

**ESCOLA BAHIANA DE MEDICINA E SAÚDE PÚBLICA**  
**PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ODONTOLOGIA**  
**ÁREA DE CONCENTRAÇÃO: CLÍNICA ODONTOLÓGICA**

**EFEITO DA AGITAÇÃO E TEMPERATURA DE ARMAZENAMENTO NA  
SORÇÃO DE ÁGUA E SOLUBILIDADE DE SISTEMAS ADESIVOS**

**Saryta Argolo Souza Amaral**

**Orientadora: Profa. Dra. Andrea Nóbrega Cavalcanti**

**SALVADOR**

**2012**

**SARYTA ARGOLO SOUZA AMARAL**

**EFEITO DA AGITAÇÃO E TEMPERATURA DE ARMAZENAMENTO NA  
SORÇÃO DE ÁGUA E SOLUBILIDADE DE SISTEMAS ADESIVOS**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-graduação em Odontologia como requisito parcial para a obtenção do título de Mestre em Clínica Odontológica.

**Orientadora: Profa. Dra. Andrea Nóbrega Cavalcanti**

**Co-Orientadora: Profa. Dra. Paula Mathias**

**SALVADOR**

**2012**

SARYTA ARGOLO SOUZA AMARAL

EFEITO DA AGITAÇÃO E TEMPERATURA DE ARMAZENAMENTO NA SORÇÃO DE  
ÁGUA E SOLUBILIDADE DE SISTEMAS ADESIVOS

Comissão Julgadora:

Dra. Andrea Nóbrega Cavalcanti

Doutora em Clínica Odontológica pela Universidade Estadual de Campinas (UNICAMP);  
Professora Adjunta da Escola Bahiana de Medicina e Saúde Pública (EBMSP).

Dr. Francisco Xavier Paranhos Coêlho Simões

Doutor em Odontopediatria pela Universidade de São Paulo (USP);  
Professor Adjunto da Escola Bahiana de Medicina e Saúde Pública (EBMSP) e  
Universidade Estadual do Sudoeste Baiano (UESB).

Dra. Denise Cerqueira Oliveira

Doutora em Dentística pela Universidade de São Paulo (USP);  
Professora Titular da Universidade Estadual de Feira de Santana (UEFS).

Dra. Paula Mathias

Doutora em Clínica Odontológica pela Universidade Estadual de Campinas (UNICAMP);  
Professora Associada da Universidade Federal da Bahia (UFBA).

Membro suplente

Dr. Leonardo Gonçalves Cunha

Doutor em Materiais Dentários pela Universidade Estadual de Campinas (UNICAMP);  
Professor Adjunto da Universidade Federal da Bahia (UFBA).

**SALVADOR**

**2012**

**INSTITUIÇÃO ENVOLVIDA**



**ESCOLA BAHIANA DE MEDICINA E SAÚDE PÚBLICA**

## Dedicatória

Dedico este trabalho, aos meus pais, **Anselmo e Leide**,  
fonte de inspiração e exemplo de esforço e dedicação,  
e ao meu esposo, **Bruno Amaral**, companheiro de  
todos os momentos.

## Agradecimentos

Primeiramente à DEUS, pelo dom da vida e por me guiar nos momentos mais difíceis dessa caminhada.

À minha família, em especial, meus pais, Anselmo e Leide, que sempre com muita dificuldade me deram a oportunidade de crescer na vida como pessoa e como profissional, e à minha irmã, Polyana, pela união e amizade, e por estar sempre presente em minha vida.

Agradeço ao meu marido, Bruno Amaral, que esteve ao meu lado nos últimos anos, dedicando amor, carinho e compreensão. Obrigada por tudo!

À minha querida orientadora, Profa. Dra. Andrea Cavalcanti, pelo conhecimento transmitido e pela atenção demonstrada ao longo deste trabalho. Tenho você Dea, como uma amiga, uma pessoa de caráter, bom senso e honestidade, que levo como exemplo para toda a vida. Serei sempre grata por tudo o que você me proporcionou. Meus sinceros agradecimentos!!

À minha co-orientadora Profa. Dra. Paula Mathias, por sua inestimável ajuda e dedicação a este trabalho.

À Escola Bahiana de Medicina e Saúde Pública (EBMSP), representada pelo diretor da faculdade de Odontologia, Prof. Dr. Urbino Tunes, pela oportunidade da realização deste curso de Pós-Graduação.

Agradecimento aos Professores Doutores da banca de qualificação Luis Gustavo Cavalcanti e Thaianie Aguiar, por contribuírem de maneira expressiva na finalização deste estudo.

Agradecimento ao Professor Dr. Adriano Lima da Universidade de Piracicaba por ter contribuído ativamente neste trabalho.

Agradecimento a Professora Céres Fontes, Titular da Área Materiais Dentários, da Faculdade de Odontologia, da Universidade Federal da Bahia, cujo conhecimento, e ajuda na liberação do laboratório para o estudo foram imprescindíveis.

À funcionária do laboratório de pré-clínico da EBMSP, Flor Denise, pela ajuda indispensável em todos os momentos que era solicitada.

Às colegas Sara, Poliana e Lívia pela atenção, prontidão e carinho e principalmente pela ajuda no manuseio da balança anatômica.

Às colegas de curso, Ana Luísa, Camila, Cristal, Íris, Kariza e Renata, por todos os momentos vividos, pelas conversas, pelas risadas e pela grande amizade.

## Epígrafe

**“Não sei se a vida é curta ou longa para nós, mas sei que nada do que vivemos tem sentido, se  
não tocarmos o coração das pessoas.**

**Muitas vezes basta ser: colo que acolhe, braço que envolve, palavra que conforta, silêncio que  
respeita, alegria que contagia, lágrima que corre, olhar que acaricia, desejo que sacia, amor que  
promove.**

**E isso não é coisa de outro mundo, é o que dá sentido à vida. É o que faz com que ela não seja  
nem curta, nem longa demais, mas que seja intensa, verdadeira, pura enquanto durar. Feliz  
aquele que transfere o que sabe e aprende o que ensina”**

*Cora Coralina*

**LISTA DE TABELAS E GRÁFICOS****Manuscrito 2:**

Quadro 1- Materiais, composição e lote dos materiais utilizados.....	45
Quadro 2- Distribuição dos grupos experimentais.....	45
Tabela 1 - Média (desvio-padrão) dos valores de sorção de água.....	48
Tabela 2 - Média (desvio-padrão) dos valores de solubilidade.....	49

**ANEXOS**

ANEXO A- Carta de aceite da Revista Dental Press de Estética.....	59
ANEXO B- Apresentação fotográfica da metodologia do estudo.....	60

## SUMÁRIO

<b>INTRODUÇÃO</b> .....	<b>11</b>
<b>OBJETIVOS</b> .....	<b>15</b>
<b>MANUSCRITO I</b> .....	<b>16</b>
<b>RESUMO</b> .....	<b>17</b>
<b>1 INTRODUÇÃO</b> .....	<b>18</b>
<b>2 REVISÃO DA LITERATURA</b> .....	<b>19</b>
<b>2.1 ADESÃO AOS SUBSTRATOS DENTÁRIOS</b> .....	<b>19</b>
<b>2.1.2 SMEAR LAYER (CAMADA DE ESFREGAÇO)</b> .....	<b>20</b>
<b>2.1.3 SISTEMAS ADESIVOS</b> .....	<b>22</b>
<b>2.2 FATORES RELACIONADOS À TÉCNICA DE APLICAÇÃO QUE PODEM INTERFERIR NA ADESÃO AOS TECIDOS DENTÁRIOS</b> .....	<b>25</b>
<b>2.2.1 CONDIÇÃO DE ARMAZENAMENTO DO SISTEMA ADESIVO</b> .....	<b>25</b>
<b>2.2.2 UMIDADE INTRAORAL E EXTRAORAL</b> .....	<b>26</b>
<b>2.2.3 FORMA DE APLICAÇÃO DO SISTEMA ADESIVO NAS PAREDES CAVITÁRIAS</b> .....	<b>28</b>
<b>2.2.4 MÉTODOS DE EVAPORAÇÃO DO SOLVENTE</b> .....	<b>29</b>
<b>2.2.5 EFETIVIDADE DA FONTE DE FOTOATIVAÇÃO</b> .....	<b>30</b>
<b>3 CONSIDERAÇÕES FINAIS</b> .....	<b>31</b>
<b>ABSTRACT</b> .....	<b>33</b>
<b>REFERÊNCIAS</b> .....	<b>34</b>
<b>MANUSCRITO II</b> .....	<b>40</b>
<b>RESUMO</b> .....	<b>41</b>
<b>1 INTRODUÇÃO</b> .....	<b>42</b>
<b>2 MATERIAIS E MÉTODO</b> .....	<b>44</b>
<b>2.1 AMBIENTE DE TRABALHO</b> .....	<b>44</b>
<b>2.2 PREPARAÇÃO DA AMOSTRA</b> .....	<b>44</b>
<b>2.2.1 TEMPERATURA DE ARMAZENAMENTO DO FRASCO DE SISTEMA ADESIVO</b> .....	<b>46</b>
<b>2.2.2 AGITAÇÃO MECÂNICA DO FRASCO PREVIAMENTE À APLICAÇÃO</b> .....	<b>46</b>
<b>2.3 AVALIAÇÃO DA PERDA/GANHO DE MASSA: SORÇÃO DE ÁGUA E SOLUBILIDADE</b> .....	<b>46</b>
<b>3 RESULTADOS</b> .....	<b>47</b>
<b>4 DISCUSSÃO</b> .....	<b>49</b>
<b>5 CONCLUSÃO</b> .....	<b>53</b>
<b>ABSTRACT</b> .....	<b>55</b>
<b>REFERÊNCIAS</b> .....	<b>56</b>

## INTRODUÇÃO

Antes do advento do condicionamento ácido de esmalte<sup>R10</sup> e de dentina<sup>P2</sup> e do desenvolvimento dos sistemas adesivos dentinários, a restauração de cavidades era realizada às custas de retenções macromecânicas<sup>P3</sup>, o que limitava a preservação de tecido dental sadio, devido à necessidade da adequação das cavidades em extensão e profundidade, atribuindo forma de retenção aos preparos<sup>P3</sup>. A ampliação da utilização dos agentes de união possibilitou modificações na prática odontológica, conferindo grande impulso para o início da era adesiva. Embora seu uso seja essencial e seguro no exercício de abordagens restauradoras conservativas<sup>R33</sup>, o sucesso da técnica adesiva demorou quase meio século para se consolidar.

O princípio fundamental de adesão aos tecidos dentais baseia-se em um processo de troca, no qual material inorgânico é substituído por componentes resinosos. Este processo envolve duas etapas: a primeira consiste na remoção de minerais do substrato (fosfato de cálcio) para criação de microporosidades; a segunda, também chamada de fase de hibridização, envolve a infiltração e polimerização de monômeros resinosos nas porosidades criadas<sup>R11,P4</sup>.

Os sistemas adesivos dentais podem ser considerados como complexa mistura de componentes, tais como monômeros hidrófilos e hidrófobos de diferentes pesos moleculares e viscosidades, solventes orgânicos, iniciadores e inibidores de polimerização e, às vezes, partículas de carga. O solvente atua na dissolução dos monômeros resinosos, aumentando sua capacidade de difusão por entre as porosidades criadas no esmalte e na dentina. Água, etanol e acetona são os solventes mais comumente utilizados na formulação dos adesivos, devido ao seu baixo custo, ampla disponibilidade e boa compatibilidade<sup>R43</sup>.

Os monômeros hidrófilos permitem que o adesivo seja compatível com a umidade natural da dentina, porém, conferem ao material maior sorção de água, o que pode ser prejudicial para sua estabilidade ao longo do tempo<sup>R4,30</sup>. Os monômeros hidrófobos apresentam maior peso molecular e são mais viscosos, por isso conferem maior resistência mecânica e estabilidade ao produto. Idealmente, os adesivos dentais deveriam ser formulações a base de monômeros hidrófobos, sem aditivos como solventes e água, o que conferiria maior resistência à degradação hidrolítica, não comprometendo a longevidade clínica do material. No entanto, devido à necessidade de que o adesivo penetre pelas minúsculas porosidades criadas na

estrutura mineralizada do dente durante a hibridização, diluentes resinosos hidrófilos e solventes são adicionados à composição<sup>R4,28,30</sup>.

Nos sistemas adesivos convencionais, o condicionamento ácido das estruturas dentárias é realizado antes da aplicação do sistema adesivo propriamente dito<sup>R31</sup>. Assim, durante a hibridização dos tecidos dentais com adesivos sob a técnica úmida de adesão, cabe aos solventes orgânicos a função de promover a desidratação química do substrato, de tal forma que os monômeros resinosos possam ocupar os espaços previamente preenchidos pela água<sup>R15</sup>. Entretanto, à medida que a mistura de solvente e água evapora, ocorre um aumento proporcional da concentração de monômeros resinosos na mistura, reduzindo a capacidade de evaporação tanto dos solventes como da água presentes no tecido dental, em função da gradativa redução na pressão de vapor desses fluidos<sup>R13,P4,14,15</sup>. Por isso, a pressão de vapor apresentada por cada tipo de solvente deve determinar a técnica de aplicação do sistema adesivo, e, em especial, o tempo de espera necessário para que o solvente execute sua função e evapore, mantendo as boas propriedades da camada de adesivo<sup>R32</sup>.

Na simplificação de passos operatórios dos sistemas adesivos convencionais, houve o emprego de maior quantidade de solventes e diluentes nestes sistemas de frasco único, para que a alta viscosidade presente nos monômeros hidrófobos seja diminuída, e estes sistemas possam responder pela melhora na resistência adesiva<sup>R43</sup>. Em decorrência, resíduos de solvente e água podem remanescer no interior do substrato desmineralizado, comprometendo a conversão dos monômeros e contribuindo com a formação de polímeros frágeis e permeáveis<sup>R14,28,30</sup>, com restrita capacidade de selar e proteger a tecido dental sadio remanescente<sup>P19</sup>.

A redução do número de passos torna os materiais mais hidrófilos e, assim, mais susceptíveis à degradação hidrolítica em meio ambiente bucal. Estudos de ultramorfolgia apresentam evidências estruturais de degradação da união dente-resina quando esta se encontra armazenada em ambiente aquoso por longos períodos de tempo<sup>R7,47</sup>. Aparentemente, a hidrólise e posterior lixiviação dos componentes resinosos da camada híbrida e da camada de adesivo sejam as possíveis causas desta degradação<sup>R30,P41</sup>. Além das características relacionadas ao material, o processo de adesão pode ser diretamente influenciado pela execução do procedimento que, contém etapas de difícil controle e padronização para a

prática clínica. Por exemplo, a alteração da temperatura podem permitir mudanças na mobilidade molecular e viscosidade do material, influenciando na reatividade do monômero, tamanho das cadeias e no grau de ligações cruzadas, o que pode levar à formação de polímeros com propriedades físicas e mecânicas diferenciadas<sup>R58</sup>. Segundo Reis *et al* em 2006<sup>R68</sup>, fatores como a viscosidade do adesivo e o colapso da malha de fibrilas colágenas podem dificultar a infiltração do agente de união por entre as estruturas de colágeno.

