

UNIVERSIDADE SANTO AMARO
PROGRAMA DE PÓS GRADUAÇÃO EM ODONTOLOGIA
DOUTORADO EM ODONTOLOGIA

Régis Cléo Fernandes Grassia Júnior

TEMPO DE EVAPORAÇÃO DO SOLVENTE NAS
PROPRIEDADES DE ADESIVOS DENTAIS.

São Paulo – SP
2024

**TEMPO DE EVAPORAÇÃO DO SOLVENTE NAS
PROPRIEDADES DE ADESIVOS DENTAIS.
RÉGIS CLÉO FERNANDES GRASSIA JÚNIOR**

Tese apresentada ao Programa de Pós-Graduação
Stricto Sensu da Universidade Santo Amaro – UNISA,
como requisito parcial para obtenção do título de Doutor
em Odontologia.

Orientador: Prof. Dr. William Cunha Brandt.

São Paulo – SP

2024

**TEMPO DE EVAPORAÇÃO DO SOLVENTE NAS
PROPRIEDADES DE ADESIVOS DENTAIS.
RÉGIS CLÉO FERNANDESA GRASSIA JÚNIOR**

Tese apresentada ao Programa de Pós-Graduação Stricto Sensu da Universidade Santo Amaro – UNISA, como requisito parcial para obtenção do título de Doutor em Odontologia. Orientador: Prof. Dr. William Cunha Brandt.

São Paulo, 06 de maio de 2024

Banca Examinadora

Prof. Dr. William Cunha Brandt

Profa. Dra. Michele Sendyk

Profa. Dra. Flavia Gonçalves

Prof. Dr. Isaias Donizeti Silva

Prof. Dr. Rafael Pino Vitti

Conceito final:

G798t Grassia Junior, Regis Cleo Fernandes.
Tempo de evaporação do Solvente nas Propriedades de Adesivos Dentais / Regis Cleo Fernandes Grassia Junior. – 2024.
44 p.: il.
Orientador: Prof. Dr. Willian Cunha Brandt.
Tese (Doutorado em Odontologia) – Universidade Santo Amaro, 2024.
Bibliografia incluída.
1. Adesivo dentinário. 2. Propriedades mecânicas. 3. Resistência. I. Brandt, Willian Cunha. II. Título.
CDD 617.6

Elaborada por Milena Braz Martins CRB-8/9974

Esta obra é dedicada a Telma Berberian, por todo o amor, incentivo, e por nunca ter deixado eu desistir sempre acreditando na vitória e superação. Telma essa obra é sua com todo o meu amor.

AGRADECIMENTOS

Quero agradecer a Deus;

Aos meus Pais;

Ao meu sogro João Berberian (in memoriam);

A minha sogra Iranuhi Berberian;

A minha noiva Telma Berberian, pelo apoio incondicional, incentivo e toda a força;

Aos meus filhos Beatriz Busatto Beréa Grassia e Pedro Busatto Beréa Grassia;

A minha enteada Tábata Berberian Szachnowicz;

Aos amigos Ivo Amadeu Jr, Renato Bezerra e Ariel Cardoso;

À todos os professores que me acompanham desde a época do Mestrado;

Aos que entraram na equipe de professores do Doutorado por todo o conhecimento recebido e amizade, em especial ao Professor Dr. Wilson Roberto Sendyk e ao Professor Dr. William Cunha Brandt, meu amigo e orientador que sem eles este trabalho não seria possível;

Ao Prof. Dr. Lívio Di Pillo (in memoriam) que foi o precursor de tudo isso, me tirando da zona de conforto e pedindo para eu ingressar no Mestrado.

À empresa Microdont pela doação de todos os materiais dessa pesquisa.

“A vida é maravilhosa se não se tem medo dela.”.

Charles Chaplin

RESUMO

O objetivo do estudo foi analisar a resistência à flexão (RF), módulo flexural (MF) e dureza Knoop (DK) de adesivos dentais existentes no mercado odontológico após diferentes tempos de evaporação do solvente. Três adesivos dentais foram selecionados para o trabalho: (MicroBond – Microdont, Ambar – FGM e SingleBond 2 – 3M), estes formaram 3 grupos: 0s de secagem, secagem com jato de ar por 10 s e 20 s as secagem foram realizadas a uma distância de 25 cm. Um diodo emissor de luz LED (BlueStar, Microdont) foi usado para a fotoativação das amostras durante 20 s. seguindo as recomendações do fabricante. Amostras retangulares (7 mm de comprimento x 2 mm de largura x 1 mm de espessura) foram confeccionadas em matriz de silicone e armazenadas 24 h em estufa a 37°C (n=10). Em seguida, RF e MF foram avaliados em uma máquina de ensaio universal (DL500 - EMIC) e DK foi aferida em microdurômetro (Shimadzu). Para análise estatística, análise de variância dois fatores e teste de Tukey ($\alpha = 5\%$) foram usados. De acordo com os resultados obtidos, o tempo de evaporação do solvente não interferiu na RF e MF dos adesivos. Entretanto, para DK, 10 s e 20 s de evaporação mostraram adesivos com maiores valores de DK. MicroBond apresentou os maiores valores de RF, MF e DK entre os adesivos.

Conclui-se que os diferentes tempos de evaporação do solvente não interferiram na RF e MF dos adesivos, mas maiores tempos de evaporação do solvente provocaram maiores valores de DK e o adesivo Microbond mostrou os maiores valores de RF, MF e DK.

Palavras-chave: Adesivo dentinário, propriedades mecânicas, resistência

ABSTRACT

The objective of the study was to analyze the flexural strength (RF), flexural modulus (MF) and Knoop hardness (DK) of dental adhesives on the dental market after different solvent evaporation times. Three dental adhesives were selected for the work: (MicroBond – Microdont, Ambar – FGM and SingleBond 2 – 3M), these formed 3 groups: 0s drying, drying with an air jet for 10 s and 20 s drying was carried out at a distance of 25 cm. An LED light-emitting diode (BlueStar, Microdont) was used to the samples for 20 s. following the manufacturer's recommendations. Rectangular samples (7 mm long x 2 mm wide x 1 mm thick) were made in a silicone matrix and stored for 24 hours in an oven at 37°C (n=10). Then, RF and MF were evaluated on a universal testing machine (DL500 - EMIC) and DK was measured on a microhardness meter (Shimadzu). For statistical analysis, two-factor analysis of variance and Tukey test ($\alpha = 5\%$) were used. According to the results obtained, the solvent evaporation time did not affect the RF and MF of the adhesives. However, for DK, 10 s and 20 s of evaporation showed adhesives with higher DK values. MicroBond presented the highest RF, MF and DK values among the adhesives.

Keywords: Dentin adhesive, mechanical properties, resistance.

LISTA DE ABREVIações:

AM	Ambar.
BD	Butanodiona.
BTDMA	Co-monômero.
CA	Camada adesiva.
CAD	Dentina afetada por cárie.
CSE.	Clearfil SE.
CQ-A	Canfor-quinons- amina.
DK	Dureza Knoop
EDC	Carbodiimida.
GC	Grau de Conversão.
LED	Diodo Emissor de Luz.
MF	Módulo Flexural.
MPa	Mega Pascal.
MEV	Microscópio Eletrônico de varredura.
MMPs	Metalloproteinasas.
NI	Nanoinfiltração.
PPD	Fenilpropanodiona.
PB	Prime & Bond.
RC	Resistência ao cisalhamento.
RF	Resistência a Flexão.
RT	Resistencia a Tração.
RU	Resistencia de União.
SoD	Dentina higida.
XPB	XP Bond.

