van Landuyt *et al.*, 2007). Portanto, pode-se afirmar que as moléculas do etanol atraem-se umas às outras menos fortemente que as da água, e sua camada superficial seria mais fraca, oferecendo menor resistência a evaporação. Isso pode explicar o melhor desempenho do adesivo Excite à base de etanol comparativamente à mistura etanol/ água presente no Single Bond 2.

Em estudos *in vitro*, a comparação entre diferentes materiais traz informações importantes sobre o comportamento em situações clínicas (*in vivo*) e pode auxiliar na obtenção de protocolos de aplicação de sistemas adesivos que possam melhorar o desempenho destes em longo prazo. Neste experimento, uma manobra eficiente para elevar

o desempenho dos sistemas adesivos testados foi a volatilização por 20 s, tempo maior do que o recomendado pelos fabricantes. Os resultados deste estudo indicam, ainda, que há superioridade do adesivo à base de etanol sobre aqueles onde há associação de etanol e água, sugerindo uma influência não tão positiva da mesma quando em associação com outros solventes.

Entretanto, a elevação da temperatura de volatilização dos solventes presentes no adesivo Single Bond 2 foi bastante eficaz, resultando em aumento inquestionável tanto do grau de conversão como das propriedades mecânicas baseadas na resistência coesiva, resistência à flexão e módulo de elasticidade deste material, independente do tempo de volatilização, sendo que neste último, o jato de ar aquecido foi capaz de eliminar a superioridade de Excite comparativamente a Single Bond 2. E, apesar do ar quente ter elevado de maneira estatisticamente significativa apenas a resistência coesiva do sistema adesivo Excite, pode-se afirmar que o mesmo se trata de uma manobra adequada para se obter uma camada adesiva de qualidade.

7. CONCLUSÃO

Diante dos resultados obtidos podemos concluir que:

- Foi verificada a superioridade do adesivo Excite (etanol= 20%) tanto para o Grau de Conversão quanto para as Propriedades Mecânicas avaliadas (Resistência Coesiva, Resistência a Flexão; e Módulo de Elasticidade na temperatura de $\pm 23^{\circ}$ C), comparativamente ao sistema adesivo Single Bond 2 (água= 5%; etanol= 25- 35%).
- Para a análise de Módulo de Elasticidade, não houve diferença estatisticamente significativa na temperatura de volatilização de $\pm 40^{\circ}$ C entre os sistemas adesivos Single Bond 2 e Excite.
- A volatilização por 20 segundos foi eficiente para elevar o desempenho dos sistemas adesivos testados.
- Para Single Bond 2, a volatilização a uma temperatura de $\pm 40^{\circ}$ C resultou em maior grau de conversão e maiores propriedades mecânicas (Resistência Coesiva, Resistência à Flexão, Módulo de Elasticidade).
- Para Excite, a volatilização a uma temperatura de $\pm 40^{\circ}$ C resultou em maior Resistência Coesiva, porém, apesar do aumento nos valores de Grau de Conversão, Resistência à Flexão e Módulo de elasticidade, esta diferença não foi estatisticamente significativa.

REFERÊNCIAS*

- 1- Alexandre RS, Sundfeld RH, Giannini M, Lovadino JR. The influence of temperature of three adhesive systems on bonding to ground enamel. *OperDent*. 2008; 33 (3): 272- 81.
- 2- Anusavice KJ. *Phillips Materiais Dentários*. 11ed. Elsevier Editora Ltda; 2005. p. 19-37.
- 3- Cadenaro M, Breschi L, Antonioli F, Navarra CO, Mazzoni A, Tay FR, et al. Degree of conversion of resin blends in relation to ethanol content and hydrophilicity. *Dent Mater*. 2008; 24: 1194- 200.
- 4- Carrilho MRO, Carvalho RM, Tay FR, Yiu CK, Pashley DH. Durability of resin- dentin bonds related to water and oil storage. *Am J Dent*. 2005; 18: 315- 19.
- 5- Carvalho RM, Mendonca JS, Santiago SL, Silveira RR, Garcia FC, Tay FR, *et al.*. Effects of HEMA/ solvent combinations on bond strength to dentin. *J Dent Res*. 2003; 82: 597-601.
- 6- D'Arcangelo C, Vanini L, Prosperi G D, Di Bussolo G, De Angelis F, D'Amario M, *et al.* The influence of adhesive thickness on the microtensile bond strength of three adhesive systems. *J Adhes Dent*. 2009; 11: 109- 15.
- 7- De Munck J, Van Landuyt K, Peumans M, Poitevin A, Lambrechts P, Braem M & Van Meerbeeck B. A critical review of the durability of adhesion to tooth tissue: Methods and results. *J Dent Res*. 2005; 84(2): 118- 32.
- 8- Ferracane JL. Hygroscopic and hydrolytic effects in dental polymer networks. *Dent Mater*. 2006; 22 (3): 211- 22.