Muitos estudos propõem alterações na forma de aplicação dos sistemas adesivos, objetivando elevar ao máximo as propriedades mecânicas e diminuir a degradação do polímero formado<sup>R30,58,63,64</sup>. A aplicação ativa do agente de união tem como objetivo favorecer a evaporação do solvente, além de garantir melhor difusão dos monômeros nas zonas de fibras colágenas expostas após condicionamento ácido, o que por sua vez garante melhor desempenho em curto prazo<sup>P22</sup>. Outra possibilidade para alterar a viscosidade do sistema adesivo, porém de forma padronizada e isenta da variabilidade do operador, seria a agitação mecânica do frasco de sistema adesivo. No entanto, ainda não existem evidências científicas a respeito da eficácia deste método.

Diante do exposto, este trabalho tem como objetivo reunir evidências a respeito do efeito de fatores relacionados à técnica de aplicação sobre as propriedades de agentes de união; e investigar o efeito da temperatura e da prévia agitação do frasco de sistemas adesivos convencionais simplificados na sua perda de massa e resistência coesiva. Este estudo torna-se relevante por procurar definir circunstâncias nas quais sistemas adesivos convencionais simplificados possam potencializar sua capacidade de união, obtendo melhor desempenho clínico quando aplicados ao substrato dental.

Este trabalho consiste em uma dissertação de Mestrado com área de concentração em Clínica Odontológica, apresentado ao Programa de Pós Graduação em Odontologia da Escola Bahiana de Medicina e Saúde Pública, intitulado: Efeito da agitação e temperatura de armazenamento na perda de massa e resistência coesiva de sistemas adesivos. A primeira parte do trabalho é uma revisão da literatura do tema proposto sob a forma de Manuscrito I e é intitulada: Interferência de fatores relacionados à técnica de aplicação sobre as propriedades dos agentes de união. A segunda parte do trabalho trata-se de um estudo experimental *in vitro*, que teve como objetivo avaliar o efeito da agitação e da temperatura em sistemas adesivos

convencionais simplificados na perda\ganho de massa. Esta parte, portanto, corresponde à dissertação propriamente dita com informações sobre metodologia, resultados obtidos, discussão e conclusão do estudo realizado.

R e P: citações das referências do manuscrito 1 estão precedidas pela letra R e as citações das referências do manuscrito 2 serão precedidas pela letra P.

## **OBJETIVOS**

- ✓ Revisar na literatura fatores que afetam a camada de adesivo, e ampliar o conhecimento sobre os sistemas adesivos bem como seus mecanismos de união com os substratos dentários;
- ✓ Relacionar o aumento da sorção de água e solubilidade em função do tipo de sistema adesivo, da temperatura de armazenamento do frasco e da agitação mecânica previamente à aplicação.

## **MANUSCRITO I**

**Interferência de fatores relacionados à técnica de aplicação sobre  
as propriedades dos agentes de união**

## RESUMO

**OBJETIVO:** Analisar o estado atual dos sistemas adesivos bem como seus mecanismos de adesão aos substratos dentários; e revisar, na literatura, os fatores relacionados à técnica de aplicação que podem interferir na efetividade destes agentes de união. **MÉTODOS:** Efetuou-se uma busca de artigos em bases de dados computarizadas, utilizando MEDLINE, MEDLINE In-Process & Other Non-Indexed Citations, EMBASE, Web of Science e LILACS. As palavras chave utilizadas na busca foram sistemas adesivos; solvente; temperatura e formas de aplicação. A seleção inicial de estudos potenciais foi determinada pela leitura dos títulos e resumos de cada artigo identificado. A seleção final dos artigos foi realizada pelos autores depois da obtenção e leitura dos artigos completos. **RESULTADOS:** Segundo a análise crítica dos artigos selecionados, observa-se que os avanços ocorridos na odontologia restauradora, em função da técnica de hibridização dos tecidos dentais, são evidentes, no entanto, a durabilidade da união ao substrato dentário têm sido questionada em função de sinais precoces de falhas relacionadas às propriedades do agente de união. Evidências sugerem que fatores relacionados à técnica de aplicação podem ter importante papel no desempenho dos agentes de união, destacando-se: o controle da umidade intraoral, a temperatura do frasco, o método de aplicação do sistema, o método de evaporação do solvente e a técnica de fotoativação. **CONCLUSÃO:** Diante da diversidade dos fatores que podem interferir no desempenho do processo adesivo, faz-se necessário conhecer a fisiologia do substrato e os protocolos de aplicação clínica para o sucesso e durabilidade das ligações adesivas.

Palavras-Chave: Adesivos, união dental, solventes, evaporação.

## 1 INTRODUÇÃO

A adesão em Odontologia tem evoluído muito nos últimos tempos, devido a ênfase dada aos procedimentos estéticos, representados principalmente pelas restaurações diretas em resina composta. A união dos materiais restauradores à estrutura dental é mediada e intermediada pelo sistema adesivo<sup>1</sup>.

Os sistemas adesivos atuais possuem distintos mecanismos de união aos substratos dentários. Enquanto os agentes convencionais atuam sobre substratos previamente desmineralizados pelo condicionamento com ácido fosfórico, os sistemas autocondicionantes agem por meio do simultâneo condicionamento, desmineralização e infiltração nos tecidos dentais<sup>2</sup>. Tanto sistemas convencionais quanto autocondicionantes apresentam versões simplificadas da técnica de aplicação, onde há redução do número de passos operatórios.

Os agentes de união constituem uma mistura de monômeros resinosos hidrófilos e hidrófobos, geralmente dissolvidos em solventes voláteis, como acetona e etanol, podendo ainda conter água<sup>3</sup>. Enquanto os monômeros resinosos são responsáveis pela formação da camada híbrida e copolimerização com o compósito restaurador, os solventes respondem pela fluidez da solução e pelo deslocamento da água presente na superfície desmineralizada, facilitando, desta forma, a infiltração da mistura monomérica nos espaços microscópicos criados na estrutura dental após seu condicionamento<sup>4</sup>. A composição dos diferentes sistemas adesivos, seu mecanismo de ação nos substratos dentinários e a forma de aplicação clínica, constituem-se tópicos fundamentais para o sucesso e durabilidade das ligações adesivas.

Apesar da constante evolução dos agentes de união, avaliações longitudinais de restaurações adesivas frequentemente observam sinais precoces de falhas, tais como recorrência de lesões de cárie, sensibilidade pós-operatória, descoloração das margens - infiltração e fratura de bordas, indicando a fragilidade da interface de união formada pelos sistemas adesivos e os substratos dentais<sup>5-8</sup>.

É sabido que a ação dos sistemas adesivos é diretamente influenciada pelas características do substrato<sup>9</sup>, porém o sucesso clínico pode também depender de fatores sensíveis ao seu complexo método de utilização, como a condição de armazenamento dos frascos de adesivo, o grau de umidade intraoral, a forma de aplicação nas paredes cavitárias, a evaporação correta do solvente nas superfícies e a intensidade de luz emitida pela unidade de polimerização<sup>6</sup>. Assim, este trabalho tem por objetivo revisar a literatura sobre fatores relacionados à técnica

de aplicação dos sistemas adesivos que podem afetar a durabilidade da união, e proporcionar melhor conhecimento sobre esses agentes de união e seus mecanismos de adesão com os substratos dentários.

## **2 REVISÃO DA LITERATURA**

### **2.1 Adesão aos substratos dentários**

O mecanismo básico de união dos materiais restauradores estéticos aos tecidos dentários, condicionado por ácidos, ocorre fundamentalmente por um processo de troca, o qual envolve a substituição dos minerais removidos dos tecidos dentais duros por monômeros resinosos, que se infiltram e são polimerizados nas porosidades criadas, promovendo uma adesão micromecânica<sup>10-13</sup>. No entanto, o sucesso clínico das restaurações depende da efetividade e durabilidade dessa interface de união, o que torna necessário o conhecimento sobre os tecidos dentários nos quais os sistemas adesivos serão aplicados e o mecanismo pelo qual ocorre esta união<sup>1</sup>.

#### **2.1.1 Esmalte e dentina**

O esmalte dental é um tecido altamente mineralizado, poroso, de estrutura basicamente prismática. É constituído por 96% de material inorgânico, sendo formada por fosfato de cálcio na forma de hidroapatita, 3% água e 1% de material orgânico, que consiste principalmente de proteínas<sup>14</sup>.

O adesivo dentário por sua vez, penetra nas irregularidades formadas pela dissolução seletiva dos cristais de hidroxiapatita promovida pelo condicionamento ácido do esmalte<sup>14</sup>. Ao escoar e se polimerizar, ocupam o espaço nos prismas, formando os prolongamentos resinosos. A infiltração e polimerização dos adesivos dentários no interior dessas irregularidades são responsáveis pela alta retentividade das restaurações de resina composta ao esmalte<sup>1</sup>.

Já a dentina é um tecido duro, elástico e avascular que envolve a câmara pulpar. É composta por 70% de substâncias inorgânicas (hidroxiapatita), 20% de substância orgânica (colágeno) e 10% de água o que a caracteriza como um substrato heterogêneo<sup>14,15</sup> com alterações fisiológicas e patológicas que tornam o mecanismo de adesão mais complexo. Além disso, a dentina caracteriza-se pela presença de múltiplos túbulos dentinários, preenchidos pelo fluido dentinário, dispostos muito próximos e que se estendem desde a junção amelodentinária até a polpa, tornando-a um substrato naturalmente úmido. Os túbulos são uma das características

mais marcantes da dentina, e a permeabilidade deste tecido é uma consequência direta de sua presença<sup>16</sup>.

A dentina pode ser classificada de acordo com sua localização, estrutura, característica da matriz e modificações que sofre em resposta a diferentes estímulos. As variações morfológicas mais comumente encontradas em dentina são: dentina esclerótica, dentina terciária reacional, dentina terciária reparativa e dentina afetada por cárie<sup>17</sup>. Todas essas variações regionais relacionadas à atividade fisiológica ou na presença de cárie se refletem em um tecido com características complexas e individuais, de acordo com a constituição e disposição dos túbulos, o que pode determinar alterações significantes nas diversas propriedades desse tecido, que funciona como um substrato para adesão<sup>2,18,19</sup>, e, portanto, na sua interação com os sistemas adesivos.

Já é estabelecida a dificuldade adesiva na esclerose dentinária<sup>20</sup>. A dentina esclerosada difere dos outros tipos de dentina por apresentar o lúmen tubular ocluído, isto ocorre devido à deposição de minerais da saliva em locais em que a dentina se encontra exposta ao meio bucal (áreas de retração gengival, fraturas de dente ou interface dente-restauração) ou à formação de dentina esclerótica em virtude de algum trauma ou lesão cariosa crônica e que se encontra mais próxima à polpa. Esses depósitos de minerais ou a produção de dentina esclerótica levam a um aumento da dureza do tecido e induzem alterações nas suas características ópticas, conferindo à estrutura uma aparência lisa e vítrea. Essas alterações estruturais e variações morfológicas dentinárias também podem determinar uma redução da qualidade adesiva do substrato dentinário<sup>21</sup>.

### **2.1.2 *Smear layer* (camada de esfregaço)**

Os sistemas adesivos atuais interagem com os tecidos dentários via dois mecanismos, os quais diferem, entre outros aspectos, quanto ao tratamento da *smear layer*. O primeiro mecanismo envolve a remoção completa da *smear layer* (sistemas convencionais), enquanto no outro, essa estrutura é mantida como substrato para adesão (sistemas autocondicionantes)<sup>1,22</sup>.

O termo *Smear layer* foi definido por Eick, em 1970<sup>23</sup>. A camada de esfregaço é um substrato dinâmico, produzido clinicamente, quando deixados sobre a dentina microfragmentos ou microdetritos decorrentes do preparo cavitário. A *smear layer* é composta basicamente por remanescentes do tecido abrasionado e outros elementos salivares, sangüíneos, óleo lubrificante de canetas e contra-ângulos, dentre outros<sup>24</sup>.

A camada de esfregaço, entretanto, não se deposita de maneira homogênea sobre os tecidos dentais duros. A *smear layer* pode apresentar diferentes espessuras e composições de acordo com a localização do corte e do tipo de instrumento utilizado, sendo responsável pela diminuição de energia de superfície da estrutura dental. Uma *smear layer* espessa pode se tornar uma barreira impermeável para os materiais autocondicionantes, ou ainda neutralizar sua acidez através da ação tamponante de seus componentes. Estes fatores impedem a progressão do material em profundidade através da *smear layer* e conseqüentemente, diminui a capacidade de penetração do material autocondicionante no substrato dentinário subjacente<sup>24,25</sup>.

Em 2006, Martins *et al*<sup>26</sup> ao avaliar, por meio de microscopia eletrônica de varredura (MEV), o padrão de condicionamento da dentina, sem tratamento prévio, tratados com ácido fosfórico à 37% (sistema adesivo convencional), ou tratados com sistema adesivo autocondicionante (Clearfil Liner Bond 2), variando-se o instrumento para preparo (ponta diamantada, broca carbide e ponta de ultra-som), concluíram que quando utilizado o ácido fosfórico à 37% para condicionamento seguido do passo de lavagem, remove-se toda quantidade de *smear layer* além de alargar a embocadura dos túbulos dentinários; desta forma tem-se superfícies idênticas, independentemente da instrumentação utilizada. Em contrapartida, para os sistemas autocondicionantes, a forma de preparo da dentina influencia na remoção da *smear layer*. Os autores identificaram que quando realizado o preparo com ponta diamantada, por formar maior espessura de *smear layer*, a qualidade do condicionamento é inferior e, portanto o processo de adesão torna-se prejudicado, para os sistema autocondicionante Clearfil Liner Bond 2.

Esses achados corroboram os de Kenshima *et al*, que em 2006<sup>27</sup> avaliaram a qualidade dos *tags* de resina e da camada híbrida formada após condicionamento com adesivos convencionais e autocondicionantes de diferentes graus de acidez, aplicados sobre *smear layer* espessa e delgada. Os resultados mostraram que a *smear layer* espessa não foi totalmente removida pelo *primer* autocondicionante. Portanto, o adesivo convencional formou camada híbrida mais espessa e foi o único adesivo que produziu *tags* resinosos com mais alta densidade e distribuição uniforme ao longo da superfície da dentina, independentemente da espessura da *smear layer*.

### 2.1.3 Sistemas adesivos

Os sistemas adesivos são responsáveis por produzir a união do material restaurador às estruturas dentais. São materiais odontológicos que combinam monômeros resinosos de diferentes pesos moleculares e viscosidades, diluentes resinosos e solventes (acetona, etanol ou água)<sup>4</sup>.