SUMÁRIO

\

1. INTRODUÇÃO.....	11
2. REVISÃO DA LITERATURA.....	13
2.1. COMPOSIÇÃO.....	13
2.2. RESISTÊNCIA DA UNIÃO E SELAMENTO MARGINAL.....	17
2.3. SECAGEM OU EVAPORAÇÃO DO SOLVENTE.....	23
2.4. GRAU DE CONVERSÃO E RESISTÊNCIA A FLEXÃO.....	26
3. OBJETIVOS	29
4. MATERIAL E MÉTODOS	30
4.1. ANÁLISE ESTATÍSTICA	34
5. RESULTADOS	35
6. DISCUSSÃO	37
7. CONCLUSÃO.....	30
8. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	40

1. INTRODUÇÃO

Os adesivos dentais surgiram com a finalidade de reter e diminuir a microinfiltração das restaurações de compósitos. Desde a sua criação em 1965 por Bowen, estudos são realizados para a criação de adesivos com melhores propriedades, apresentando valores mais altos de resistência de união **(Cardoso et. al. 2019)**. Essa evolução tem proporcionado o desenvolvimento de técnicas restauradoras conservadoras, com melhorias no selamento marginal dente/restauração **(Borges et. al. 2012)**.

Contudo, os adesivos dentais constituem o elo mais fraco das reabilitações, muitas vezes não evitando o surgimento de fendas marginais, e conseqüentemente, o aparecimento de cáries secundárias e/ou aumento da sensibilidade dentinária **(Kemp et. al.1990)**. Essa limitação do sistema de união pode acarretar a necessidade da substituição das reabilitações e portanto, desgaste de tecido dental sadio além de aumento de custos monetários. Esse problema pode ocorrer devido à baixa resistência mecânica do adesivo frente à tensão gerada pela contração de polimerização dos compósitos, o adesivo é o elo mais fraco da ligação dente/restauração além da fragilidade de sua estrutura polimérica muitas vezes porosa devido à presença de componentes hidrófilos e solventes em composição **(Sano et. al. 1995)**. Por isso, com o intuito de melhorar a durabilidade da interface adesiva e suas propriedades mecânicas o mercado odontológico produzindo diferentes adesivos dentais **(Van Landuyt et al. 2007)**, **(Conde et. al. 2009)**, **(Giannini et. al. 2011)**, **(Saran et. al. 2017)**. Cada fabricante promete na composição que visam reduzir as limitações dos adesivos, seja a contração de polimerização, aumento da resistência coesiva e da qualidade do polímero formado, promovendo um melhor selamento da interface de união.

Outra característica importante entre os diferentes adesivos disponíveis comercialmente, é a quantidade de solvente presente em suas composições. O excesso de solvente pode prejudicar a reação de polimerização, levando a diminuição das propriedades dos adesivos. Por isso, uma correta e efetiva evaporação do solvente previamente a polimerização do adesivo é importante. **(Borges et. al. 2012)**

Novas formulações de adesivos dentais foram lançadas no mercado e são

importantes a fim de melhorar o desenvolvimento de agentes de união com melhores propriedades físico-mecânicas **(da Silva et. al. 2018)**. Portanto torna-se interessante avaliar as propriedades mecânicas de diferentes adesivos comercialmente disponíveis no mercado odontológico. Dessa forma, o objetivo desse estudo foi avaliar a resistência à flexão (RF), módulo flexural (MF) e dureza Knoop (DK) de adesivos dentinários existentes no mercado odontológico após diferentes tempos de evaporação do solvente.

As hipóteses do trabalho foram que tempos maiores de evaporação do solvente produziram adesivos com maiores propriedades mecânicas e que os diferentes adesivos mostrariam diferentes propriedades mecânicas entre si.

2. REVISÃO DA LITERATURA

2.1. COMPOSIÇÃO

Observando as lesões de Classe V Kemp-Scholte et al. notaram a presença de diversas lacunas nas margens das restaurações, resultante da contração de polimerização. Em um estudo In-Vitro os pesquisadores observaram que quando incorporado materiais flexíveis entre o adesivo e o material restaurador, apresentou uma redução dessas lacunas mostrando uma maior integridade marginal com redução das tensões de contração de 20% a 50% após a polimerização. O autor acredita que uma redução da rigidez dos materiais restauradores através de uma camada intermediária mais flexível, compensando parte da tensão que poderia exceder a resistência a união. **(Kemp-Scholte et. al. 1990).**

Em uma revisão de literatura com publicações entre os anos de 1983 a 1992, quando o Scotchbond foi introduzido ao mercado, Kadt separou publicações que tratavam de colagem dentária com estudos in vivo e in vitro, o autor observando a literatura durante um período de 10 anos notou que as expectativas criadas pelo fabricante, quanto ao selamento marginal não atingiu este nível clinicamente **(Kadt et. al.1993).**

Na tentativa de eliminar a dor pós-operatória as empresas buscaram adesivos sem o uso do ataque ácido. O uso dos adesivos autocondicionantes apresentou redução da dor pós-operatória **(Swift Jr. et. al. 2001).**

A durabilidade das restaurações depende das suas propriedades mecânicas, para testar a viscosidade com maior precisão Sadr et, al. usou uma técnica de nanoindentação. Esta técnica permite observar as propriedades viscoelásticas lineares no plano das camadas adesivas dentárias. Os dados apresentados no mostraram um modelo viscoelástico para todos os materiais ($R > 0,9999$). SIB e CTS apresentaram maior conformidade com a fluência em comparação com SBP e E. Os valores de módulo obtidos pelo modelo foram 4,0, 2,6, 2,4 e 4,2GPa para CSE, CTS, SIB e SBP, respectivamente. O software padrão de nanoindentação projetado para materiais independentes do tempo superestimou significativamente os valores do módulo em até 2,5 vezes. Como conclusão o autor obteve como os resultados esperados, os adesivos testados apresentaram comportamento viscoelástico

dependente do tempo. As técnicas de avaliação mecânica desenvolvidas para materiais independentes do tempo ignoram este comportamento e podem não ser apropriadas para adesivos dentários **(Sadr et. al. 2008)**.

Novos adesivos dentários e resinas composta são lançados no mercado com especial foco na sua facilidade de utilização, reduzindo o número de componentes e/ou etapas clínicas os exemplos mais recentes são os adesivos universais. Embora os profissionais prefiram materiais polivalentes com tempo de aplicação mais curtos, a simplificação dos procedimentos nem sempre alcança os melhores resultados clínicos. Esta revisão resume as evidências atuais sobre materiais restauradores. adesivos com foco em adesivos universais e resinas compostas universais. Entretanto o comportamento clínico dos adesivos universais tenha superado as expectativas, os dentistas ainda precisam condicionar o esmalte para obter restaurações duráveis; (b) não há evidências clínicas que respaldem algumas das técnicas adjuvantes populares usadas com adesivos dentários, incluindo dessensibilizantes à base de glutaraldeído e inibidores de metaloproteinase de matriz; e (c) o potencial de adaptação de cores das novas resinas compostas universais simplificou sua aplicação clínica ao combinar múltiplas tonalidades sem usar diferentes translucidezes da mesma tonalidade. Os novos materiais restauradores adesivos são mais fáceis de usar do que os seus antecessores, ao mesmo tempo proporcionam excelentes resultados clínicos sem comprometer a qualidade estética das restaurações. **(Perdigão et. al. 2008)**.