***Referências bibliográficas organizadas de acordo com as normas da FOP/ Unicamp, baseadas na norma do International Committee of Medical Journal Editors- Grupo de Vancouver. Abreviatura dos periódicos em conformidade com o Medline.**

- 9- Giannini M, Arrais CAG, Vermelho PM, Reis RS, Santos LPS, Leite ER. Effects of the solvent evaporation technique on the degree of conversion of one- bottle adhesive systems. *Oper Dent.* 2008; 33 (2): 149- 54.
- 10- Klein- Júnior CA, Zander- Grande C, Amaral R, Stanislawczuk R, Garcia EJ, Baumhardt- Neto R, *et al.* Evaporating solvents with a warm air stream: effects on adhesive layer properties and resin- dentin bond strengths. *J Dent.* 2008; 36: 618- 25.
- 11- Loguercio AD, Loeblen F, Cherobin T, Ogliari F, Piva E, Reis A. Effects of solvent removal on adhesive properties of simplified etch- and- rinse systems and on Bond strenghts to dry and wet dentin. *J AdhesDent.* 2009; 213- 19.
- 12- Hashimoto M, Tay FR, Svizero NR, de Gee AJ, Feilzer AJ, Sano H, *et al.* The effects of common errors on sealing ability of total- etch adhesives. *Dent Mater.* 2006; 22 (6): 560- 8.
- 13- Holmes RG, Rueggeberg FA, Callan RS, Caughman F, Chan DCN, Pashley DH, *et al.* Effect of solvent type and content on monomer conversion of a model resin system as a thin film. *Dent Mater.* 2007; 23: 1506– 12
- 14- Ikeda T, De Munck J, Shirai K, Hikita K, Inoue S, Sano H, *et al.* Effect of air-drying and solvent evaporation on the strength of HEMA- rich versus HEMA- free one- step adhesives. *Dent Mater.* 2008; 24: 1316- 23.
- 15- Maciel KT, Carvalho RM, Ringle RD, Preston CD, Russell CM, Pashley DH. The effects of acetone, ethanol, HEMA, and air on the stiffness of human decalcified dentin matrix. *J Dent Res.* 1996; 75(11): 1851-58.
- 16- Marchesi G, Navarra CO, Cadenaro M, Carrilho MR, Codan B, Sergio V, *et al.* The effect of ageing on the elastic modulus and degree of conversion of two multistep adhesive systems. *Eur J Oral Sci.* 2010; 118:304- 10.

- 17- Marshall SJ, Bayne SC, Baier R, Tomsia AP, Marshall GW. A review of adhesion science. *Dent Mater.* 2010; 26: 11–16.
- 18- Pashley EL, Zhang Y, Lockwood, PE, Rueggeberg FA &Pashley DH. Effects of HEMA on water evaporation from water- HEMA mixtures. *Dent Mater.* 1998; 14(1): 6-10.
- 19- Peutzfeldt A. Resins composites in dentistry: the monomers systems. *Eur J Oral Sci.* 1997; 105: 97- 116.
- 20- Reis A, Klein-Júnior CA, Accorinte MLR, Grande RHM, dos Santos CB, Loguercio AD. Effects of adhesive temperature on the early and 6-month dentin bonding. *J Dent.* 2009; 37: 791 – 98.
- 21- Rode KM, Kawano Y, Turbino ML. Evaluation of curing light distance on resin composite microhardness and polymerization. *Oper Dent.* 2007; 32(6): 571- 78.
- 22- Tay FR, Pashley DH, Suh BI, Carvalho RM, Itthagarun A. Single- step adhesives are permeable membranes. *J Dent.* 2002a; 30 (7- 8): 371- 82.
- 23- Tay FR, Pashley DH, Yoshiyama M. Two modes of nanoleakage expression in single-step adhesives. *J Dent.* 2002b; 81(7): 472- 6.
- 24- Tay FR, Pashley DH. Have dentin adhesives become too hydrophilic? *J Can Dent Assoc.* 2003; 69: 724-731
- 25- Van Landuyt KL, Snauwaert J, De Munck J, Peumans M, Yoshida Y, Poitevin A, *et al.* Systematic review of the chemical composition of contemporary dental adhesives. *Biomater.* 2007; 28: 3757- 85.
- 26- Van Meerbeek B, De Munck J, Yoshida Y, Inoue S, Vargas M, Vijay P, *et al.* Buonocore memorial lecture. Adhesion to enamel and dentin: current status and future challenges. *Oper Dent.* 2003; 28: 215- 35.

27- Yiu CK, Pashley EL, Hiraishi N, King NM, Goracci C, Ferrari M, *et al.* Solvent and water retention in dental adhesive blends after evaporation. *Biomat.* 2005; 26(34): 6863-72.