Os monômeros resinosos presentes no agente de união podem ser hidrófilos e hidrófobos<sup>4</sup>. Os monômeros hidrófilos como HEMA (2-hidroxietilmetacrilato) ou o TEGDMA (trietilenoglicol dimetacrilato) permitem que o adesivo seja compatível com a umidade natural do tecido dentinário, principalmente quando a técnica úmida é empregada, porém, conferem ao material maior propensão à sorção de água, o que pode ser prejudicial ao longo do tempo. Os monômeros hidrófobos como o Bis-GMA (bisfenol A glicidilmetacrilato), normalmente de maior peso molecular e mais viscosos, são incorporados para conferir maior resistência mecânica e estabilidade ao material<sup>4,28-30</sup>.

Os solventes são componentes de grande importância na formação da camada híbrida, pois quando aplicados sobre a dentina misturam-se com a água presente no substrato, levando para o íntimo da matriz os monômeros hidrófilos. Posteriormente, auxiliam na promoção de uma desidratação química, onde pelo fenômeno do azeotropismo, misturam-se com a água residual, promovendo sua evaporação<sup>14</sup>. Esta quantidade de umidade residual pode variar a depender da composição do solvente de cada sistema adesivo<sup>4,31</sup>. Reis *et al* em 2003 e 2007<sup>32,33</sup> demonstraram os efeitos dos diferentes graus de umidade para diferentes adesivos convencionais e observaram que bons valores de resistência de união foram obtidos quando a umidade foi individualmente relacionada com o tipo de solvente contido em cada adesivo.

Recentemente, adesivos a base de água, vem sendo desenvolvidos com o objetivo de melhorar a união substrato/adesivo. Manhart e Trumm em 2010<sup>34</sup> ao avaliar *in vitro* a adaptação marginal de adesivos (XP Bond; P&B NT; Optibond Solo Plus; Syntac Classic; Scotchbond 1 XT) em cavidades classe II, concluíram que o adesivo XP Bond (solvente à base de água) mostrou excelente adaptação marginal em esmalte e dentina. Esse resultado corrobora outros estudos, onde o tipo de solvente influencia fortemente na técnica de aplicação de sistemas adesivos<sup>3,35</sup>. Embora os sistemas à base de acetona tenham bom desempenho em dentina úmida, a mesma funciona como carreador de água e pode levar a resultados ruins no enrijecimento da dentina condicionada por ácido. Por outro lado, os sistemas à base de água

não são tão sensíveis no que diz respeito ao teor de umidade da dentina, pois estes apresentam propriedade inerente de reidratação. Contudo, requerem um tempo de evaporação adequado para o solvente, pois a água possui baixa pressão de vapor<sup>35</sup>.

As partículas inorgânicas presentes em alguns materiais adesivos, possuem a finalidade de melhorar as propriedades mecânicas, sendo a sílica a mais utilizada<sup>36,37</sup>. Alguns estudos sugerem que a adição de carga possa proporcionar um aumento da resistência coesiva da camada de adesivo, resultando conseqüentemente em aumento da resistência adesiva<sup>38,39</sup>. A presença de cargas nos adesivos, para Toledano em 2003<sup>40</sup>, forma uma camada intermediária entre a camada híbrida e a restauração de resina e podem estabelecer uma camada uniforme estabilizando positivamente a camada híbrida e resultando em maior força adesiva. Porém, de acordo com Van Landuyt *et al* em 2007<sup>41</sup>, o aumento na porcentagem de carga pode influenciar negativamente a viscosidade dos sistemas adesivos, reduzindo a sua respectiva capacidade de molhamento.

Em 2001 Youssef *et al*<sup>39</sup> analisaram *in vitro* duas marcas de adesivos simplificados (Optisolo - Kerr, com carga, e Single Bond - 3M, sem carga). Os autores afirmaram que uma forma de reduzir a influência da contração de polimerização sobre o adesivo aplicado é a utilização de adesivos com carga, pois diminui-se a formação de fendas na camada híbrida. Neste estudo, os resultados evidenciam que o sistema Optibond Solo, adesivo com carga, foi mais eficiente que o sistema Single Bond, sem carga, aumentando a retenção micromecânica, provavelmente em função de sua maior resistência coesiva.

Os adesivos convencionais são aqueles em que o condicionamento ácido total é aplicado previamente à infiltração dos monômeros resinosos; enquanto que os sistemas autocondicionantes não requerem a aplicação isolada de um ácido para produzir as porosidades no substrato<sup>13,22,42</sup>. Os sistemas adesivos autocondicionantes, portanto, possuem em sua formulação monômeros resinosos ácidos, que simultaneamente desmineralizam e infiltram nos tecidos dentais. Como sua acidez pode ser menor do que a apresentada pelo ácido fosfórico, sua dissolução tende a ser autolimitada, uma vez que o ácido é neutralizado em algum momento pelos íons cálcio e fosfato liberados durante a desmineralização<sup>43</sup>. A *smear layer* é, portanto, incorporada à camada híbrida formando uma camada definida por Busato *et al*<sup>44</sup> como camada de integração. Os sistemas adesivos convencionais, que utilizam o prévio condicionamento com ácido fosfórico, apresentam boa união ao esmalte, porém mostram ainda algumas dificuldades de união à dentina<sup>9</sup>, desta forma, a união adesiva só será

confiável quando executada sob rigoroso controle e um protocolo bem definido e executado. A variação morfofisiológica da dentina é citada como um importante complicador deste processo<sup>2,18,36</sup> sendo que, de acordo com a região do dente, têm-se os diferentes efeitos da presença de fluidos pulparens, variações do grau de calcificação da dentina, número e disposição dos túbulos dentinários<sup>45</sup>. Setien *et al*<sup>46</sup> e Russo *et al*<sup>47</sup> destacaram que a formação de falhas marginais e a subsequente microinfiltração, levam a um problema clínico, especialmente em restaurações classe V, onde a margem cavossuperficial gengival encontra-se em dentina radicular.

Uma das desvantagens dos sistemas adesivos convencionais é a necessidade de se manter a dentina desmineralizada úmida antes da aplicação do adesivo<sup>48</sup>. Sabe-se que a umidade da dentina desmineralizada é um dos fatores que interfere diretamente no sucesso das restaurações estéticas. Para obter a umidade ideal da dentina, deve-se evitar a secagem em demasia das fibrilas colágenas, o que acarretaria no colapamento das mesmas dificultando a penetração do sistema adesivo, ou ainda se deve evitar o excesso de água no substrato, o que obviamente também impediria a penetração do adesivo e prejudicaria a formação da camada híbrida, já que a água seria uma barreira física a esta penetração<sup>4,49</sup>. Esta umidade está relacionada com o tipo de solvente incorporado aos sistemas adesivos, já que se sabe que quanto maior a pressão de vapor deste solvente, maior a umidade necessária para uma adesão eficaz<sup>32</sup>.

A acetona apresenta a menor temperatura de evaporação (56,5°C) e maior pressão de vapor (180mmHg) do que o etanol e a água. Sendo assim, pode provocar o colapso das fibras colágenas, quando usada sobre a dentina seca, requerendo, por isso, atuação sobre a dentina úmida<sup>3,50</sup>. O etanol possui temperatura de evaporação de 78,3°C e pressão de vapor de 43,9mmHg. Quando associado à água, como solvente inorgânico, além da maior estabilidade da solução, a água presente no sistema adesivo pode promover a reidratação das fibras colágenas, impedindo o seu colapso e aumentando a permeação do adesivo<sup>51,52</sup>.

Em geral, os adesivos simplificados atuais são considerados como membranas permeáveis após sua polimerização. Para alguns autores eles não são capazes de conferir um selamento hermético à dentina<sup>7,22,53</sup>. Logo, os fluidos presentes na cavidade bucal passam livremente e de forma lenta, em todos os sentidos, por esta camada<sup>22</sup>. A água, ao se difundir através da camada de adesivo, fica acumulada na interface resina/adesivo, formando bolhas que comprometem a união entre os materiais. Tal permeabilidade vem sendo evidenciada

micromorfológicamente em estudos de nanoinfiltração, que identificam, por meio da infiltração pela prata, finos canais deixados pela passagem de água (“*watertrees*”).<sup>7</sup> A densidade e a quantidade destas “*watertrees*” vêm sendo relacionadas com a redução da resistência adesiva e o aumento da nanoinfiltração<sup>37,54</sup>.

## **2.2 Fatores relacionados à técnica de aplicação que podem interferir na adesão aos tecidos dentários**

### **2.2.1 Condição de armazenamento do sistema adesivo**

Considerando a água, álcool e a acetona como os solventes frequentemente presentes no material adesivo, deve-se considerar que a alteração da temperatura na mistura adesiva, modificará a sua pressão de vapor<sup>4</sup>. Desta forma, com o seu aquecimento ou resfriamento, poderá haver aumento ou redução na evaporação do solvente, respectivamente<sup>55,56</sup>, alterando as propriedades de solução dos monômeros, como viscosidade e grau de conversão, que são parâmetros importantes de eficácia do agente de união<sup>57</sup>.

Atualmente muitos fabricantes recomendam o armazenamento de materiais adesivos em temperatura ambiente, porém altas temperaturas podem ser atingidas quando agentes de união permanecem em locais próximos aos fornos, ou quando expostos a luz direta do sol. Entretanto, muitos profissionais utilizam a prática tradicional de refrigeração de materiais, com intuito de estender sua longevidade. Estudos recentes têm demonstrado que quando os materiais adesivos são levados ao refrigerador e imediatamente utilizados, sem dar tempo para que eles atinjam a temperatura ambiente, sua eficácia é reduzida<sup>57,58</sup>. Isto porque, nesta condição de temperatura, a conversão dos monômeros em polímeros é baixa e há um aumento da viscosidade adesiva, o que pode reduzir a penetração do adesivo em dentina pré-condicionada por ácido, resultando em uma diminuição da resistência de união do polímero formado. De maneira semelhante, vários estudos têm demonstrado menor resistência de união na resina-dentina quando a temperatura é aumentada<sup>57-59</sup>. No entanto, não se pode descartar os benefícios do aumento da temperatura, como melhor mobilidade dos monômeros, resultando em geral, em maior conversão monomérica e melhor viscosidade<sup>57</sup>. Com o aumento da temperatura, os radicais livres e a propagação de polímero em cadeias se tornam mais flexíveis, como resultado da diminuição da viscosidade, resultando em uma mais completa

reação de polimerização. Este aumento na polimerização pode levar a melhores propriedades mecânicas<sup>57</sup>.

Alexandre *et al* em 2008<sup>58</sup> ao avaliarem a influência da temperatura de três sistemas adesivos na união ao esmalte ressaltaram a importância da baixa viscosidade dos sistemas adesivos, devido à adição de solventes e monômeros diluentes, que amplificam a capacidade da volatilização e penetração do agente de união. Neste estudo, a aplicação do sistema adesivo autocondicionante sobre o esmalte, em temperatura ambiente (20°C), promoveu forte união, semelhante aos adesivos convencionais. De maneira semelhante, outros estudos demonstram que a temperatura ambiente parece ser a mais indicada para o bom desempenho clínico dos procedimentos adesivos<sup>57-60</sup>.

Porém, estudos ainda são necessários para avaliar os efeitos da temperatura em adesivos na união adesiva, já que em estudo recente<sup>57</sup>, autores concluíram que os benefícios das alterações de temperatura não são vistos para todos os tipos de adesivos, dependendo, portanto, da composição do material, principalmente do tipo de solvente utilizado. Quando os sistemas adesivos à base de acetona são aquecidos próximos a 50°C, a evaporação rápida do solvente pode ocorrer, porque esta temperatura é muito próxima da temperatura de ebulição da acetona (56,58°C), com isso, pode não haver tempo suficiente para a infiltração dos monômeros resinosos nas fibrilas colágenas, enfraquecendo a rede de polímero. Os resultados deste estudo indicaram ainda que o aumento da temperatura (37°C-50°C) em adesivos à base de água/etanol pode ser uma ferramenta útil para melhorar a qualidade da união resina-dentina, já que nesta temperatura foi obtida uma fina camada adesiva e menor absorção de nitrato de prata, representando assim, menor infiltração.

### **2.2.2 Umidade intraoral e extraoral**

Nos procedimentos adesivos empregando sistemas convencionais, sem dúvida, uma das etapas clínicas mais críticas, é o momento da secagem ao substrato, devido à dificuldade de padronizar o nível de umidade da superfície dentinária para que o processo de união seja satisfatório. Por isto, uma grande vantagem dos sistemas autocondicionantes é a eliminação dessa fase, já que com estes sistemas, a *smear layer* é incorporada à camada híbrida<sup>10</sup>.

Em esmalte, a perda de umidade não demonstra efeito significativo para a força de adesão nem para o selamento<sup>50</sup>. Já a dentina, quando desmineralizada e mantida seca, favorece o colapso das fibras colágenas, com o desaparecimento dos espaços interfibrilares, reduzindo, desta

forma, a penetração dos sistemas adesivos<sup>50</sup>. Por outro lado, o excesso de umidade compete com os monômeros hidrófilos pelos espaços desmineralizados no interior da dentina, não permitindo a permeação dos mesmos<sup>4</sup>. Isto está de acordo com os achados de Spazinn *et al*<sup>9</sup>, que ao avaliar o efeito da adesão à dentina úmida ou seca na resistência de união e selamento de restaurações de resina composta, concluíram que após desmineralização, a resistência de união à dentina úmida foi significativamente maior que à seca; e a provável explicação para este fato está relacionada à zona de interdifusão resina/dentina formada durante a adesão. Para os autores, quando a dentina desmineralizada é seca, ocorrem colapso das fibrilas colágenas e estabelecimento de pontes de hidrogênio entre elas, contraindo e enrijecendo a malha de colágeno e levando à perda da configuração espacial tridimensional. Assim há diminuição da permeabilidade dessa rede aos monômeros adesivos, o que leva à formação de uma “camada híbrida”, que é menos espessa e não propicia adequado selamento dos túbulos dentinários.

Além da umidade dentinária e da que reside sobre o dente após lavagem, também interessa ao procedimento adesivo a umidade do ambiente intrabucal. Besnault e Attal em 2002<sup>61</sup>, realizaram estudo *in vitro*, com objetivo de avaliar a influência de uma simulação de condições intra-oral sobre a microinfiltração de dois sistemas adesivos (Scotchbond MultiPurpose Plus e Clearfil SE Bond). Os resultados obtidos neste estudo demonstraram que a simulação de temperatura/UR intra-oral em condições extremas aumentou significativamente a microinfiltração dentinária, nos grupos experimentais testados.