Com o objetivo de abordar conceitos contemporâneos em materiais estéticos odontológicos adesivos com ênfase nas evidências de seu uso clínico. A odontologia adesiva passou por grandes transformações nos últimos 20 anos. Novos adesivos dentários e resinas compostas têm sido lançados com especial foco na sua facilidade de utilização, reduzindo o número de componentes e/ou etapas clínicas. Os exemplos mais recentes são os adesivos universais e as resinas compostas universais. Embora os médicos prefiram materiais polivalentes com tempos de aplicação mais curtos, a simplificação dos procedimentos clínicos nem sempre resulta nos melhores resultados. com o avanço da odontologia estética, cargas foram adicionadas aos adesivos para aumentar a sua resistência. Um estudo realizado por Conde et.al. para avaliar o teor de carga ideal para o adesivo, estes criaram um adesivo com nanocargas de sílica com diversas percentagens em peso: R0=0%; R1=1%; R3=3%; R5=5% e R10=10%. Foram confeccionadas 20 amostras em formato de Haltere com área de seção transversal de 0,5mm e com velocidade de cruzeta

foram tracionados até a fratura. Para calcular a resistência coesiva foi usada a unidade em MPa por 25 s. Os dados foram submetidos à análise de one-way e teste de Tukey ($\alpha=0,05$) e à análise de Weibull. Após a coleta dos dados a conclusão do autor foi que ao se adicionar 10% de carga em peso houve uma melhora na resistência coesiva do adesivo, não interferindo na confiabilidade estrutural e nem no grau de conversão **(Conde et. al. 2009)**.

Na intenção de melhorar a união adesivo-resina Giannini et. al. realizaram adições de carga ao adesivo e um trabalho para testar a resistência Biaxial e o módulo de flexão. Foram testados os sistemas não preenchidos (Adper Single Bond (3M ESPE), Prime and Bond 2.1 (Dentsply)) e preenchidos (Adper Single Bond Plus [3M ESPE] e prime and Bond NT [Dentsply]). Os resultados dos testes mostraram que o Prime e Bond NT (preenchido) exibiram maior resistência à flexão e módulo do que Prime e Bond (sem preenchimento), para os parâmetros de comparação entre o Single Bond e Single Bond 2 não houve diferenças significantes. O autor concluiu que adição de cargas aos agentes adesivos pode aumentar a resistência à flexão e o módulo; no entanto, os resultados dependem do produto **(Giannini et. al. 2011)**.

Os sistemas adesivos de ataque ácido e enxague são os mais antigos de múltiplas gerações de sistemas de colagem de resina. Na versão de 3 etapas envolvem condicionamento ácido, primer e aplicação de adesivo separado. Cada etapa pode atingir vários objetivos. O condicionamento ácido, usando ácido fosfórico 32-37% (pH 0,1-0,4), não apenas condiciona simultaneamente o esmalte e a dentina, mas o pH baixo mata muitas bactérias residuais presentes na dentina com lesão criogênica, ainda é o adesivo mais usado na odontologia. Alguns condicionadores incluem compostos antimicrobianos, como o cloreto de benzalconio, que também inibe as metaloproteinases de matriz (MMPs) na dentina. Os primers são geralmente soluções ricas em água e HEMA que garantem a expansão completa da rede de fibras de colágeno e umedecem o colágeno com monômeros hidrofílicos. No entanto, a água sozinha pode expandir a dentina seca e também pode servir como veículo para inibidores de proteases ou agentes de reticulação de proteínas que podem aumentar a durabilidade das ligações resina-dentina. No futuro, o etanol ou outros solventes isentos de água poderão servir como primers desidratantes que também podem conter metacrilatos de amônio quaternário antibacteriano para inibir as MMPs dentinárias e aumentar a durabilidade das ligações resina-dentina. A evaporação

completa dos solventes é quase impossível. Na evolução do adesivo os fabricantes sem solventes podem selar as interfaces resina-dentina com resinas hidrofóbicas que também podem conter flúor e compostos antimicrobianos. Os adesivos de ataque e enxague produzem ligações resina-dentina mais altas e mais duráveis do que a maioria dos adesivos de 1 e 2 etapas. **(Pashley et. al. 2011).**

Loguercio et. al. realizaram um trabalho para avaliar o efeito da temperatura do adesivo na resistência de união resina-dentina (μ TBS), nanoinfiltração (NI), espessura da camada adesiva (CA) e grau de conversão (GC) de etanol/água e acetona- sistemas adesivos baseados em PB (etch-and-rinse). Os adesivos foram mantidos com temperatura 5°C, 20°C, 37°C e 50°C por 2 horas antes da aplicação nas superfícies dentinárias desmineralizadas de 40 molares. As amostras foram preparadas para testes μ TBS, palitos foram colados (0,8 m), uma tensão de (0,5 mm/min) foi gerada para os testes. Três palitos foram colados em cada dente, mergulhados em Nitrato de prata e analisados por um MEV. Os autores concluíram que poderia ser útil um adesivo aplicado à a 37°C ou 50°C a base de etanol/água e um adesivo à base de acetona a 37°C. a temperatura melhora o desempenho adesivo **(Loguercio et. al. 2011).**

Azad et. al. realizaram um estudo para avaliar o efeito na composição e concentração do fotoiniciador, estrutura química do monômero, da matriz e incorporação de nanopartículas nas propriedades físicas e mecânicas de um agente adesivo dentinário experimental. Para isso ele incorporou diferentes concentrações do sistema canforquinona-amina (CQ-A), butanodiona (BD) e fenilpropanodiona (PPD), como fotoiniciador, BTDMA, como co-monômero contendo grupos ácido carboxílico, e nanopartículas de sílica como carga inorgânica de reforço. em um adesivo dental experimental à base de metacrilato. O efeito desses ingredientes, como variáveis independentes, na cinética de contração, resistência e módulo de flexão e resistência de união ao microcisalhamento dos adesivos foi então investigada. Os resultados foram analisados por meio de ANOVA unidirecional e teste post-hoc de Tukey ao nível de $p=0,05$. Os resultados indicam que a eficiência do sistema iniciador CQ-A é diminuída na presença do monômero ácido BTDMA enquanto a fotopolimerização progride eficientemente com BD como iniciador. O PPD apresenta a menor eficiência na fotopolimerização dos adesivos. O BTDMA como monômero com capacidade de interação com a estrutura dentária fornece adesivo com resistência de união e ao microcisalhamento à dentina. A incorporação de

nanopartículas de sílica em baixas concentrações aumenta a resistência à flexão ao microcisalhamento do adesivo da dentina. Este trabalho foi feito para entender a relação estrutura propriedade em adesivos dentários pode auxiliar na seleção de materiais em odontologia clínica. O estudo elucida a relação entre estrutura do monômero, tipo de iniciador e nanocarga e propriedades físicas e mecânicas em adesivos dentários. **(Azad et. al. 2018).**

Dressano et. al. realizaram um trabalho para estudar a degradação das restaurações com o uso de adesivos. A química dos adesivos dentários à base de resina é crítica para sua interação com os tecidos dentários e estabilidade de ligação a longo prazo. Mudanças na composição dos adesivos dentários influenciam as principais propriedades físico-químicas dos materiais, como taxa e grau de conversão, sorção de água, solubilidade, resistência e módulo de flexão e resistência coesiva e melhoram a biocompatibilidade com os tecidos dentários. A manutenção de uma reatividade adequada entre fotoiniciadores e monômeros é importante para as propriedades ideais dos sistemas adesivos, a fim de permitir uma polimerização adequada e melhores propriedades químicas, físicas e biológicas. O objetivo deste estudo é revisar o estado da arte atual dos adesivos dentários, e sua composição química características que influenciam a reação de polimerização e subsequentes propriedades e desempenho dos materiais. **(Dressano et. al. 2020).**