ANEXOS

Anexo 1- MSDS dos sistemas adesivos utilizados

1.1 Excite

EU Safety Data Sheet

Excite



Date of issue / Reference	27.10.2006	licasa
Replaces version of	30.03.2005	hot
Date of printing	27.10.2006	Sheet No. 1348

Page 1 of 5

Company Ivoclar Vivadent AG, Bendererstrasse 2, FL - 9494 Schaan
Principality of Liechtenstein

1 Commercial product name and supplier

1.1 Commercial product name / Designation	Excite
1.2 Application / Use	Bonding agent
1.3 Producer	Ivoclar Vivadent AG, Bendererstrasse 2, FL - 9494 Schaan Fürstentum Liechtenstein
1.4 Supplier	
1.5 TOX emergency number	Emergency-Call: +423 / 235 35 35 or 373 40 40 Ivoclar Vivadent AG, FL-9494 Schaan, Liechtenstein

2 Composition

2.1 Chemical characterization	Mixture of dimethacrylates, alcohol, phosphonic acid acrylate, HEMA (hydroxyethyl methacrylate), SiO ₂ , initiators and stabilizers
2.2 Hazardous components	
	CAS No. 223681-84-3 < 11 % Phosphonic acid acrylate Xi: Irritant. R43: May cause sensitisation by skin contact. R36/38: Irritating to eyes and skin.
	CAS No. 868-77-7 < 15 % HEMA Xi: Irritant. R43: May cause sensitisation by skin contact. R36/38: Irritating to eyes and skin.
	< 53 % Dimethacrylates (CAS-No. 1565-94-2; 1830-78-0; 72869-86-4)
	CAS No. 64-17-5 < 20 % Alcohol F: Highly flammable. R11: Highly flammable.
2.3 Further information	None.

1.2 AdperTMSingle Bond 2

=====

Ficha de Informações de Segurança de Produtos Químicos

=====

No. do Documento : 18-9027-6 Data da Publicação : 12/05/2008
Versão : 4,00 Substitui : 04/05/2007
Estado Documento : Publicado

Esta Ficha de Segurança foi preparada pelo Departamento de Toxicologia da 3M do Brasil Ltda.

Fone : 0800 0132333

Fax : (19) 3838-7715

1 IDENTIFICAÇÃO DA EMPRESA E DO PRODUTO

3M DO BRASIL LTDA.

Via Anhanguera, km 110

Sumaré - SP

13181-900

Fone: 0800 0132333

Fax : (19) 3838-7715

Fone de Emergência : (19) 3838-7000 (24 horas)

Nome Comercial do Produto

3M(TM) ESPE(TM) ADPER(TM) SINGLE BOND 2

Código 3M de Identificação do Produto

70-2010-3677-2, H0-0022-9604-6, H0-0023-2183-6, H0-0023-2779-1,

70-2010-3787-9, 70-2010-5196-1

Departamento

3M ESPE PRODUTOS DENTÁRIOS

Uso Previsto para o Produto

Produto Dentário.

Limitações ao Uso do Produto

O uso é limitado a profissionais da área de odontologia.

2 COMPOSIÇÃO E INFORMAÇÃO SOBRE OS INGREDIENTES

Nome do Componente	No. CAS	Porcentagem
ÁLCOOL ETÍLICO	64-17-5	25 -35
Símbolos e Frases de Risco: EU-Adaptação 21 (F; R:11)		
BISMETACRILATO DE (1-METILETILIDENO) BIS[4,1-FENILENOXI (2-HIDROXI-3,1-PROPANODIIL)]	1565-94-2	10 -20
Símbolos e Frases de Risco: EU-Classificação 3M (Xi; R:36-37-38-43)		
SÍLICA TRATADA COM SILÍCIO	Sem No. CAS	10 -20
METACRILATO DE 2-HIDROXIETILA	868-77-9	5 -15
Símbolos e Frases de Risco: EU-Adaptação 21 (Xi; R:36-38-43)		
1,3-DIMETACRILATO GLICEROL	1830-78-0	5 -10
Símbolos e Frases de Risco: EU-Classificado 3M (Xi; R:36-37-38-43)		
COPOLÍMERO DO ÁCIDO ACRÍLICO E ITACÔNICO	25948-33-8	5 -10
DIURETANO DIMETACRILATO	72869-86-4	1 - 5
Símbolos e Frases de Risco: EU-Classificação fornecedor (R:52/53)		
ÁGUA	7732-18-5	< 5

Anexo 2- Descrição do equipamento para aquecimento de ar

O equipamento se trata de um dispositivo portátil para aquecimento de ar (Figura 3 A) apresenta pressão (5psi) e vazão de ar (15 l/min) ejetadas controladas e constantes na saída do dispositivo (Figura 3 B). O equipamento apresenta conexão com mangueira de material com baixo coeficiente de dilatação, conexão para rede de ar comprimido, montado em gabinete compacto com chave liga – desliga. Para indicação do acionamento das temperaturas de $40 \pm 1^\circ\text{C}$ (aquecido) ou $23 \pm 1^\circ\text{C}$ (ambiente), apresenta lâmpadas piloto indicativas. A temperatura de saída do jato de ar quente é de, aproximadamente, 100°C , prevendo a perda de temperatura ao longo da mangueira. Para o aquecimento do ar, o dispositivo apresenta uma serpentina e conexão à rede elétrica. Além disso, sua potência é controlada, a fim de fornecer jato de ar à temperatura constante.