Mathias *et al* em 2010<sup>62</sup>, testaram a influência da temperatura, umidade relativa do ar e ciclo de inalação/exalação respiratório, sobre a microinfiltração em restaurações de resina composta confeccionadas na região ântero-superior da cavidade oral, usando três sistemas adesivos diferentes. De acordo com os resultados obtidos, verificou-se que a união em esmalte e dentina não foi afetada pelas condições ambientais testadas. Tais resultados foram justificados pela umidade relativa mensurada na região ântero-superior da cavidade oral ( $76,78 \pm 1,94\%$ ), que, segundo os autores, se assemelha à do ambiente externo. Esta umidade relativa, provavelmente não foi suficiente para levar uma quantidade prejudicial de água à interface resina-dentina, não comprometendo o processo de união. Porém, outros estudos determinaram que, em região posterior, onde há maior umidade pela proximidade com a musculatura e ductos salivares, é imprescindível o uso do isolamento absoluto na prevenção de microinfiltrações marginais, além de garantir melhores propriedades mecânicas e longevidade dos materiais adesivos sobre a superfície dentinária<sup>61</sup>.

### 2.2.3 Forma de aplicação do sistema adesivo nas paredes cavitárias

Estudos vêm propondo diferentes formas de aplicação dos agentes de união com o intuito de superar resultados indesejados encontrados na adesão à dentina<sup>30,58,61-64</sup>. Tais alternativas poderiam reduzir os problemas inerentes à técnica adesiva, como a aplicação do sistema adesivo de forma ativa, também chamada de vigorosa<sup>65,66</sup>, que consiste em aplicar o agente de união sob pressão na superfície da dentina desmineralizada. A aplicação ativa do agente de união foi proposta<sup>66</sup>, com o objetivo de favorecer a evaporação dos solventes presentes nos adesivos simplificados, além de permitir uma maior infiltração nos substratos dentários, o que por sua vez garante melhor desempenho em curto prazo<sup>64,67,68</sup>.

Loguercio *et al* em 2011<sup>57</sup> avaliaram o efeito do método de aplicação do sistema adesivo na resistência de união imediata e após 3 anos de armazenamento em água. O esmalte oclusal de 42 molares humanos foi removido até expor uma superfície plana de dentina. Os adesivos foram aplicados de forma ativa ou passiva. Após a fotoativação (600mW/cm<sup>2</sup> por 10s), o compósito foi aplicado de forma incremental e os corpos de prova foram seccionados para avaliar a tensão imediatamente ou após três anos de armazenamento em água. A aplicação ativa mostrou melhor resistência de união nas avaliações imediatas e de 3 anos quando comparado a aplicação do adesivo de forma passiva. Os autores concluíram que a aplicação ativa melhora o desempenho de união imediato dos sistemas adesivos. A redução da resistência de união foi observada para todos os materiais e para todas as formas de aplicação no substrato depois de 3 anos, no entanto houve redução da taxa de degradação, quando os materiais adesivos foram aplicados ativamente na dentina.

De maneira controversa, Lima *et al*, em 2004<sup>69</sup> avaliaram a microinfiltração em dentes bovinos restaurados com resina composta utilizando sistema adesivo aplicado de forma passiva ou ativa. Os resultados deste estudo, revelam que o modo de aplicação dos sistemas adesivos, seja passivo ou ativo, não contribuiu para o aumento da adesão e, conseqüentemente, não demonstrou ser um fator relevante para a redução da infiltração marginal. Autores justificam tais resultados, confirmando que nenhum adesivo dentinário é totalmente eficiente na redução das fendas marginais causadas pela contração de polimerização das resinas compostas. A técnica de aplicação ativa, apresentou escores mais elevados de infiltração que a técnica passiva. As hipóteses para explicar tal resultado podem estar relacionadas ao fato de os dentes bovinos utilizados para estudo, não fluido dentinário, ficando, portanto, mais susceptíveis ao colapso do colágeno pela secagem, mesmo que esta

fosse breve, e também pela fricção do sistema adesivo, que pode comprimir o colágeno, criando defeitos e, conseqüentemente, diminuindo a adesão à dentina. Além disso, o tempo de espera entre a aplicação do adesivo e a fotopolimerização num dente ressecado (sem fluido) pode ter interferido nos resultados.

#### **2.2.4 Métodos de evaporação do solvente**

A presença dos solventes nos sistemas adesivos, convencionais e autocondicionantes é fundamental para a efetividade da técnica de aplicação dos mesmos sobre os tecidos dentais<sup>67,68</sup>. O solvente age como veículo de transporte e diminui a viscosidade do adesivo para que este penetre nas microporosidades do esmalte e dentina<sup>33</sup>. Entretanto, a presença residual de solvente, em função da incompleta evaporação, pode influenciar a polimerização da película de adesivo, tornando esta interface susceptível à degradação ao longo do tempo. Desta forma, o uso de artifícios para aumentar a remoção de solvente, dentro de um tempo clínico mínimo, é importante para que se possa potencializar a longevidade de união à dentina<sup>3</sup>.

Um estudo prévio<sup>63</sup> demonstrou que a aplicação de jato de ar quente, aproximadamente 60°C, pode aumentar significativamente a evaporação do solvente de adesivos convencionais simplificados, tais como o Adper Single Bond e o Prime & Bond 2.1. Isto ocorre porque a aplicação do calor pode aumentar a energia cinética das moléculas, levando a maior evaporação do solvente da película de adesivo.

Em 2005, Carrilho *et al*<sup>45</sup> ao examinarem a extensão de penetração dos solventes orgânicos através de cinco versões de monômeros com diferentes graus de hidrofobicidade concluíram que, idealmente, todos os solventes devem ser completamente eliminados do adesivo antes da sua polimerização. Para atingir este objetivo é necessário que se permita tempo adequado para a evaporação do solvente. De maneira semelhante, Argolo *et al*<sup>64</sup> observaram que o tempo de espera de 60 segundos traz benefícios significativos sobre a resistência de união e o grau de conversão de sistemas adesivos convencionais simplificados.

Gianinni *et al* em 2008<sup>70</sup>, avaliaram o efeito de quatro métodos de evaporação do solvente sobre o grau de conversão de sete sistemas adesivos de frasco único: Excite, One-Step, Optibond Solo Plus, Prime & Bond 2.1, Prime & Bond NT, Single Bond e Single Bond Plus. As resinas adesivas foram: 1) aplicada na superfície e deixado em repouso por 30 segundos, 2) repouso por 30 segundos e utilização de fluxo de ar por 10 segundos, 3) deixada em

repouso por 60 segundos e 4) deixada em repouso por 60 segundos e secadas ao ar por 10 segundos antes de sua fotopolimerização. Os resultados sugerem que o maior grau de conversão foi obtido em condições específicas de evaporação do solvente. Os resultados deste estudo mostraram que o grau de conversão de agentes de união não depende somente do tipo de solvente orgânico, depende da composição do solvente contida na solução (etanol ou acetona) de cada material. A conversão de monômero em polímeros dos adesivos à base de etanol (Optibond Solo Plus e Single Bond Plus) e à base de acetona (Prime & Bond 2.1 e NT) não foi influenciada pelos métodos de evaporação. Por outro lado, os outros adesivos (Excite, One-Step e Single Bond) mostraram mudanças no grau de conversão em função dos métodos de evaporação, independentemente do tipo de solvente orgânico presente em sua composição. Para os adesivos One-Step e Single Bond, o uso de um spray de ar por 10 segundos para acelerar a evaporação do solvente foi importante para a conversão crescente dos monômeros. Os adesivos Optibond Solo Plus, Single Bond Plus, Prime & Bond 2.1 e Prime & Bond NT não necessitam de secagem com ar para melhorar o grau de conversão, representando materiais pouco sensíveis na prática clínica. A simples aplicação desses adesivos por 30 segundos a 24°C mostrou um grau semelhante de conversão, quando comparado com outras condições de evaporação do solvente em que o aumento no tempo e secagem com ar foram realizados.

### **2.2.5 Efetividade da fonte de fotoativação**

A unidade fotopolimerizadora desempenha importante função no sucesso das restaurações adesivas. A emissão suficiente de intensidade de luz, comprimento de onda adequado e densidade de energia são características relevantes dos aparelhos fotopolimerizadores para obtenção de uma adequada profundidade de cura<sup>71</sup>.

Para a fotopolimerização de materiais resinosos, existem atualmente, a lâmpada halógena, o arco de plasma, o laser de argônio e a luz emitida por diodo (LED), todos emitindo radiação dentro do espectro da luz visível azul, que é de 400 a 500 nanômetros (nm)<sup>72</sup>. O sistema de polimerização utilizando lâmpada halógena é reconhecido pela praticidade de proporcionar resultados satisfatórios, entretanto apresenta limitações no que tange a sua durabilidade e produção de calor<sup>73</sup>. Novas tecnologias, como os aparelhos à base de LED aparecem no mercado como opções promissoras, pois, estes aparelhos emitem toda luz dentro do espectro de absorção máxima da canforoquinona (468nm), que é o fotoiniciador encontrado na maioria dos materiais resinosos<sup>72,73</sup>.

A distância entre a fonte de luz e a superfície adesiva pode interferir diretamente na intensidade de luz que alcança a superfície do material, e conseqüentemente na profundidade de polimerização. À medida que se distancia da superfície irradiada, a polimerização dos materiais resinosos torna-se menos efetiva, pois a dispersão tende a reduzir a conversão dos monômeros em polímeros afetando e a qualidade do polímero formado<sup>74</sup>.

Em 2008, Cavalcanti *et al*<sup>2</sup> avaliaram a resistência de união de diferentes sistemas adesivos em paredes cavitárias de preparos de classe II e concluíram que a parede gengival de dentina configura uma região de difícil adesão; devido à orientação dos túbulos dentinários (paralela/oblíqua) e pela dificuldade de aplicar uma intensidade da luz suficiente para a adequada conversão monomérica.

Diferentes métodos de aplicação da luz podem interferir na resistência de união, dureza e densidade de ligações cruzadas. Na técnica convencional (contínua), a luz é aplicada ao material resinoso em um único momento. Na técnica por pulso interrompido há intervalos entre os dois pulsos (um inicial com baixa densidade de energia e uma final com alta irradiação de luz)<sup>74</sup>. No estudo de Asmussen e Peutzfeldt em 2003<sup>74</sup> foi concluído que a integridade marginal de restaurações em resina composta foi mais prejudicada quando se utilizou a técnica por pulso-interrompido comparando com a utilização de alta densidade de energia inicial.

### **3 CONSIDERAÇÕES FINAIS**

A durabilidade da união continua sendo um fator crítico no desempenho dos sistemas adesivos. Vários são os fatores que podem interferir no desempenho desse processo, incluindo fatores relacionados à sua técnica de aplicação, dentre eles:

- Condição de armazenamento dos frascos de adesivo: a temperatura ambiente parece ser a mais indicada para o bom desempenho clínico dos procedimentos adesivos.
- Grau de umidade intraoral: condições extremas de temperatura e umidade relativa aumentam significativamente a microinfiltração dentinária e conferem menor adesão aos tecidos dentários. Por isso, regiões, onde há maior umidade pela proximidade com a musculatura e ductos salivares, é imprescindível o uso do isolamento na prevenção de microinfiltrações marginais, além de garantir melhores propriedades mecânicas e longevidade dos materiais adesivos sobre a superfície dentária.

- Forma de aplicação nas paredes cavitárias: a vantagem da aplicação ativa do agente de união ainda é muito controversa na literatura. Os resultados de alguns estudos concluíram que há um aumento da resistência de união quando os materiais são aplicados ativamente na dentina
- Evaporação do solvente nas superfícies: o uso de diferentes artifícios (aplicação de jato de ar quente, tempo prolongado de espera e associação de aplicação com auxílio do fluxo de ar com aumento do tempo de espera) são ferramentas importantes que devem ser aplicadas na prática clínica, como forma de aumentar a remoção do solvente, dentro de um tempo clínico mínimo, potencializando a longevidade de união à dentina de acordo com o tipo de sistema adesivo utilizado.
- Intensidade de luz da unidade de polimerização: A aplicação da luz pela técnica convencional e sendo mais próxima possível ao material adesivo favorece para a integridade marginal de restaurações em resina composta.

Portanto, torna-se extremamente importante, o conhecimento aprofundado da fisiologia dos tecidos dentais, dos protocolos de aplicação clínica e da composição de cada sistema adesivo para o sucesso e durabilidade das ligações adesivas.

## ABSTRACT

**PURPOSE:** To analyze the current state of adhesive systems and its adhesion to substrates dental, and review the literature, factors related to the application technique which can interfere with the effectiveness of these coupling agents. **METHODS:** We conducted a search of items in computerized databases, using MEDLINE, MEDLINE In-Process & Other Non-Indexed Citations, EMBASE, Web of Science and LILACS. The key words used in the search were adhesives, solvent, temperature and application forms. The initial selection of potential studies was determined by reading the titles and abstracts of each article identified. The final selection of articles was performed by the authors after obtaining and reading the full articles. **RESULTS:** According to the review of selected articles, it is observed that the progress made in restorative dentistry, depending on the hybridization technique of dental tissues are evident, however, the durability of the union to the tooth substrate has been questioned because of early signs of failures related to the properties of the bonding agent. Evidence suggests that factors related to the application technique can have an important role in the performance of coupling agents, namely: the control of intraoral moisture, the temperature of the bottle, the method of application of the system, the solvent evaporation method and technique photoactivation. **CONCLUSION:** Given the diversity of factors that can influence the performance of the adhesive process, it is necessary to know the physiology of the substrate and application protocols for the clinical success and durability of adhesive bonds.