2.2. RESISTÊNCIA DA UNIÃO E SELAMENTO MARGINAL

Dunn et. al. realizaram um trabalho para verificar resistência ao cisalhamento e à flexão de três adesivos comerciais que utilizam técnicas diferentes de aplicação. Para este estudo foram usados o Scotchbond MP, o Single Bond e o Clearfil SE. Não foi observada nenhuma diferença significativa quanto aos testes de resistência de união ($P > 0,05$) dentro de um mesmo grupo. Entre dois métodos de testes de cisalhamento diferenças significativas foram encontradas ($P < 0,05$), SBMP = 21,2 +/- 4,0 MPa, SNGB = 24,3 +/- 4,7 MPa, CLSE= 24,6 +/- 4,4 MPa; na resistência à flexão foram encontrados: SBMP= 34,6 +/- 9,3 MPa, SNGB = 31,9 +/- 6,9 MPa, CLSE= 34,3 +/- 4,7 Mpa. Nos testes de cisalhamento os corpos de prova falharam em 54% na dentina com 41,6 % na interface adesiva e falhas no compósito de 4,2%. Quanto a resistência a flexão as amostras falharam na interface adesiva (83,3 %) e no compósito (16,7%). O teste de resistência de união foi semelhante em todos os

grupos. Houve uma diferença significativa ($P < 0,0001$) na análise do modo de falha entre os dois métodos de tetes. **(Dunn et. al. 2001).**

Hashimoto et. al. estudaram a degradação da união dos adesivos com a dentina realizou um trabalho com vários adesivos. Para isso foram construídas vigas adesivas resina-dentina para a utilização de dois adesivos (One-Up Bond F/sistema de primer autocondicionante e One Bond/adesivo total-etch) e mais dois grupos experimentais adesivo úmido e seco para a realização da colagem, as amostras foram embebidas em água por 24 horas (grupo controle) e 6 e 12 meses. Por meio de um MEV foi realizada uma fractografia e após 12 meses de exposição à água foi observada uma redução estatisticamente significativa da resistência de união na faixa de ($p < 0,05$). As amostras foram eluídas da camada híbrida dos adesivos. alterações micromorfológicas foram encontradas devido a hidrólise do colágeno com o adesivo total-etch para o modo de colagem a seco. Essas alterações de acordo com a resistência de união do adesivo total-etch. O maior problema com os adesivos parece ser o selamento marginal **(Hashimoto et. al. 2003).**

Brackett et. al. realizaram um estudo para comparar o selamento ao longo da margem da restauração na interface com a dentina e esmalte, com o uso de adesivos convencionais e autocondicionantes. Foram usados 3 sistemas de adesivos autocondicionantes. Adper Prompt L-Pop (M Espe), iBond GI (Heraeus Kulzer) e Tyrian SPE (Bisco). um adesivo de duas fases, Adper ScotchBond Multi-Purpose (3M Espe) um grupo de adesivos autocondicionante também foi submetido a um ataque ácido prévio. O autor percebeu que quando as instruções de uso foram seguidas não apresentou diferenças significativa em nenhum adesivo ao longo das margens **(Brackett et. al. 2006).**

Osório et. al. realizaram um trabalho para investigar a degradação da ligação resina/ dentina após 1 ano de armazenamento em água. Ao final do trabalho ele concluiu que o grau de degradação dependia do material usado. A maior durabilidade da ligação material- dentina foi observada no uso dos adesivos condicionadores com enxague e nos autocondicionantes de 2 fases, os adesivos de pH muito baixo tiveram falhas severas na ligação após 1 ano de armazenamento em água **(Osório et. al. 2008).**

Um estudo realizado por Mazoni et. al. para avaliar a capacidade de um primer contendo 1-etil-3 (3-dimetilaminopropil) carbodiimida (EDC) em melhorar a resistência de união imediata de sistemas adesivos autocondicionantes ou condicionadores e

enxaguados e para estabilizar as interfaces adesivas ao longo do tempo. Um outro objetivo foi investigar o efeito do EDC na atividade das MMPs dentinárias utilizando análise zimográfica. Molares recém-extraídos (n=80, 20 para cada grupo) foram selecionados para realização de testes de resistência de união por microtração. Os seguintes grupos foram testados, imediatamente ou após 1 ano de envelhecimento em saliva artificial: G1: primer Clearfil SE (CSE) aplicado sobre dentina não condicionada, pré-tratada com solução aquosa de EDC 0,3M por 1min e colada com CSE Bond; G2: igual ao G1, mas sem pré-tratamento com EDC; G3: dentina condicionada com ácido (ácido fosfórico a 35% por 15s) pré-tratada com EDC 0,3M e posteriormente colada com XP Bond (XPB); Grupo 4 (G4): igual ao G3 sem pré-tratamento com EDC. Além disso, a atividade da quera e na dentina em pó tratada com CSE e XPB com e sem pré-tratamento com EDC foi analisada usando zimografia de gelatina. O uso do condicionador contendo EDC 0,3M não afetou a resistência de união imediata dos sistemas adesivos XPB ou CSE ($p>0,05$), enquanto melhorou a resistência de união após 1 ano de envelhecimento ($p<0,05$). O pré-tratamento com EDC seguido pela aplicação de CSE resultou em uma inativação incompleta das MMPs, enquanto o pré-tratamento com EDC seguido pela aplicação de XPB resultou em uma inativação quase completa das gelatinases dentinárias. Os resultados do μ TBS e da zimografia apoiam a eficácia do EDC ao longo do tempo e revelam que as alterações na matriz dentinária promovidas pelo EDC não são dependentes do sistema adesivo **(Mazoni et. al. 2018)**.

Com a evolução dos materiais na odontologia adesiva estes materiais evoluíram de 2 para os 3 passos, com o condicionamento ácido realizado previamente, lavado e seco com jatos de ar e um primer antes do adesivo. Considerado padrão ouro pelos profissionais clínicos e pela comunidade científica eles evoluíram até os atuais adesivos autocondicionantes. Uma revisão bibliográfica com metanálise realizada por Isolan et. al. mostrou que os adesivos com condicionamento ácido prévio produziam uma melhor e mais reunião com os tecidos dentina/esmalte do que os autocondicionantes **(Isolan et. al. 2018)**.

Cardoso et. al. avaliaram a resistência de união imediata e após 6 meses à dentina de adesivos universais usados em estratégias de adesão condicionante e autocondicionante. Os adesivos testados foram Ambar Universal, G-Bond, Single Bond Universal, Tetric N-Bond Universal e YBond Universal. Os adesivos padrão ouro (Scotchbond Multipurpose Plus e Clearfil SE Bond) foram controles. A resistência de

união à dentina por microtração (n=5 dentes), o pH e a conversão C=C (n=3) foram avaliados. Os dados foram analisados em $\alpha=0,05$. Todos os adesivos apresentaram diferenças no pH. Ybond apresentou agressividade intermediária forte, enquanto os demais foram ultraleves. A conversão C=C foi diferente na maioria dos adesivos. Na estratégia de ataque e enxague, todos os adesivos apresentaram resultado semelhantes em geral, exceto o G-Bond, que apresentou menor resistência de união do que a maioria dos adesivos. G-Bond e Tetric-N-Bond apresentaram menor resistência de união após 6 meses em comparação com 24 horas, enquanto os outros adesivos apresentaram ligações estáveis à dentina. Na estratégia autocondicionante, o G-Bond apresentou menor resistência de união que a maioria dos adesivos. Após 6 meses, o Ambar foi o único adesivo que apresentou menor resistência de união à dentina em comparação com 24 horas. A maioria dos adesivos apresentou quedas discretas na resistência de união durante o envelhecimento quando utilizados na estratégia autocondicionante. Os modos de falha também foram dependentes do material, com um padrão geral de aumento de falhas adesivas e/ou de pré-teste após armazenamento. Concluindo, o desempenho de adesão dos adesivos universais à dentina depende do material. A maioria dos adesivos apresentou ligações estáveis à dentina com resultados comparáveis aos materiais padrão-ouro, particularmente quando aplicados no modo autocondicionante. Em geral, parece que o uso de adesivos universais em dentina não deve ser precedido de condicionamento ácido fosfórico. **{Cardoso et. al. 2019}**.