**Key-words:** Adhesive, dental bonding, solvents, evaporation.

## REFERÊNCIAS

1. Van Meerbeek B, De Munck J, Yoshida Y, Inoue S, Vargas M, Vijay P, Van Landuyt K, Lambrechts P, Vanherle G. Adhesion to Enamel and Dentin: Current Status and Future Challenges. *Oper Dent* 2003; 28: 215-235.
2. Cavalcanti AN, Mitsui FHO, Ambrosano GMB, Mathias P, Marchi GM. Dentin Bonding on Different Walls of a Class II Preparation. *J Adhes Dent* 2008;10:17- 23.
3. Manso AP, Marquezini Jr L, Safira MA, Pashley DH, Tay FR, Carvalho MR. Stability of wet versus dry bonding with different solvent-based adhesives. *Dent Mater* 2007; 10:2-7.
4. Carvalho RM, Carrilho MRO, Pereira LCG, Garcia FCP, Marquezini L Jr, Silva SMD *et al.* Sistemas adesivos: fundamentos para a aplicação clínica. *Biodonto* 2004; 2: 1-89.
5. Mjör I. The reasons for replacement and the age of failed restorations in general dental practice. *Acta Odont Scan* 1997; 55:57-63.
6. Mjör I, Moorhead J. Reasons for replacement of restorations in permanent teeth in general dental practice. *Int Dent J* 2000; 50:361-6.
7. Tay FR, Hashimoto M, Pashley DH, Peters MC, Lai SC, Yiu CK, Cheong C. Aging affects two modes of nanoleakage expression in bonded dentin. *JDent Res* 2003; 82: 537-41.
8. Ito S, Hoshino T, Iijima M, Tsukamoto N, Pashley DH, Saito T. Water sorption/solubility of self-etching dentin bonding agents. *Dent Mater* 2010; 26: 617-626.
9. Spazzin AO, Carlini Júnior B, Moraes RR, Mesquita MF. Bonding to wet and dry dentin: microtensile bond strength and marginal leakage. *Rev Odontol UNESP* 2008; 37:91-96.
10. Buonocore MG. A simple method of increasing the adhesion of acrylic filling materials to enamel surfaces. *J Dent Res* 1955; 34: 849-53.
11. Nakabayashi N. Adhesive bonding with 4-META. *Oper Dent* 1992; 17: 125-30.
12. Gwinnett AJ. Moist versus dry dentin: its effect on shear bond strength. *Amer J Dent* 1992; 5: 127-9.
13. Perdigão J *et al.* Bond strengths of new simplified dentin-enamel adhesives. *Am J Dent* 1999; 12: 286-90.
14. Carvalho, RM. Adesivos dentinários fundamentos para aplicação clínica. *RDR*, 1998;1: 62-96.
15. Pashley DH, Carvalho RM. Dentine permeability and dentine adhesion. *J Dent* 1997; 25: 335-72.

16. Gage JP, Francis MJO, Triffitt JT. Collagen and Dental Matrices. 1 ed. Butterworth & Co. Ltd, 1989.
17. Xu HHK et al. Indentation damage and mechanical properties of human enamel and dentin. *J Dent Res* 1998; 77: 472-80.
18. Cavalcanti AN, Mitsui FHO, Lima AF, Mathias P, Marchi GM. Evaluation of dentin hardness and bond strength at different walls of Class II Preparations. *J Adhes Dent* 2009;11:1-6.
19. Garcia F.C.P. et al. Effects of solvents on the early stage stiffening rate of demineralized dentin matrix. *J Dent* 2005; 33: 371-77.
20. Van Meerbeek B, Braem M, Lambrechts P, Vanherle G. Morphological characterization of the interface between resin and sclerotic dentine. *J Dent* 1994; 22: 141-146.
21. Stanley HR, Pereira JC, Spiegel E, Broom C, Schultz M. The detection and prevalence of reactive and physiologic sclerotic dentin, reparative dentin and dead tracts beneath various types of dental lesions according to tooth surface and age. *J Oral Pathol* 1983; 12: 257-289.
22. Tay FR, Pashley DH. Dental adhesives of the future. *J Adhes Dent*. 2002;4:91-103.
23. Eick JD, Wilko RA, Anderson CH, Sorensen ES. Scanning electron microscopy of cut tooth surfaces and identification of debris by use of the electron microprobe. *J Dent Res* 1970; 49(6): 1359-1368.
24. Reis *et al.* Effect of smear layer thickness and acidity of self-etching solutions on early and long-term bond strength to dentin. *J Dent* 2005; 33:549–559.
25. Tay FR *et al.* Bonding of a self-etching primer to non-carious cervical sclerotic dentin: interfacial ultra structure and microtensile bond strength evolution. *J Adhes Dent* 2000; 2: 9-28
26. Martins MEL, Faria MR, Matson MR. Análise micromorfológica da dentina humana condicionada por primer autocondicionante variando-se a técnica de preparo: ponta diamantada, broca carbide e ponta CVDentus. *Pesq Bras Odontoped Clin Integr* 2006; 6: 161-166.
27. Kenshima S, Francci C, Reis A, Loguercio AD, Rodrigues-Filho LE. Conditioning effect on dentin, resin tags and hybrid layer of different acidity self-etch adhesives applied to thick and thin smear layer. *J Dent* 2006;34:775-83.
28. Ito S, Tay FR, Hashimoto M, Yoshiyama M, Saito T, Brackett WW, WallergJL, Pashley DH. Effects of multiple coatings of two all-in-one adhesives on dentin bonding. *J Adhes Dent*. 2005; 7: 133-141.
29. Yiu CKY, King NM, Pashley DH, Suh BI, Carvalho RM, Carrilho MRO, et al. Effect of resin hydrophilicity and water storage on resin strength. *Biomater* 2004;25:5789–96.

30. Malacarne J, Carbalho RM, de Goes MF, Svizero N, Pashley DH, Tay FR, et al. Water sorption/solubility of dental adhesive resins. *Dent Mater* 2006;22:973–80.
31. Cardoso PC, Loguercio AD, Vieira LCC, Bararieri LN, Reis A. Effect of prolonged application times on resin-dentin bond strengths. *J Adhes Dent* 2005; 7: 143–149.
32. Reis AF, Oliveira MT, Giannini M, De Goes MF, Rueggeberg FA. The effect of organic solvents on one-bottle adhesives bond strength to enamel and dentin. *Oper Dent* 2003; 28; 700-706.
33. Reis A, Pellizzaro A, Dal-Bianco K, Gomes OM, Patzlaff R, Loguercio AD. Impact of Adhesive Application to Wet and Dry Dentin on Long-term Resin-dentin Bond Strengths. *Oper Dent* 2007;32:380-387.
34. Manhart J, Trumm. Marginal adaptation of an etch-and-rinse adhesive with a new type of solvent in class II cavities after artificial aging. *Clin Oral Investig* 2010;14:699-705.
35. Lopes GC, Vieira LCC, Baratieri LN, Monteiro Junior S, Biasi F. Efeito do tipo de solvente na microinfiltração de restaurações de resina composta usando adesivos de frasco único. *Rev Odontol UNESP* 2001; 30(1): 21-29.
36. Di Francescantonio M, Aguiar TR, Araújo CTP, Paullilo LAMS, Giannini M, Marchi GM, Aguiar FHB. Avaliação da resistência de união ao esmalte e à dentina de diferentes sistemas adesivos com carga. *Rev Odontol UNESP* 2008;37:171-176
37. Li Y, Swartz ML, Phillips RW, Moore BK. Effect of filler content and size on properties of composites. *J Dent Res* 1995;64:1396-401.
38. Labella R et al. Polymerization shrinkage and elasticity of flowable composites and filled adhesives. *Dent Mater* 1999;10:128-37.
39. Youssef JA *et al.* Resistência de união à dentina de resinas compostas associadas a sistemas adesivos com e sem carga. *Pesq Odontol Bras* 2001;15:157-60.
40. Toledano M, Osorio R, Osorio E, Fuentes V, Prati C, García-Godoy F. Sorption and solubility of resin-based restorative dental materials. *J Dent* 2003; 31: 43-50.
41. Van Landuyt KL, Snauwaert J, De Munck J, Peumans M, Yoshida Y, Poitevin A, Coutinho E, Suzuki K, Lambrechts P, Van Meerbeek B. Systematic review of the chemical composition of contemporary dental adhesives. *Biomater* 2007;28: 3757-3785.
42. Pashley DH, Horner JA, Brewer PD. Interactions of conditioners on the dentin surface. *Oper Dent* 1992;5:137-150.
43. Gordan V *et al.* Evaluation of adhesive systems using acidic primers. *Am J Dent* 1997, San Antonio; 10 (5): 219-23.
44. Busato ALS, Hernandez PAG, Macedo RT. *Dentística: restaurações estéticas. Cap.6: Materiais restauradores. São Paulo: Artes Médicas, 2002.*

45. Carrilho MRO, Carvalho RM, Tay FR, Yiu CK, Pashley DH. Durability of resin dentin bonds related to water and oil storage. *Am J of Dent* 2005; 18: 315-19.
46. Setien VJ *et al.* Cavity preparation devices: effect on microleakage of class V resin-based composite restorations. *Am J Dent* 2001; 14:157-162.
47. Russo EMA *et al.* Infiltração marginal em cavidades de classe V restauradas com materiais estéticos, utilizando-se diferentes técnicas restauradoras. *Pesqui Odontol Bras* 2001; 15: 145-150.
48. Kanca J. Wet bonding: effect of drying and distance. *Am J Dent* 1996; 9: 273-6.
49. Tay FR, Gwinnett JA, Wei SHY. Relation between water content in acetone/alcohol-based primer and interfacial ultrastructure. *J Dent* 1998; 26: 147-156.
50. Brännströmm M, Johnson G. Effects of various conditioners and cleaning agents on prepared dentin surfaces: a scanning electron microscopic investigation. *The Journal of Prosthetic Dent* 1974; 31:422-430.
51. Pashley EL, Ageea KA, Pashley DH, Tay FR. Effects of one versus two applications of an unfilled, all-in-one adhesive on dentine bonding. *J Dent* 2002;30: 83–90.
52. Paul SJ, Leach M, Rueggeberg FA, Pashley DH. Effect of water content on the physical properties of model dentine primer and bonding resins. *J Dent* 1999;27:209-214.
53. Chersoni, S. Water movement in the hybrid layer after different dentin treatments. *Dent Mater* 2004; 20:796-803.
54. Okuda M, Pereira PNR, Nakajima M, Tagami J, Pashley DH. Long-term durability of resin dentin interface nanoleakage vs. microtensile bond strength. *Oper Dent* 2002; 27: 289-296.
55. Hagge MS, Lindemuth JS, Broome JC, Fox MJ. Effect of refrigeration on shear bond strength of three dentin bonding systems. *Am J Dent* 1999; 12:131-3.
56. Spohr AM, Correr Sobrinho L, Consani S, Sinhoreti MA, Borges GA. Effect of refrigeration on tensile bond strength of three adhesive systems. *Braz Dent J* 2001; 12:75-9.
57. Loguercio AD, Stanislawczuk R, Mena-Serrano A, Reis A. Effect of 3-year water storage on the performance of one-step self-etch adhesives applied actively on dentine. *J Dent* 2011;39: 578-87.
58. Alexandre RS, Sundfeld RH, Giannini M, Lovadino JR. The Influence of Temperature of Three Adhesive Systems on Bonding to Ground Enamel. *Oper Dent* 2008;33:272-281.
59. Sundfeld RH, da Silva AM, Croll TP, de Oliveira CH, Briso AL, de Alexandre RS & Sundfeld ML. The effect of temperature on self-etching adhesive penetration *Compendium Continuum & Education in Dentistry* 2006; 27: 552-557.

60. Borges GA et al. Effect of refrigeration on bond strength of self-etching adhesive systems. *Braz Dent J* 2006;17:186-190.
61. Besnault C, Attal JP. Influence of a simulated oral environment on microleakage of two adhesive systems in Class II composite restorations. *J Dent* 2002;30:1-6.
62. Mathias P, Rocha V, Saraiva L, Cavalcanti NA, Azevedo JF, Paulilo LA. Intraoral environment conditions and their influence on marginal leakage in composite resin restorations. *Acta Odontol Latinoam* 2010;23:105-1.
63. Klein-Júnior CA, Zander-Grande C, Amaral R, Stanislawczuk R, Garcia EJ, Baumhardt-Neto R, Meier MM, Loguercio AD, Reis A. Evaporating solvents with a warm air-stream: Effects on adhesive layer properties and resin–dentin bond strengths. *J Dent* 2008;36:618-625.
64. Argolo S, Oliveira DC, Fontes CM, Lima AF, Freitas, AP, Cavalcanti AN. Effect of increased dwell times for solvent evaporation on the bond strength and degree of conversion of an ethanol-based adhesive system. *Acta Odontol Latinoam. In press* 2012.
65. Miyazaki M, Platt J, Onose H, Moore BK. Influence of dentin primer application bond strength. *Oper Dent* 1996; 21:167-172.
66. Jacobsen T, Söderholm K-J. Some effects of water on dentin bonding. *Dent Mater* 1995;11:132-136.
67. Chuang, SF *et al.* Influence of enamel wetness on resin composite resin composite restorations using various dentine bonding agents: Part I- effects on marginal quality and enamel microcrack formation. *J Dent* 2006a;34: 343-51.
68. Reis A, Grande RHM, Oliveira GMS, Lopes GC, Loguercio AD. A 2year evaluation of moisture on microtensile bond strength and nanoleakage. *Dent Mater* 2006;22: 1150-6.
69. Lima AG, Duran SM Gonçalves SEP. Estudo da Influência da Utilização de Sistemas Adesivos quando Aplicados de Forma Passiva ou Ativa sobre o Selamento Marginal de Resinas Compostas. *Rev Odontol UNESP* 2004; 33:13-18.
70. 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;33:149-154.
71. Rueggeberg FA, Margeson DH. The Effect of Oxygen Inhibition on an Unfilled/Filled Composite System. *J Dent Res* 1990;69:1652-1658.
72. Franco EB, Lopes LG. Conceitos atuais na polimerização de sistemas restauradores resinosos. *Odont Biodonto* 2003;1:09-61.
73. Tarle Z et al. Composite conversion and temperature rise using a conventional, plasma arc and an experimental blue led curing unit. *J Oral Rehab* 2002;29:662-667.

74. Asmussen E, Peutzfeldt A. Polymer structure of a light-cured resin composite in relation to distance from the surface. *Eur J Oral Sci* 2003a;111:277-9.

## **MANUSCRITO II**

**Efeito da agitação e temperatura de armazenamento na sorção de  
água e solubilidade de sistemas adesivos**

## RESUMO

**OBJETIVO:** Determinar a influência da temperatura de armazenamento e prévia agitação do frasco sobre a sorção de água e solubilidade de sistemas adesivos simplificados. **MATERIAIS E MÉTODO:** Dois sistemas adesivos comercialmente disponíveis foram utilizados: à base de água / etanol – Adper Single Bond 2 (SB2); à base de água – One Coat Bond SL (OB). Frascos destes agentes de união foram submetidos às seguintes condições experimentais: agitação mecânica previamente à aplicação do sistema (sim e não) e temperatura de armazenamento (1°C, 20°C e 40°C), constituindo 12 grupos experimentais. Para o teste de sorção de água e solubilidade, foram produzidos 72 corpos de prova (n=6) em formato de discos, com dimensões de 8 x 1,0 mm, a partir de uma matriz de silicão de adição. **RESULTADOS:** Diferenças estatísticas na interação entre os fatores adesivo e agitação foram encontradas tanto para os valores de sorção de água quanto de solubilidade (sorção de água:  $p=0,007$ / solubilidade:  $p=0,007$ ) (ANOVA a 3- critérios,  $\alpha= 5\%$ ). O sistema adesivo OB apresentou maiores valores de sorção de água e de solubilidade, entretanto, na presença da agitação houve aumento estatisticamente significativo da sorção de água e na solubilidade para o adesivo SB2. Em relação à temperatura, menores valores de sorção de água e solubilidade foram encontrados na temperatura ambiente. **CONCLUSÃO:** De acordo com as propriedades estudadas, a agitação mecânica do frasco pode interferir na dinâmica de difusão do sistema adesivo SB2 e a utilização dos agentes de união à temperatura ambiente provavelmente influencia positivamente no bom desempenho dos adesivos testados.