Da Silva et.al. realizaram uma revisão sistemática sobre os adesivos dentários para comparar a resistência de união de adesivos universais com sistemas condicionantes e autocondicionantes em dentes decíduos. Métodos: A busca foi nas bases de dados PubMed® / Medline, Scopus®, LILACS, Embase® e Web of Science™ sem restrições. Dois revisores selecionaram independentemente os estudos, extraíram os dados e avaliaram o risco de viés. Comparações diretas entre adesivos universais nos modos condicionador e enxaguado (UER) e autocondicionante (USE) e sistemas condicionador e enxaguado (ER) e autocondicionante (SE) foram realizadas considerando diferentes substratos (esmalte e dentina hígidos, e dentina cariada) através de meta-análises de efeitos aleatórios. Uma meta-análise de comparações de tratamentos mistos também foi realizada comparando a resistência de união de todas as abordagens adesivas na dentina hígida.

Dos 3.276 estudos potencialmente elegíveis, 18 adesivos foram selecionados para a análise de texto completo e 8 foram incluídos na revisão sistemática. Todos os estudos incluídos nas metanálises avaliaram um adesivo universal suave (Scotchbond™ Universal). Em comparações diretas, não houve diferença entre USE e SE para esmalte sadio (diferença média é igual a 5,22; intervalo de confiança de 95 por cento é igual a -9,09 a 19,52). Na dentina cariada, os resultados favoreceram apenas o ER em relação ao USE (MD é igual a -3,88; IC 95% é igual a -7,40 a -0,37). Na dentina hígida, os valores de resistência de união do UER foram superiores aos do ER (MD igual a 5,50; IC 95% igual a 4,03 a 6,96). A probabilidade de classificação mostrou que o melhor tratamento para dentina hígida foi o UER.

Dados agrupados in vitro sugerem que um sistema adesivo universal suave pode substituir os sistemas de condicionamento ácido e autocondicionante para restauração de dentes decíduos. **(da Silva et. al. 2021).**

Hirocane et. al. investigaram as mudanças nas resistências de união no esmalte com o uso de adesivos universais na fase inicial da criação da amostra e avaliar o efeito da aplicação de camada dupla, na eficácia da união do esmalte usando diferentes modos de condicionamento. Foram utilizados quatro adesivos universais, Clearfil Universal Bond Quick, G-Premio Bond, Scotchbond Universal e Tokuyama Universal Bond. O sistema adesivo autocondicionante de duas etapas Clearfil SE Bond foi usado como comparação. Quinze espécimes por grupo foram utilizados para determinar a resistência a cisalhamento (SBS) ao esmalte bovino no modo condicionador e enxaguar o autocondicionante. O adesivo foi aplicado nas amostras de acordo com as instruções do fabricante (aplicação de camada única) ou o adesivo foi aplicado duas vezes (aplicação de camada dupla). As amostras coladas foram armazenadas em água destilada a 37 °C por 5 min ou 1, 6, 12 ou 24 h antes do teste de SBS. As propriedades de flexão da resina composta Clearfil AP-X foram medidas para os mesmos períodos de armazenamento. Todos os adesivos universais exibiram valores aumentados de SBS com períodos prolongados de armazenamento, independentemente da técnica de aplicação ou modo de ataque utilizado. A aplicação de camada dupla foi associada a valores de SBS mais elevados do que a aplicação de camada única para a maioria dos adesivos universais durante o mesmo período de armazenamento. O pré-condicionamento com ácido fosfórico e a aplicação de dupla camada de adesivos universais resultaram em aumento da resistência de união do esmalte na fase inicial da colagem dos espécimes **(Hirocane et. al. 2021).**

Um estudo realizado por Carvalho et.al. avaliando trabalhos observou que o selamento imediato da dentina pelos adesivos tinham uma melhora nas suas propriedades mecânicas e com a adição imediata das resinas fluidas a resistência a microtração aumentava ainda mais (**Carvalho et al 2021**).

Desde a introdução dos adesivos dentais por Bowen em 1965, estudos de laboratório avaliam formulações de adesivos para a melhora das propriedades físicas e químicas, tentando encontrar uma composição que propicie uma maior resistência de união e principalmente um maior selamento marginal, uma das principais causas das falhas das restaurações adesivas. Tsujimoto et. al., ainda neste trabalho realizaram um levantamento dos testes de resistência a Fadiga, e identificaram um risco de viés, com uma carga incidindo sobre um ponto e aumentando até a fratura do corpo de prova. O autor propôs então um teste de ciclagem que reproduz as forças mastigatórias com uma maior fidelidade reduzindo a chance de viés (**Tsujimoto et. al. 2022**).

Falacho et. al. avaliaram o uso do dique de borracha para o selamento absoluto no uso dos adesivos dentais. O autor observou que o uso deste dispositivo aumentou a resistência de união e ao cisalhamento.

O autor preparou cavidades no esmalte nas faces vestibular, mesial, distal e lingual de trinta terceiros molares humanos (n=20). Foram preparadas talas para manter os espécimes presos aos voluntários dentro da cavidade oral.

Quatros cilindros de resina composta foram colados a cada dente com um dos dois agentes adesivos (OptiBond FL e Prime & Bond active) com ou sem isolamento absoluto.

A resistência ao cisalhamento (RC) foi testada em uma máquina de ensaios universal e os modos de falha foram avaliados.

O nível de significância foi determinado em 5%.

Todas as comparações pareadas foram comparadas e revelaram diferenças estatísticas ($p < 0,05$)

Os maiores valores médios de resistência ao cisalhamento foram obtidos nos grupos experimentais de dique de borracha independentemente do sistema adesivo. O grupo OptiBond FL com isolamento absoluto apresentou os maiores valores médios de resistência de união. Os modos de fratura para amostras coladas sem isolamento absoluto foram adesivos e coesivos dentro do esmalte, enquanto os grupos experimentais com isolamento absoluto revelaram apenas fraturas coesivas.

Os autores concluíram que o isolamento absoluto com dique de borracha aumenta a resistência de união ao esmalte, independentemente do sistema adesivo. O sistema de ataque; ácido total em três etapas OptiBond FL proporcionou valores de resistência de união significativamente mais elevados em ambas condições do experimento **(Falacho et. al. 2023)**.

Jaagi et. al. avaliaram a resistência ao cisalhamento de cinco adesivos comerciais os adesivos foram testados após a aplicação em esmalte e dentina e após um envelhecimento termocíclico de 10000 ciclos. Foram testados os adesivos Adhese Universal, Clearfil universal, Bond Quick, G-Premio Bond, Primer & Bond ativo e Scotchbond Universal Plus, para o grupo controle foi usado sistemas de dois frascos (OptiBond FL e G-2. As amostras foram levadas ao microscópio eletrônico de varredura para avaliação da interface de adesividade. Os autores encontraram diferenças significativas nos resultados de resistência ao cisalhamento entre os cinco adesivos Universais testados. Os valores mais baixos observados para dois sistemas adesivos livres de 2-hidroxietilmetacrilato (HEMA). O envelhecimento termocíclico não reduziu significativamente os valores de resistência ao cisalhamento mostrando que a ligação inicial permaneceu estável. Os cinco adesivos de frascos único podem ser usados com segurança pois mostraram valores de resistência ao cisalhamento semelhantes ou até maiores que os adesivos de 2 frascos **(Jaggi et. ai. 2024)**.

2.3. SECAGEM OU EVAPORAÇÃO DO SOLVENTE

Klein Júnior et.al. realizaram um estudo para avaliar o efeito de um jato de ar quente ou frio para a secagem do solvente e avaliar a resistência de união resina/dentina na microtração, o padrão de nanoinfiltração (SEM), o grau de conversão (DC) e as taxas de evaporação de solvente de um sistema adesivo de duas etapas à base de etanol/água (Adper Single Bond, [SB] 3MESPE) e à base de acetona (Prime & Bond 2.1, [PB] Dentsply), Os adesivos foram aplicados em superfícies dentinárias desmineralizadas. Para SE, um jato de ar seco quente ou frio (10 s) foi realizado antes da ativação da luz (10 s). Varas coladas (0,8 mm²) foram testadas em tensão de (0,5 mm/min). Dois palitos colados de cada dente foram imersos em solução de nitrato de prata a 50% (p/v) (24 h), fotorrevelados (8 h) e analisados por MEV. A DC e a taxa de evaporação do solvente dos adesivos foram avaliadas em FTIR e balança analítica, respetivamente. Os dados foram analisados

por ANOVA a dois fatores e teste de Tukey ($\alpha=0,05$). Como conclusão o autor acredita que o uso do ar quente melhorou a resistência de união e a qualidade da camada híbrida e menor infiltração pois diminui a quantidade de poros na camada adesiva **(Klein-Júnior et. al. 2008)**.

Reis et. al. avaliaram a secagem de um adesivo, para a evaporação do solvente usando ar quente e ar frio para verificar se a evaporação do solvente. Os corpos de prova de cada período foram imersos em solução de nitrato de prata a 50%, para observar se o tempo de secagem interferiu na resistência de união resina/dentina (microTBS) imediata (IM) e aos seis meses (6M). Foram utilizados dois adesivos de dois passos, o (Adper Single Bond (SB) e prime & Bond 2.1 PB). Após desmineralização da superfície os adesivos foram aplicados um jato quente ou frio de ar seco (10 segundos) foi aplicado seguido de ativação por luz (10 segundos). Passado 24 horas de armazenamento em água, os corpos de prova foram seccionados nas direções “x” e “y”, obtendo-se palitos colados em torno de 0,8 mm² para serem testados imediatamente ou após seis meses de armazenamento em água. Os corpos de prova de cada período foram imersos em solução de nitrato de prata a 50%. Ambos os adesivos apresentaram reduções no microTBS após 6M em ambas as temperaturas do ar **(Reis et. al. 2010)**.

Borges et. al. realizaram um estudo avaliando 9 sistemas de adesivo de frasco único, Adper Single Bond 2 (SB), Adper Easy One (EO), One Up Bond F Plus (OUP), One Coat Bond SL (OC), XP Bond (XP), Ambar (AM), Natural Bond (NB), GO e Stae. O objetivo do estudo foi de avaliar o efeito de cinco métodos de volatilização de solvente no grau de conversão (DC) usando análise de infravermelho por transformação de Fourier/refletância total atenuada (FTIR/ATR). Os sistemas adesivos foram aplicados a um palito de seleneto de zinco e 1) Polimerizados sem volatilização do solvente 2) deixados em repouso por 10 segundos antes da polimerização, 3) deixados em repouso por 60 segundos antes da polimerização, 4) secos com jato de ar por 10 segundos antes da polimerização e 5) seco com um jato de ar durante 60 segundos antes da polimerização. DC foi calculada, as médias de CD de cada material foram analisadas por análise de variância unidirecional e teste post hoc de Tukey ($p<0,05$). A DC dos sistemas adesivos GO e Stae não foi afetada pelas cinco condições. A secagem ao ar por 60 segundos antes da cura produziu o maior DC para SB, EO e OC. O tempo prolongado de volatilização do solvente (60 segundos), com ou sem secagem ao ar antes da cura, proporcionou o maior DC para

AM, NB, XP e OUP. Assim, a conversão de monômeros de sistemas adesivos dependia do material. Em geral, os modos de secagem ao ar passivo ou ativo de 60 segundos para volatilizar solventes antes da cura aumentaram o grau de conversão para os sistemas simplificados de frasco único. **(Borges et. al. 2012).**

Barbosa et.al. observaram em seu trabalho que o modo e o tempo de secagem do solvente influenciam nas propriedades físicas dos adesivos como na resistência a tração, (RT), resistência a flexão (RF) e módulo de elasticidade (ME). Para trabalho os autores usaram dois sistemas adesivos o Scotchbond Multipurpose (SBMP) e Clearfil SE (CSEB). Para este estudo os autores criaram amostras retangulares medindo (2X1X7mm) com 10ul de adesivo e o solvente foi evaporado com spray de ar a +/- 23 graus C e 40 +/- graus C e um grupo com secagem sem spray de ar. Os resultados mostraram que a evaporação a 40=-/1 grau C melhorou o módulo de elasticidade para os dois adesivos em todos os tempos de evaporação, não houve diferença significativa entre tempos e modos de evaporação para o módulo de resistência a tração. O autor acreditava que o módulo de elasticidade poderia melhorar na temperatura de 40 +/-1 grau em todas as amostras. **(Barbosa et. al. 2020)**

Nos dentes decíduos a ligação com os adesivos sempre foi mais difícil devido a orientação dos prismas de esmalte, em um trabalho de revisão sistemática realizado por da Silva C L em 2021 mostrou que para os dentes decíduos o uso de um sistema adesivo universal suave mostrou uma melhor performance do que os sistemas condicionadores com ataque ácido e os autocondicionantes **(da Silva et. al. 2021).**

Bourgi et. al. realizaram uma Meta-Análise In Vitro, mostrando que qualquer quantidade de solvente antes da polimerização deve ser removida totalmente. Inúmeras abordagens foram testadas para este fim, incluindo a utilização de uma corrente de ar aquecido. O objetivo deste estudo foi investigar o efeito de diversas temperaturas na secagem do solvente e observar a influência na resistência de união do adesivo. O estudo mostrou que o uso de uma corrente de ar quente melhorou o desempenho de união de sistemas adesivos à base de álcool/água para a dentina. Este efeito parece ser semelhante quando existe um pré-tratamento com o uso do Silano.

2 GRAU DE CONVERSÃO E RESISTÊNCIA A FLEXÃO

Hass et, al. realizaram um estudo para avaliação do grau de conversão medido no interior da camada híbrida (DC) com a resistência de união resina-dentina, à microtração (μ TBS) e absorção ou nanoinfiltração de nitrato de prata (SNU) para cinco métodos simples de condicionamento ácido e enxague. sistemas adesivos. Foram usados 55 molares extraídos hígidos, sendo que trinta dentes foram utilizados para μ TBS/SNU [n=6] e dentes para DC [n=5]. As superfícies dentinárias foram coladas com os seguintes adesivos: Adper Single Bond 2 (SB), Ambar (AB), XP Bond (XP), Tetric N-Bond (TE) e Stae (ST) segundo instruções do fabricante e a cavidade preenchida com resina composta para o teste μ TBS e SNU, os dentes colados foram seccionados para obter corpos de prova em forma de bastão (0,8mm 2mm) testados sob tensão de tração (0,5mm/min). Três bastões colados, de cada dente, não foram testados em tração e foram imersos em nitrato de prata 50%, fotorrevelados e analisados em microscopia eletrônica de varredura. Secções longitudinais de 1 mm de espessura foram preparadas para os dentes designados para medição de DC e avaliadas por espectroscopia micro raman. Foram obtidos os seguintes resultados; ST apresentou menor DC, μ TBS e maior SNU ($p < 0,05$). Todos os outros adesivos apresentaram DC, μ TBS e SNU semelhantes ($p > 0,05$), exceto TE que apresentou nível intermediário de SNU. A DC foi correlacionada positivamente com μ TBS e negativamente correlacionada com SNU ($p < 0,05$). SNU também foi negativamente correlacionado com μ TBS ($p < 0,05$). A medição da DC dentro da camada híbrida pode fornecer algumas informações sobre o desempenho de colagem de sistemas adesivos, uma vez que esta propriedade apresentou boa correlação com a resistência de união resina-dentina e valores de SNU (**Hass et. al. 2013**).