Palavras-chave: Adesivos, longevidade, sorção, solubilidade.

## 1 INTRODUÇÃO

O aprimoramento dos materiais poliméricos para uso odontológico tem permitido importantes avanços na técnica restauradora, viabilizando procedimentos mais conservadores e estéticos<sup>1,2</sup>. Porém, para o sucesso destes procedimentos, é fundamental o uso de uma técnica de adesão aos substratos dentais segura e durável.

Os sistemas adesivos convencionais são aqueles que preconizam o condicionamento ácido total de esmalte e dentina e aplicação do agente de união em passo operatório separado. No esmalte dental, o condicionamento ácido promove a desmineralização seletiva dos prismas, resultando em microporos que aumentam a energia livre de superfície e permitem o máximo molhamento desse tecido, promovendo microretenção mecânica do material adesivo<sup>2</sup>. Na dentina, o condicionamento ácido tem por objetivo a remoção total da *smear layer* ou camada de esfregaço, produzida durante o preparo cavitário, pois esta promove um elo de ligação fraco entre o substrato dentinário e o material restaurador<sup>3</sup>. Desta forma, o mecanismo básico de adesão à estrutura dentinária é caracterizado pela infiltração de monômeros resinosos no interior dos espaços interfibrilares da matriz de dentina desmineralizada determinando a formação da camada híbrida<sup>4,5</sup>.

O sistema adesivo convencional é classificado quanto ao número de passos clínicos. Sendo assim, podem ser empregados sistemas de três passos, que compreendem condicionamento ácido, aplicação do *primer* e do adesivo, todos utilizados separadamente. O condicionamento é realizado com o ácido fosfórico a 37%, seguido de lavagem. O *primer* é uma solução de monômeros resinosos diluídos em solventes orgânicos que podem ou não conter água nessa formulação<sup>2</sup>. O *primer* nesse tipo de adesivo é responsável por permitir a formação da camada híbrida com fibrilas de colágeno, quer seja pelo preenchimento completo dos espaços interfibrilares ou pelo revestimento das fibrilas para posterior infiltração da resina adesiva hidrofóbica<sup>6</sup>. O último passo dos sistemas convencionais corresponde à aplicação do adesivo que é a porção hidrofóbica, desprovida de solventes orgânicos ou água em sua formulação.

Na tentativa de simplificar a técnica de uso dos sistemas adesivos convencionais, os mesmos podem ainda ser encontrados com formulação de dois passos, na qual mantêm-se o condicionamento ácido e lavagem, seguida pela aplicação de uma única solução denominada *primer/adesivo*. Nesta versão simplificada, os componentes do *primer* hidrófilos são misturados com monômeros resinosos hidrófobos do adesivo, permitindo que a única solução seja compatível com o substrato dentinário, naturalmente úmido<sup>6</sup>.

A crescente tendência de simplificação tem sido observada pelo desejo profissional por eficiência e redução de tempo clínico. Porém, este processo pode refletir negativamente sobre a durabilidade das ligações adesivas, devido à complexidade da mistura formada na união dos vários componentes do sistema adesivo<sup>6-8</sup>. A simplificação da técnica de aplicação exige, fundamentalmente, aumento da concentração de monômeros hidrófilos na composição dos adesivos, de modo que estes consigam se infiltrar e difundir em substratos úmidos, como a dentina<sup>8,9</sup>. O aumento da afinidade desses materiais com a água, no entanto, apesar de favorecer sua permeação através da dentina, pode promover a formação de uma estrutura polimérica mais frágil e suscetível à hidrólise<sup>10</sup>.

Outra preocupação relacionada aos sistemas de maior hidrofilia é que, à medida que a mistura de solvente e água evapora, ocorre um aumento proporcional da concentração de monômeros resinosos na mistura, reduzindo a competência de evaporação tanto dos solventes como da água residual, em função da gradativa redução na pressão de vapor desses fluidos<sup>11-13</sup>. Conseqüentemente, resíduos de água podem permanecer no interior da dentina desmineralizada e resquícios de solvente podem continuar na camada de adesivo, impedindo a completa infiltração dos monômeros resinosos nos espaços interfibrilares, localizados nas regiões mais profundas da matriz desmineralizada, comprometendo assim a conversão dos monômeros e contribuindo com a formação de polímeros frágeis e permeáveis<sup>14-16</sup>, com restrita capacidade de selar e proteger a dentina sadia remanescente<sup>17-19</sup>. Como visto, a água desempenha papel fundamental na obtenção da adesão, mas também pode estabelecer situações que determinam mecanismos de degradação da interface adesiva<sup>6</sup>.

Em função da maior hidrofilia, e da possível presença de solvente residual em agentes simplificados, alguns cuidados são fundamentais para garantir boas propriedades para a camada de união. Uma recomendação frequente por alguns fabricantes é o armazenamento dos adesivos à temperatura ambiente e a aplicação ativa deste material. O armazenamento à temperatura ambiente se deve ao fato que alterações na temperatura podem influenciar na adesão<sup>20</sup>, por modificar a viscosidade do material polimérico, o que leva à alteração da capacidade de penetração, dissolução, tempo de evaporação do solvente e no grau de conversão, tendo reflexo nas propriedades físicas e mecânicas da união<sup>21</sup>.

A aplicação do sistema adesivo de maneira ativa, ou seja, agitando-se o adesivo com pincel descartável diretamente no substrato, é uma abordagem que tem como objetivo aumentar a agitação das moléculas permitindo assim uma maior evaporação do solvente e

consequentemente uma melhor dispersão e difusão dos monômeros pela interface<sup>22</sup>. Sabendo que os sistemas adesivos simplificados tornam-se membranas permeáveis mesmo após sua polimerização, a forma de aplicação ativa pode levar a uma maior impregnação de monômeros no substrato, formando uma camada híbrida mais resistente e menos suscetível à passagem de água<sup>22-27</sup>. Outra possibilidade para atuar sobre a capacidade de molhamento do sistema adesivo, porém de forma padronizada, isenta da variabilidade do operador e das características regionais das cavidades, seria a agitação mecânica do frasco de sistema adesivo. No entanto, ainda não existem evidências científicas a respeito da eficácia deste método.

Como a durabilidade de sistemas simplificados está diretamente relacionada à sua permeabilidade, é importante investigar se as variações de temperatura e o modo de aplicação podem interferir na perda e ganho de massa do material. Assim, o objetivo deste estudo foi investigar o efeito da agitação prévia à aplicação e da temperatura de armazenamento do frasco sobre a sorção de água e solubilidade de sistemas adesivos convencionais simplificados. A hipótese a ser testada é de que a agitação prévia à aplicação do sistema adesivo e a alteração na temperatura dos seus frascos são capazes de interferir na perda de massa.

## **2 MATERIAIS E MÉTODO**

### **2.1 Ambiente de trabalho**

Trata-se de um estudo experimental “*in vitro*” realizado no laboratório Pré-Clínico da Escola Bahiana de Saúde Pública (EBMSP), no laboratório de Materiais Dentários da Universidade Federal da Bahia (UFBA) e no laboratório de Dentística da UFBA.

### **2.2 Preparação da amostra**

Dois sistemas adesivos comercialmente disponíveis e de composição química distinta foram utilizados para este estudo (Quadro 1). Ambos são do tipo convencional/simplificado, diferindo quanto ao tipo de solvente presente na sua composição: à base de água / etanol – Adper Single Bond 2 (SB2) (3M ESPE, St Paul, MN, EUA); à base de água – One Coat Bond SL (OB) (Coltène, Vigodent S/A IND. E COM., Rio de Janeiro, Brasil).

Quadro 1- Material, composição e lote dos materiais utilizados

MATERIAL		COMPOSIÇÃO	LOTE
Adper Single Bond 2 (3M ESPE)		Etanol; água; Bis-GMA; UDMA; partículas de sílica silanizadas; HEMA; glicerol 1; 3 dimetacrilato; copolímero de ácido acrílico e ácido itacônico;	1119200635
One Coat Bond SL (VIGODENT)		Água; metacrilato de hidroxietila, metacrilato de hidroxipropila; dimetacrilato de glicerol; UDMA; polialcenoato metacrilizado; fotoiniciador e inibidor	0175579
Bis-GMA: bisfenol A glicidilmetacrilato; UDMA: di-uretano dimetacrilato; HEMA: 2 hidroxietilmetacrilato			

Para fabricação dos corpos de prova, os sistemas adesivos foram submetidos às condições experimentais indicadas no Quadro 2 e descritas a seguir.

Quadro 2- Distribuição dos grupos experimentais

GRUPO	SISTEMA ADESIVO	MODO DE APLICAÇÃO
GRUPO 1	ADPER SINGLE BOND 2	TEMP 20°C
GRUPO 2	ADPER SINGLE BOND 2	TEMP 1°C
GRUPO 3	ADPER SINGLE BOND 2	TEMP 40°C
GRUPO 4	ADPER SINGLE BOND 2	TEMP 20°C + AGITAÇÃO
GRUPO 5	ADPER SINGLE BOND 2	TEMP 1°C + AGITAÇÃO
GRUPO 6	ADPER SINGLE BOND 2	TEMP 40°C + AGITAÇÃO
GRUPO 7	ONE COAT BOND SL	TEMP 20°C
GRUPO 8	ONE COAT BOND SL	TEMP 1°C
GRUPO 9	ONE COAT BOND SL	TEMP 40°C
GRUPO 10	ONE COAT BOND SL	TEMP 20°C + AGITAÇÃO
GRUPO 11	ONE COAT BOND SL	TEMP 1°C + AGITAÇÃO
GRUPO 12	ONE COAT BOND SL	TEMP 40°C + AGITAÇÃO

### **2.2.1 Temperatura de armazenamento do frasco de sistema adesivo**

Os frascos de adesivo foram armazenados em temperaturas experimentais de 20°C (armazenados em condições ambientais), 1°C (armazenados em geladeira) e 40°C (armazenados em estufa), durante 1 hora antes da sua aplicação. Todas estas temperaturas foram verificadas através de termômetro digital (Omron CO. Ltda, Dalian, China). Após a confecção de cada espécime, o frasco do agente de união retornava a mesma condição de temperatura até atingir mesmo tempo de permanência, para então ser novamente utilizado.

### **2.2.2 Agitação mecânica do frasco previamente à aplicação**

Os grupos 4, 5, 6, 10, 11 e 12 foram submetidos à agitação. Antes de cada aplicação do sistema adesivo, o frasco foi agitado em vibrador de gesso (VH Equipamentos Médicos Odontológicos e Assess Ltda, Araraquara- SP, Brasil) a uma velocidade constante de 60Hz/40Watts, durante 20 segundos.

### **2.3 Avaliação da perda/ganho de massa: Sorção de água e solubilidade**

O ensaio de sorção e solubilidade foi realizado de acordo com as especificações ISO 4049: 2000 *Dentistry - Polymer – based filing, restorative and luting materials, da International Organization for Standardization*<sup>28</sup>.

Para obtenção dos valores de sorção e solubilidade, 72 corpos de prova (n=6) em forma de disco, com dimensões de 8 x 1,0 mm foram confeccionados a partir de uma matriz de silicóna (Elite HD+, Zhermack, Badia Polesine, Itália) de acordo com os grupos pertencentes.

Para confecção dos corpos de prova, três gotas do líquido de adesivo foram diretamente dispensadas preenchendo completamente a matriz. Todas as bolhas de ar visível da camada de sistema adesivo foram cuidadosamente removidas com auxílio de sonda exploradora antes da fotoativação. Para a evaporação do solvente, em todos os grupos, foi utilizado jato de ar durante 10 segundos à uma distância de 20 centímetros. Em todos os grupos, foi colocado sobre a matriz uma tira de poliéster e uma lamínula de vidro, e a superfície foi então fotoativada por 60 segundos (Radii, SDI Limited, Austrália), tomando-se o cuidado para que a ponta da unidade de fotoativação cobrisse toda a superfície do espécime. Depois de retirado o corpo de prova da matriz, repetiu-se a fotoativação na superfície oposta por mais 60 segundos<sup>19</sup>.

Imediatamente após a polimerização, os corpos de prova foram colocados individualmente em frascos *ependorff* secos, armazenados em dessecador e transferidos para pré-condicionamento

em estufa a 37°C. Todas as pesagens foram realizadas em balança analítica (Modelo AUW-220D, Shimadzu, Japão), com precisão de um centésimo de milésimo de grama. A espessura do corpo de prova foi medida em paquímetro digital (Mitutoyo Sul Americana Ltda, Suzano, São Paulo, Brasil) com precisão de 0,01mm, e os valores usados no cálculo do volume (V) de cada espécime (mm<sup>3</sup>). Os corpos de prova foram repetidamente pesados em intervalos de 24 horas até obtenção de massa constante (M1) (variação inferior a 0,2 mg em um período de 24 horas). Após estabilização da massa, os corpos de prova foram armazenados individualmente em frascos *ependorff* fechados contendo 2 ml de água destilada (pH 7,2) em estufa a 37°C por 7 dias. Após esse período de armazenamento, os corpos de prova foram pesados novamente (M2), para estabelecer a sorção de água. Para isso, depois de retiradas da água, os corpos de prova foram lavados em água corrente, e o excesso de água removido com papel absorvente (Celupa Industrial Celulose e Papel Guaíba Ltda, Guaíba, Rio Grande do Sul, Brasil) até a água não ser mais visualizada sobre as superfícies e o peso foi anotado (M2). Após a pesagem, os corpos de prova voltaram para os frascos *ependdorff* secos e foram colocados em dessecador contendo sílica gel em estufa a 37°C, para eliminação da água absorvida. Os corpos de prova foram pesados diariamente até se obter massa constante (M3) (conforme descrito anteriormente). A massa inicial determinada após o primeiro processo de dessecação (M1) foi utilizada para calcular a variação de massa, durante os 7 dias de armazenamento em água. A sorção de água (SA) e solubilidade (SL) nos 7 dias de armazenamento de água foram calculados utilizando a seguinte fórmula:

$$SA = \frac{M2 - M3}{V}$$

$$SL = \frac{M1 - M3}{V}$$

Onde M1 é a massa da amostra em µg antes da imersão em água destilada, M2 é a massa da amostra em µg após a imersão em água destilada durante 7 dias, M3 é a massa da amostra em µg após ser condicionada em dessecador com sílica gel e V o volume das amostras em mm<sup>3</sup><sup>19</sup>.

### 3 RESULTADOS

Inicialmente, foi realizada a análise exploratória dos dados de sorção de água e solubilidade para verificação dos parâmetros da Análise de Variância (ANOVA). A análise estatística inferencial foi realizada pela ANOVA 3-critérios, no programa estatístico SAS, versão 9.1, com nível de significância de 5%.

As Tabelas 1 e 2 apresentam, respectivamente, a média e o desvio-padrão para os dados de sorção de água e solubilidade obtidos nas condições experimentais testadas neste estudo.

Tabela 1 - Média (desvio-padrão) dos valores de sorção de água.

SORÇÃO DE ÁGUA ( $\mu\text{g}\backslash\text{mm}^3$ )				
Temperatura	Sistema adesivo	Agitação		
		Ausente	Presente	
Ambiente (20°C)	Adper Single Bond 2	58,86 (1,90) B	60,17 (3,59) B*	b
	One Coat Bond SL	92,59 (5,65) A	89,69 (3,16) A	
Frio (1°C)	Adper Single Bond 2	63,08 (3,31) B	66,15 (3,71) B*	a
	One Coat Bond SL	99,76 (8,32) A	96,01 (2,09) A	
Calor (40°C)	Adper Single Bond 2	57,64 (2,94) B	66,16 (6,53) B*	ab
	One Coat Bond SL	95,76 (4,68) A	96,71 (2,65) A	

Letras e símbolos distintos representam médias com significância estatística (ANOVA a 3-critérios, alfa=5%). Para cada variável, asteriscos comparam os níveis do fator agitação dentro de cada adesivo/temperatura; maiúsculas comparam os níveis do fator adesivo dentro de cada nível de agitação/temperatura. Letras minúsculas comparam as temperaturas, independentemente do adesivo e agitação.

Tabela 2 - Média (desvio-padrão) dos valores de solubilidade.

SOLUBILIDADE ( $\mu\text{g}\backslash\text{mm}^3$ )				
Temperatura	Sistema adesivo	Agitação		
		Ausente	Presente	
Ambiente (20°C)	Adper Single Bond 2	50,43 (1,58) B	51,44 (3,00) B*	b
	One Coat Bond SL	83,18 (4,83) A	80,45 (2,79) A	
Frio (1°C)	Adper Single Bond 2	53,48 (2,95) B	55,87 (3,59) B*	a
	One Coat Bond SL	89,35 (7,27) A	86,01 (1,85) A	
Calor (40°C)	Adper Single Bond 2	49,03 (2,60) B	56,39 (5,87) B*	ab
	One Coat Bond SL	85,65 (4,33) A	86,72 (2,20) A	

Letras e símbolos distintos representam médias com significância estatística (ANOVA a 3-critérios, alfa=5%). Para cada variável, asteriscos comparam os níveis do fator agitação dentro de cada adesivo/temperatura; maiúsculas comparam os níveis do fator adesivo dentro de cada nível de agitação/temperatura. Letras minúsculas comparam as temperaturas, independentemente do adesivo e agitação.

A análise estatística demonstrou que a tripla interação entre os fatores adesivo x temperatura x agitação não foi significativa, nem para os dados de sorção de água ( $p=0,79$ ), e nem para os de solubilidade ( $p=0,84$ ). Entre as interações duplas, foi considerada como estatisticamente significativa apenas aquela entre os fatores adesivo x agitação (sorção:  $p=0,007$  / solubilidade:  $p=0,007$ ). Desta forma, demonstrou-se dependência do resultado de cada fator em relação aos níveis dos outros. O fator temperatura foi analisado separadamente dos demais, já que o mesmo não foi incluído na interação estatística.

Com o desdobramento da interação entre adesivo x agitação, observou-se que, independentemente da temperatura do frasco, o adesivo One Coat Bond SL apresentou maiores valores de sorção de água e de solubilidade, tanto na presença quanto na ausência de agitação. A presença da agitação resultou em significativo aumento na sorção de água e na solubilidade para o adesivo Adper Single Bond 2; porém, não interferiu nos valores do adesivo One Coat Bond SL.

Em relação à temperatura, observou-se que, independentemente do tipo de sistema adesivo e da presença ou ausência de agitação, menores valores de sorção de água e solubilidade foram encontrados na temperatura ambiente, sendo estes valores estatisticamente inferiores aos observados no frio. A temperatura calor ( $40^{\circ}\text{C}$ ) resultou em valores intermediários, semelhantes estatisticamente aos das demais temperaturas.

#### **4 DISCUSSÃO**

O advento dos sistemas adesivos promoveu modificações nos procedimentos restauradores, uma vez que agentes de união atuais, representados pelos sistemas adesivos simplificados, apresentam melhor desempenho clínico que seus antecessores<sup>29,30</sup>. No entanto, apesar deste desenvolvimento, a estabilidade adesiva continua sendo um grande desafio, devido à presença aumentada de monômeros hidrófilos de baixo peso molecular na composição destes sistemas, o que os torna extremamente permeáveis<sup>31,32</sup>. Esta maior hidrofília pode permitir a sorção de água externamente a partir do ambiente bucal quando expostos a fluidos salivares e internamente a partir da dentina hidratada subjacente<sup>33</sup>.

A sorção de água e solubilidade têm impacto significativo no comportamento clínico dos materiais poliméricos<sup>19</sup>, já que a exposição em água pode resultar em alterações irreversíveis, como trincas, fissuras e degradação hidrolítica dos componentes químicos da matriz resinosa<sup>33</sup>, implicando na redução da resistência de união entre o sistema adesivo e o substrato

dentinário, comprometendo assim a durabilidade das ligações adesivas<sup>17,18,34</sup>. Os materiais podem absorver água em diferentes graus e para que isto ocorra, provavelmente devem existir condições que permitam a infiltração da água na matriz polimérica formada. Estas condições estariam relacionadas ao aspecto molecular e microestrutural do polímero<sup>34</sup>. Entre as características moleculares, estão os grupos hidroxilas pendentes capazes de formar pontes de hidrogênio com a água, os monômeros resinosos iônicos e hidrófilos, que facilitam a movimentação iônica dentro da matriz resinosa já polimerizada e presença de água residual que por um processo de atração, aproximam moléculas à estrutura<sup>35</sup>. Dentre os aspectos microestruturais estão a porosidade e a densidade das ligações poliméricas<sup>35</sup>. Sendo assim, a qualidade da rede do polímero formado determina a extensão da degradação que o ambiente aquoso pode acarretar para a matriz resinosa<sup>19</sup>.

Os sistemas adesivos testados na presente investigação diferem quanto ao tipo de solvente. De acordo com os resultados encontrados, observou-se que o sistema adesivo simplificado à base de água, independentemente da temperatura e da agitação do frasco, apresentou maiores valores de sorção de água e de solubilidade quando comparado ao sistema adesivo simplificado à base de etanol/água. Em estudos anteriores, autores concordam que a sorção de água pode variar entre sistemas adesivos, sendo dependente da composição de cada material<sup>13-15</sup>.

Já se sabe que taxa de evaporação de qualquer substância é determinada pela sua pressão de vapor<sup>2</sup>. O sistema adesivo testado que apresenta na sua composição etanol/água como solvente por possuir maior pressão de vapor em relação ao agente de união com apenas água pode ser considerado mais volátil. Diante dos resultados deste estudo, é possível sugerir que os 10 segundos de jato de ar utilizados para evaporação do solvente, no adesivo exclusivamente à base de água, não foram suficientes para sua completa remoção, permitindo presença de água residual, o que possivelmente enfraqueceu a ligação cruzada do polímero, pelo processo de plastificação, criando espaços para a maior penetração da água por entre as estruturas<sup>35,36</sup>. Em seu estudo, Ito *et al* em 2010<sup>15</sup>, mostraram que a evaporação de solventes como acetona e água em sistemas adesivos simplificados por 60 segundos com jato de ar, ainda deixaria três quartos dos solventes no adesivo. De maneira semelhante, Argolo *et al*<sup>37</sup> observaram que o tempo de espera de 60 segundos traz benefícios significativos sobre a resistência de união e o grau de conversão de sistemas adesivos convencionais simplificados com solvente a base de água/etanol. Para os autores, o tempo aumentado de 60 segundos,

provavelmente possibilitou maior evaporação do solvente, contribuindo para a redução das distâncias entre os monômeros, e conseqüentemente aumentando o GC dos sistemas adesivos.

Em 2005, Ikeda *et al*<sup>38</sup> avaliaram os valores de evaporação do solvente em agentes de união. Os resultados indicam que o tempo de 3-5 segundos preconizado pelos fabricantes é muito pouco para remover o solvente. Após o uso do jato de ar por 30 segundos, houve evaporação de apenas 38,2% e 31,8%, do teor de água dos *primers* dos sistemas OptiBond FL (convencional de três passos) e Clearfil SE Bond (autocondicionante de dois passos), respectivamente. O solvente acrescido na mistura de monômeros diminui sua viscosidade e aumenta o molhamento, porém, após a polimerização, o solvente residual é substituído por água, o que pode plastificar o polímero e reduzir suas propriedades mecânicas. Os resultados deste estudo estão de acordo com outros trabalhos<sup>15,18,39</sup>. Entretanto, esta tendência de resultado é extremamente preocupante, e um dos motivos para este evento, deve-se à incorporação aumentada de monômeros hidrófilos na mistura adesiva<sup>39</sup>. Esta condição, permite, maior sorção de água e solubilidade, podendo resultar em uma variedade de processos químicos e físicos que causam efeitos deletérios sobre a estrutura e a função de polímeros odontológicos, incluindo a sua capacidade de retenção adesiva<sup>22</sup>.

A composição monomérica dos sistemas adesivos também é fator determinante no desempenho da união. Ambos sistemas adesivos estudados possuem em sua composição o uretano, pertencente ao grupo de materiais dimetacrilato de uretano. Segundo Dhupal *et al* em 2009<sup>33</sup>, em condições normais de polimerização, o uretano é conhecido por formar pontes de hidrogênio mais fracas com moléculas de água do que o grupo hidroxila de Bis-GMA, sendo refletido pela menor densidade de energia coesiva do grupo uretano ( $1425 \text{ J/cm}^3$ ) quando em relação ao grupo hidroxila ( $2980 \text{ J/cm}^3$ ) de Bis-GMA. Devido a esta menor energia necessária no grupo uretano, as ligações de pontes de hidrogênio são mais fáceis de serem estabelecidas, o que propicia um maior ganho de água, e por sua vez, a perda dessas moléculas de água, também ocorre de maneira mais simples. Apesar dos componentes serem conhecidos, não é possível determinar precisamente a proporção de cada monômero na composição dos sistemas utilizados neste estudo. A presença de uma maior quantidade de UDMA no sistema adesivo One Coat Bond SL poderia justificar um maior ganho/perda de massa quando comparado ao sistema adesivo Adper Single Bond 2.

A agitação mecânica do frasco de adesivo através do vibrador foi instituída neste estudo como forma de aumentar a agitação das moléculas através da alteração da fluidez do agente de

união, permitindo assim uma melhor evaporação do solvente, além de padronização da técnica e isenção da variabilidade do operador. Ainda não existem evidências na literatura sobre o efeito da agitação nas propriedades mecânicas do material. Porém, existem relatos a respeito da mudança de fluidez do agente de união, uma vez que, quanto menor a viscosidade do material polimérico, maior seria a evaporação do solvente e conseqüentemente melhores propriedades mecânicas<sup>22</sup>.

Amaral *et al* em 2010<sup>40</sup>, ao avaliarem o efeito do modo de aplicação do material adesivo autocondicionante da resistência de união e infiltração na interface resina-dentina, concluíram que a agitação sobre a superfície da dentina aumenta a resistência de união do polímero formado, por acelerar a evaporação de solventes causando uma maior taxa de incorporação de monômeros dentro da camada de esfregaço. Porém, esta mesma abordagem aumenta a captação de nitrato de prata na camada híbrida, em função da elevada infiltração. Para os autores, os adesivos simplificados, por apresentarem maior quantidade de monômeros hidrófilos, contêm mais domínios capazes de se ligar com a água e, conseqüentemente, formam maiores depósitos de nitrato de prata quando submetidos à agitação do material adesivo na superfície dentinária. Esta alta captação de nitrato de prata se deve à sorção de água ser mais elevada em composições adesivas hidrófilas.

Neste estudo, na presença da agitação, apenas foi observado aumento significativo na sorção de água e na solubilidade para o adesivo à base de etanol/água. Estes achados sugerem que agitar o frasco deste sistema adesivo provavelmente possibilitou a incorporação de ar na mistura adesiva, o que acarretou em inclusão de bolhas não visíveis no espécime, permitindo maior ganho/perda de massa quando armazenados em água. Outra possibilidade para que o sistema adesivo à base de etanol/água ter tido maior ganho/perda de massa quando agitado, deve-se ao aumento da cinética molecular provocada pela agitação do frasco, resultando em maiores ligações de pontes de hidrogênio com a água, atraindo assim moléculas para a matriz adesiva. Já para o sistema adesivo à base de água, a agitação não foi estatisticamente significativa. Possivelmente, como este agente possui maior viscosidade, a agitação não foi capaz de introduzir bolhas de ar na mistura adesiva, ou o efeito foi mascarado pela já maior sorção de água e solubilidade deste sistema adesivo.

Em relação à temperatura, observou-se que o aumento da temperatura de armazenamento de frascos de adesivo resultou em valores intermediários, semelhantes estatisticamente aos observados nas temperaturas ambiente e frio. Diferentemente dos achados de Loguercio *et*

*al*<sup>41</sup>, que em investigação *in vitro*, utilizando a dentina como substrato, avaliaram o efeito da temperatura do adesivo na resistência de união, microinfiltração e espessura da camada adesiva. Concluíram que, usar sistemas adesivos à base de etanol / água a uma temperatura de 37°C ou 50°C e um sistema adesivo à base de acetona em 37°C pode melhorar o desempenho do agente de união. Segundo Ferracane *et al* 2006<sup>35</sup>, a temperatura apresenta uma relevância prática alta na cinética da reação de fotopolimerização, pois com o aumento da temperatura há uma maior mobilidade molecular devido à baixa viscosidade<sup>36</sup>.

Independentemente, do tipo de sistema adesivo e da prévia agitação, menores valores de sorção de água e solubilidade foram encontrados na temperatura ambiente, sendo estes valores estatisticamente inferiores aos observados no frio. Possivelmente, a diminuição da temperatura tornou os sistemas adesivos estudados mais viscosos, dificultando a evaporação do solvente, permitindo assim presença de solvente residual, o que facilitou para o maior ganho e perda de massa quando armazenados em água. Da mesma maneira, Alexandre *et al* em 2008<sup>20</sup>, testaram os efeitos de sistemas adesivos (Prime & Bond; Clearfil SE Bond e Adper Prompt L-Pop) na resistência de união ao esmalte aplicado em diferentes temperaturas e concluíram que a aplicação na temperatura ambiente (20°C), em esmalte, promoveu forte vínculo na união formada. Sendo assim, o armazenamento de sistemas adesivos em refrigerador parece trazer benefícios no que diz respeito à conservação do material<sup>20</sup>, entretanto, no momento da aplicação do agente de união ao substrato, estes devem estar na temperatura ambiente recomendada pelo fabricante, pois nesta condição de armazenamento, materiais adesivos estudados aturaram com menor perda e ganho de massa.