As pesquisas prosseguiram e as empresas buscando adesivos modernos que eliminem o problema da microfiltração e que aumente a resistência ao cisalhamento. Um estudo realizado por Catelan et. al. mostrou que a distancia do díodo de luz polimerizadora influenciou diretamente nas propriedades do adesivo, diminuindo a microdureza diante de um aumento da distância da ponta da luz do aparelho, afetando a durabilidade das restaurações, porém sem afetar a taxa de conversão da dupla ligação de carbono da resina adesivo testado (**Catelan et. al. 2015**).

Isolan et.al. realizaram uma revisão sistemática com meta análise comparando

a capacidade dos adesivos dentários aplicados à dentina hígida (SoD) versus dentina afetada por cárie (CAD). Foram pesquisadas três bases de dados internacionais (Medline/PubMed, Scopus e Web of Science). Foram incluídos estudos elegíveis que avaliaram a resistência de união tanto ao SoD quanto ao CAD. Metanálises de efeitos aleatórios foram realizadas para calcular a diferença média agrupada entre os substratos, separadamente para adesivos condicionantes e autocondicionantes. de três subgrupos foram realizadas para explorar a heterogeneidade considerando os métodos utilizados para remoção de dentina com cariado infetada. Também foi realizada uma comparação entre adesivos condicionantes e autocondicionantes restritos ao CAD. A heterogeneidade estatística foi considerada pelo teste I². O risco de viés de todos os estudos incluídos foi avaliado. No total foram encontrados 2.260 artigos, 65 foram selecionados para leitura na íntegra e 40 estudos foram incluídos. As metanálises favoreceram SoD em relação a CAD tanto para adesivos condicionadores e enxaguados (tamanho do efeito: -10,04; intervalo de confiança [IC] de 95%: -11,94, -8,14; I² = 95%) e adesivos autocondicionantes (tamanho do efeito: -6,76; IC 95%: -8,23, -5,30; I² = 89%). Nas análises de subgrupos, o SoD foi favorecido independentemente do método utilizado para remoção da cárie (tamanho do efeito \leq -4,86; I² \geq 28%): escavação (manual ou com brocas), o acabamento foi realizado com o uso de lixas, combinação de mais de um método e quando o método não foi mencionado. A meta-análise restrita ao CAD favoreceu o condicionamento ácido em relação aos adesivos autocondicionantes (tamanho do efeito: 3,13; IC 95%: 1,82, 4,44; I² = 72%). A maioria dos estudos incluídos foi considerada como tendo um risco de viés pouco claro. A ligação ao SoD produz melhores resultados em comparação ao CAD. Os adesivos etch-and-rinse tiveram melhor desempenho do que os adesivos autocondicionantes quando aplicados ao CAD (**Isolan et. al. 2018**).

Em uma revisão sistemática realizada por Cadenaro et. al. eles observaram que a adesividade das restaurações está intimamente ligada ao grau de conversão do sistema adesivo, estes sistemas são compostos por diversas substâncias como fotoiniciadores, co-iniciadores entre outras. O autor concluiu que mais estudos são necessários para uma avaliação mais completa do comportamento do adesivo. (**Cadenaro et. al. 2019**).

Dressário et. al. realizaram um estudo para observara evolução dos adesivos dentinários frente avanço da odontologia estética. Diversas gerações de adesivos foram criadas testados para tentar encontrar o material ideal, que alem de retenção

pudesse resistir as forças mastigatórias mantendo um forte contato íntimo entre o material restaurador e o tecido dentinário, promovendo ainda um selamento marginal satisfatório afim de evitar a reincidência de carie. Este é um dos principais pontos críticos dos adesivos de esmalte e dentina, na tentativa de reduzir o problema novas fórmulas são testadas, porém essas alterações acabam afetando diretamente as propriedades físico-químicas, como por exemplo o grau de conversão, a solubilidade, a sorção de água, a resistência a flexão e módulo de flexão, visto que a fotopolimerização adequada pode reduzir o problema. **(Dressário et. al. 2020).**

3. OBJETIVO

O objetivo do estudo foi analisar a resistência à flexão, módulo flexural e microdureza Knoop de adesivos dentinários existentes no mercado odontológico após diferentes tempos de evaporação do solvente.

As hipóteses do trabalho foram que maiores tempos de evaporação do solvente produziram adesivos com maiores propriedades mecânicas e que os diferentes adesivos mostrariam diferentes propriedades mecânicas entre si.

4. MATERIAIS E MÉTODOS

Para a realização do estudo três adesivos comercialmente disponíveis no mercado foram usados:

A Tabela 1 mostra a composição dos adesivos e seus fabricantes.

Tabela 1. Composição dos adesivos de acordo com os fabricantes

<i>Adesivo</i>	Fabricante	<i>Composição</i>
<i>MicroBond</i>	Microdont	Mistura monomérica, sílica silanizada e etanol
<i>Ambar</i>	FGM	MDP, Monômeros Metacrilatos, Fotoiniciadores, co-iniciadores Estabilizantes, Carga inerte nanopartículas de sílica, etanol
<i>SingleBond 2</i>	3M ESPE St. Paul MN (USA)	Solvente de água e Álcool, 10% do peso em carga de nanopartículas.

Fonte: o autor

Para realização desse ensaio os autores criaram um corpo de prova piloto construído com resina fotopolimerizável (Z250 3M ESPE St., Paul, MN, USA). Com o auxílio de um molde de silicone polimerizado por adição (Express XT, 3M ESPE, St. Paul, MN, USA) foram produzidas amostras padronizadas medindo 7 mm de comprimento por 2 mm de largura e 1 mm de altura confeccionadas e mensuradas com o auxílio de um paquímetro digital (Mitutoyo) para confirmação das medidas (Figuras 1, 2, 3 e 4)



Figura 1. Espécime piloto (Z250 3M)



Figura 2. Espécime piloto (Z250 3M) e matriz de silicone de adição (XT Express 3M) pesada confeccionadas para padronização das amostras.

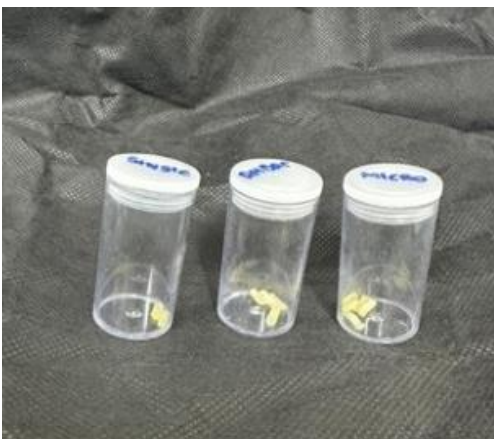


Figura 3 Amostras dos grupos armazenadas.