Contudo, novos estudos são necessários, uma vez que informações sobre o comportamento de materiais adesivos em diferentes fluidez ainda é insuficiente, já que esta característica pode determinar a cinética molecular da camada de adesivo e portanto um diferente desempenho clínico ao longo do tempo.

## 5 CONCLUSÃO

De acordo com as condições experimentais do presente estudo, é possível concluir que:

- A variação na sorção de água e solubilidade entre os sistemas adesivos parece estar diretamente relacionada à composição de cada material;

- A agitação mecânica do frasco teve efeito negativo sobre a dinâmica de difusão do sistema adesivo Adper Single Bond 2;
- A utilização dos agentes de união estudados na temperatura ambiente, resulta em menor perda e ganho de massa, sendo esta uma conduta clínica a ser amplamente difundida.

## ABSTRACT

**PURPOSE:** To determine the influence of storage temperature and shaking the bottle prior on the water sorption and solubility of simplified adhesive systems. **MATERIALS AND METHODS:** Two commercially available adhesives were used, based on water / ethanol - Single Bond 2 (SB2), water-based - One Coat Bond SL (OB). Bottles of these coupling agents underwent the following experimental conditions: mechanical agitation prior to application of the system (yes or no) and storage temperature (1 °C, 20 °C and 40 °C), constituting 12 experimental groups. To test water sorption and solubility were produced 72 specimens (n = 6) disc-shaped, with dimensions of 8 x 1,0 mm, from a matrix of silicone addition. **RESULTS:** Statistical differences in the interaction between the factors adhesive and agitation were found for both values of water sorption and solubility (sorption of water:  $p = 0.007$  / solubility:  $p = 0.007$ ) (ANOVA 3 - criteria,  $\alpha = 5\%$ ). The OB adhesive system showed higher water sorption and solubility, however, there was agitation in the presence of a statistically significant increase of water sorption and solubility for the adhesive SB2. With regard to temperature, lower water sorption and solubility were found at room temperature. **CONCLUSION:** According to the properties studied, the mechanical agitation of the vial may interfere with the dynamics of diffusion of the adhesive system SB2 and the use of coupling agents at room temperature probably influences positively on good clinical performance of bonding procedures.

**Keywords:** Dental bonding adhesives, longevity, sorption, solubility.

## REFERÊNCIAS

1. Van Meerbeek B, De Munck J, Yoshida Y, Inoue S, Vargas M, Vijay P. Buonocore memorial lecture. Adhesion to enamel and dentin: current status and future challenges. *Oper Dent* 2003;28: 215-235.
2. Carvalho, RM. Adesivos dentinários fundamentos para aplicação clínica. *RDR*, 1998;1:62-96.
3. Tay FR et al. Bonding of a self-etching primer to non-cariou cervical sclerotic dentin:interfacial ultra structure and microtensile bond strenght evolution. *J Adhes Dent* 2000;2:9-28.
4. Nakabayashi N, Kojima K, Masuhara E. The promotion of adhesion by infiltration of monomers into tooth substrates. *J Biomed Mater Res* 1982;16:265-73.
5. Nakabayashi N & Pashley D.H. Hybridization of dental hard tissues. Quintessence Publishing Co, Ltd, 1998.
6. Carvalho RM, Carrilho MRO, Pereira LCG, Garcia FCP, Marquezini L Jr, Silva SMD et al. Sistemas adesivos: fundamentos para a aplicação clínica. *Biodonto* 2004;2:1-89.
7. Peumans M, Kanumilli P, De Munck J, Van Landuyt K, Lambrechts P, Van Meerbeek B. Clinical effectiveness of contemporary adhesives: A systematic review of current clinical trials. *Dent Mater* 2005;219:864-71.
8. Pashley DH, Carvalho RM, Sano H, Nakajima M, Yoshiyama M, Shono Y, Fernandes CA, Tay F. The microtensile bond test: a review. *J Adhes Dent* 1999;1:299-309.
9. Eick JD, Wilko RA, Anderson CH, Sorensen ES. Scanning electron microscopy of cut tooth surfaces and identification of debris by use of the electron microprobe. *J Dent Res* 1970;49:1359-1368.
10. Santerre JP et al. Relation of dental composite formulations to their degradation and the release of hydrolyzed polymeric-resin-derived products. *Crit Rev Oral Biol Med* 2001;12:136-51.
11. Pashley EL, Zhang Y, Lockwood PE, Rueggeberg FA, Pashley DH. Effects of HEMA on water evaporation from water-HEMA mixtures. *Dent Mater* 1998;14:6-10.
12. Pashley DH, Tay FR, Carvalho RM, Rueggeberg FA, Agee KA, Carrilho M, Donnelly A, Garcia-Godoy F. From dry bonding to water-wet bonding to ethanol-wet bonding. A review of the interactions between dentin matrix and solvated resins using a macromodel of the hybrid layer. *Am J Dent* 2007;20:7-20.
13. Yiu *et al.* Solvent and water retention in dental adhesive blends after evaporation. *Biomater* 2005;25:6863-6872.
14. Yiu CKY, King NM, Pashley DH, Suh BI, Carvalho RM, Carrilho MRO *et al.* Effect of resin hydrophilicity and water storage on resin strength. *Biomater* 2004;25:5789-96.

15. Ito S, Tay FR, Hashimoto M, Yoshiyama M, Saito T, Brackett WW, Wallerg JL, Pashley DH. Effects of multiple coatings of two all-in-one adhesives on dentin bonding. *J Adhes Dent* 2005;7:133-141.
16. Tay FR, Pashley DH. Dental adhesives of the future. *J Adhes Dent* 2002;4:91-103.
17. Carrilho MRO, Carvalho RM, de Goes MF, de Hipólito V, Geraldini S, Tay FR, Pashley DH, Tjäderhane L. Chlorhexidine preserves dentin bond *in vitro*. *J Dent Res* 2007;86:90-94.
18. 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.
19. Malacarne J, Carvalho RM, de Goes MF, Svizero N, Pashley DH, Tay FR *et al*. Water sorption/solubility of dental adhesive resins. *Dent Mater* 2006;22:973-80.
20. Alexandre RS, Sundfeld RH, Giannini M, Lovadino JR. The Influence of Temperature of Three Adhesive Systems on Bonding to Ground Enamel. *Oper Dent* 2008;33:272-281.
21. Spohr AM, Correr Sobrinho L, Consani S, Sinhoreti MA, Borges GA. Effect of refrigeration on tensile bond strength of three adhesive systems. *Braz Dent J* 2001; 12:75-9.
22. Kim JW, Jang KT, Lee SH, Kim CC, Hahn SH. Effect of ultrasonic vibration on resin-dentin bonding: SEM study. *J Dent Res* 2002;81:248.
23. Miyazaki M, Platt J, Onose H, Moore BK. Influence of dentin primer application bond strength. *Oper Dent* 1996;21:167-172.
24. Uno, S, Finger, WJ. Effect of mode of conditioning treatment on efficacy of dentin bonding. *Oper Dent* 1996;21:31-35.
25. Chan KM, Tay FR, King NM, Imazato S, Pashley DH. Bonding of mild self-etching primers/adhesives to dentin with thick smear layers. *Am J Dent* 2003;16:340-6.
26. Lee J, Jang KT, Kim JW, Lee SH, Hahn SH, Kim CC. Effect of ultrasonic vibration on dentin bond strength and resin infiltration. *Am J Dent* 2003;16:404-8.
27. Castro MF, Nunes MF, Pereira NR. Effect of application mode of self-etching primers on dentin bond strength. *J Dent Res* 2002;81:161.
28. ISO 4049: 2000. Dentistry - Polymer-based filling, restorative and luting materials.
29. Hosaka K, Tagami J, Nishitani Y, Yoshiyama M, Carrilho M, Tay FR, Agee KA, Pashley DH. Effect of wet vs. dry testing on the mechanical properties of hydrophilic self-etching primer polymers. *Eur J Oral Sci* 2007;115:239-245.
30. Van Meerbeek B, Conn L Jr, Duke ES, Robinson SJ, Eick JD & Guerrero D. Correlative transmission electron microscopy examination of non demineralized and demineralized resin-dentin interface formed by two dentin adhesive systems. *J Dent Res* 1996;75: 879-888.

31. Cherosoni, S. Water movement in the hybrid layer after different dentin treatments. *Dent. Mater* 2004;20:796-803.
32. Tanaka J *et al.* Correlation of dentin bond durability with water absorption of bonding layer. *Dent Mater* 1985;18:11-18.
33. Dhanpal P, Yiu CKY, King NM, Tay FR, Hiraishi N. Effect of temperature on water sorption and solubility of dental adhesive resins. *J Dent* 2009; 37:122-132.
34. Condon JR and Ferracane JL. Reduction of composite contraction stress through non-bonded microfiller particles. *Dent Mater* 1998;14:256-260.
35. Ferracane JL. Hygroscopic and hydrolytic effects in dental polymer networks. *Dent Mater* 2006;22:211-22.
36. Pashley DH, Tay FR, Breschi L, Tjäderhane L, Carvalho RM, Carrilho M, Tezvergil-Mutluay A. State of the art etch-and-rinse adhesives. *Dent Mater* 2011;27:1-16.
37. Argolo S, Oliveira DC, Fontes CM, Lima AF, Freitas, AP, Cavalcanti AN. Effect of increased dwell times for solvent evaporation on the bond strength and degree of conversion of an ethanol-based adhesive system. *Acta Odontol Latinoam. In press* 2012.
38. Ikeda T, De Muncka J, Shiraia K, Hikita K, Inouee S, Sano H, Lambrechts P, Van Meerbeek B. Effect of fracture strength of primer adhesive mixture on bonding effectiveness. *Dent Mater* 2005;21:413-420.
39. Yiu CKY *et al.* Effect of resin hydrophilicity and water storage on resin strength. *Biomater* 2004;25:5789-5796.
40. Amaral RC, Stanislawczuk R, Zander-Grande C, Gagler D, Reis A, Loguercio AD. Bond Strength and Quality of the Hybrid Layer of One-step Self-etch Adhesive Applied with Agitation on Dentin. *Oper Dent* 2010;35:211-219.
41. Loguercio AD, Stanislawczuk R, Mena-Serrano A, Reis A. Effect of 3-year water storage on the performance of one-step self-etch adhesives applied actively on dentine. *J Dent* 2011;39: 578-87.

**ANEXO A**

**CARTA DE ACEITE DA REVISTA DENTAL PRESS DE ESTÉTICA**

Revista Dental Press de  
**Estética**

Revista Dental Press de Estética

Av. Euclides da Cunha, 1718 - Zona 5,  
CEP 87015-180

Maringá - Paraná - Brasil

Fone/Fax (0xx44) 3031-9818

E-mail: [sgprdpe@dentalpressjournals.com.br](mailto:sgprdpe@dentalpressjournals.com.br)

Maringá, segunda-feira, 14 de maio de 2012

Ilmo(a) Sr.(a)

Prof(a), Dr(a) SARYTA ARGOLO

Referente ao protocolo: 103

Classificação: Novo Artigo

Temos o prazer de informar que o manuscrito **INTE REFERÊNCIA DE FATORES RELACIONADOS À TÉCNICA DE APLICAÇÃO SOBRE AS PROPRIEDADES DA CAMADA DE ADESIVOS** foi aprovado pelo Conselho Editorial da Revista Dental Press de Estética e será publicado em breve. Lembramos que algumas modificações poderão ser solicitadas até a publicação do artigo. Obrigado por submeter seu trabalho à Revista Dental Press de Estética.

Atenciosamente,

Renata Corrêa Pascotto

Editora Científica

Ewerton Nocchi Conceição

Editor Executivo

## ANEXO B

### APRESENTAÇÃO FOTOGRÁFICA DA METODOLOGIA DO ESTUDO



Figura 1- Materiais empregados no estudo. Da esquerda para a direita estão apresentados Adper Single Bond 2 (3M ESPE) e One Coat Bond SL (Coltène, Vigodent).



Figura 2- Os adesivos dos sistemas Adper Single Bond 2 e One Coat Bond SL foram dispensados diretamente no interior da matriz de silicóna.



Figura 3- Fotoativação do sistema adesivo. Previamente a aplicação da luz, a matriz foi coberta por uma lamínula de vidro, a fim de minimizar o contato do material com o oxigênio atmosférico e fornecer corpos-de-prova com espessura plana e padronizada.

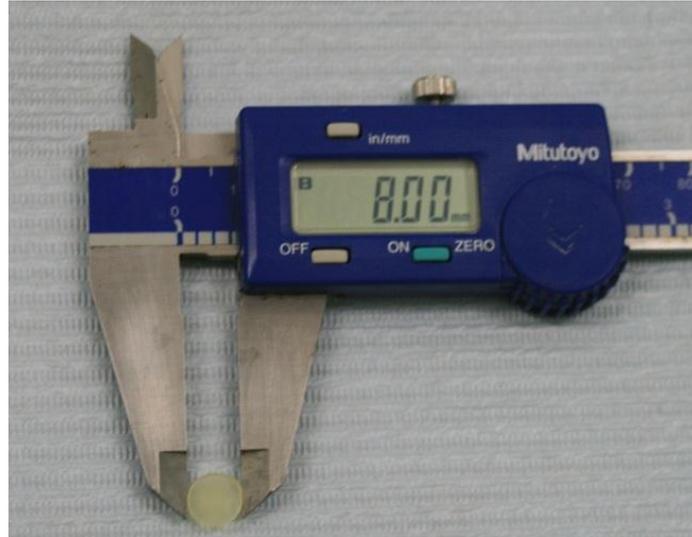


Figura 4- Aferição do diâmetro do corpo de prova em paquímetro digital para o cálculo do volume.

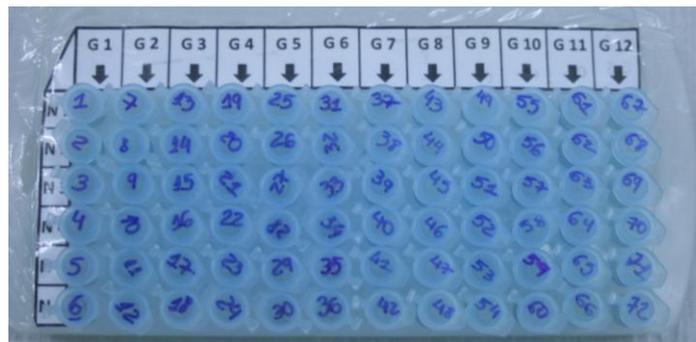


Figura 5- Armazenamento dos corpos de prova em *ependorff*.



Figura 6- Balança analítica utilizada para os procedimentos de pesagem dos corpos de prova.