Figura 3. Paquímetro de Mitutoyo para a verificação das dimensões das amostras.

Dessa forma, três grupos para cada adesivo foram criados ($n=10$), sendo um grupo onde o adesivo foi fotoativado sem nenhuma evaporação do solvente, com evaporação do solvente por 10 segundos através de um jato de ar frio a distância de 25 cm (recomendação de todos os fabricantes) e evaporação do solvente por um jato de ar frio por 20 segundos todos realizados a uma distância de 25 cm. Uma fita de poliéster (3M) foi colocada no topo dos espécimes previamente ao procedimento de fotoativação.

Foi usado um diodo emissor de luz (LED) BlueStar (Microdont, Socorro, Brasil) com irradiância de 1500 mW/cm^2 , ela foi utilizada para a ativação de todas os corpos de prova durante 20 segundos. Todas as amostras foram armazenadas a seco em estufa a 37°C durante 24 horas.

Para a avaliação da resistência a flexão (RF) e módulo flexural (MF), as amostras foram avaliadas em uma máquina de ensaio universal (DL500, EMIC, São José dos Pinhais, Brasil) (figura 04), com uma velocidade de 1 mm/minuto e célula de carga de 50Kgf e distância entre apoios de 5 mm.

Durante o teste de RF, o software da máquina de ensaios universal calculou o

módulo de elasticidade através do MF das amostras. O módulo de elasticidade foi calculado a partir da porção elástica do gráfico tensão/deformação.



Figura 04. Máquina de ensaios universal EMIC, São José dos Pinhais, Brasil.

Após a fratura, o fragmento de maior tamanho foi submetido à avaliação da dureza Knoop (Figura 5). Os valores dureza Knoop foram obtidos através de um Edentador (HMV-2, Shimadzu, Tokyo, Japan), sob uma carga de 50g durante 10s. Cinco leituras foram realizadas para cada corpo de prova. O número de dureza Knoop (KHN, Kgf/mm²) para cada amostra foi dado pela média das cinco endentações analisadas em um Microduromêtro.



Figura 5. Edentador Shimadzu, Tokyo Japan.

Após os dados serem anotados foi realizada a análise estatística

4.1 Análise Estatística

Previamente as análises feitas obtiveram dados de resistência á flexão (RF), módulo flexural (MF) e dureza Knoop (DK). Foram avaliados quanto à normalidade pelo teste de Shapiro-Wilk. Em seguida as amostras, foram submetidos à análise de variância a dois critérios. Os fatores do estudo foram o adesivo (Microbond, Ambar e Single Bond 2) e o tempo de evaporação do solvente contido no adesivo (0 s, 10 s e 20 s). As comparações múltiplas foram efetuadas pelo teste de Tukey. Os cálculos estatísticos foram conduzidos adotando-se o nível de significância de 5% ($\alpha = 0,05$), no programa Sigma Plot 14.0 (Systat Software Inc., San José, Califórnia, EUA).

5. RESULTADOS

A **tabela 1** mostra os valores médios e o desvio padrão da resistência à flexão (RF) dos diferentes adesivos nos diferentes tempos de evaporação do solvente.

Tabela 1 – Média e desvio padrão (MPa) dos valores de resistência à flexão.

<i>Adesivo/Tempo</i>	<i>0 s</i>	<i>10 s</i>	<i>20 s</i>	<i>Média</i>
<i>Microbond</i>	2,9 (1,5)	4,0 (2,5)	4,3 (2,5)	3,7 (2,2) a
<i>Ambar</i>	2,0 (0,9)	2,4 (1,2)	2,4 (1,3)	2,3 (1,1) b
<i>SingleBond2</i>	2,9 (1,7)	2,1 (0,6)	3,0 (1,3)	2,7 (1,4) b

Letras diferentes entre si mostram diferença estatisticamente significativa na comparação entre os adesivos.

Fonte: o autor

A análise dos valores de RF demonstrou que não existiu interação estatisticamente significativa entre os fatores analisados ($p=0,283$) e no fator tempo ($p=0,282$).

Entretanto, o fator adesivo mostrou diferenças estatisticamente significantes ($p<0,001$), sendo que o adesivo Microbond apresentou os maiores valores de RF, enquanto Ambar e SingleBond2 mostraram os menores valores de RF não diferindo estatisticamente entre si.

A **tabela 2** mostra os valores médios e o desvio padrão do módulo flexural (MF) obtidos dos diferentes adesivos nos diferentes tempos de evaporação do solvente

Tabela 2 – Média e desvio padrão (MPa) dos valores de módulo flexural.

<i>Adesivo/Tempo</i>	<i>0 s</i>	<i>10 s</i>	<i>20 s</i>	<i>Média</i>
<i>Microbond</i>	477,3 (178,0)	442,6 (198,6)	433,5 (170,0)	450,5 (179,1) a
<i>Ambar</i>	142,7 (59,7)	218,3 (95,5)	223,8 (154,6)	195,6 (113,5) c
<i>SingleBond2</i>	293,3 (90,7)	316,6 (97,8)	453,1 (214,8)	360,5 (165,5) b

Letras diferentes entre si mostram diferença estatisticamente significativa na comparação entre os

adesivos.

Fonte o autor

A análise dos valores de MF demonstrou que não existiu interação estatisticamente significativa entre os fatores analisados ($p=0,122$) e no fator tempo ($p=0,154$).

Entretanto, o fator adesivo mostrou diferenças estatisticamente significantes ($p<0,001$), sendo que o adesivo Microbond apresentou os maiores valores de MF, seguido pelos valores de MF do adesivo SingleBond2, enquanto Ambar mostrou os menores valores de MF.

A **tabela 3** mostra os valores médios e o desvio padrão da dureza Knoop (DK - KHN) dos diferentes adesivos nos diferentes tempos de evaporação do solvente.

Tabela 3 – Média e desvio padrão (KHN – Kgf/mm²) dos valores de dureza Knoop.

<i>Adesivo/Tempo</i>	<i>0 s</i>	<i>10 s</i>	<i>20 s</i>	<i>Média</i>
<i>Microbond</i>	46,6 (9,3)	64,9 (37,1)	77,0 (44,5)	59,8 (34,6) a
<i>Ambar</i>	26,8 (7,2)	85,5 (41,5)	70,4 (41,6)	60,1 (41,3) a
<i>SingleBond2</i>	32,1 (12,5)	49,2 (26,3)	40,9 (15,7)	40,0 (19,1) b
<i>Média</i>	34,0 (11,6) B	66,5 (36,9) A	61,8 (37,6) A	

Letras minúsculas diferentes entre si mostram diferença estatisticamente significativa na comparação entre os adesivos e letras maiúsculas entre os tempos de evaporação.

Fonte o autor.

A análise dos valores de DK demonstrou que não existiu diferença estatisticamente significativa entre os fatores analisados ($p=0,060$).

Entretanto, o fator adesivo mostrou diferenças estatisticamente significantes ($p=0,004$), sendo que os adesivos Microbond e Ambar apresentaram os maiores valores de DK não diferindo entre eles, enquanto o adesivo SingleBond2 mostrou os menores valores de DK.

O fator tempo mostrou diferenças estatisticamente significantes ($p<0,001$), sendo que os tempos de dez (10) e vinte (20) segundos levaram os adesivos aos maiores valores de DK, enquanto o tempo de zero (0) segundos levou aos menores valores de DK.

6. DISCUSSÃO

A primeira hipótese do estudo foi rejeitada, pois os diferentes tempos de evaporação do solvente não interferiram nos valores de RF e MF. Entretanto, existiu interferência nos valores de DK dos adesivos, onde os maiores tempos de evaporação do solvente (10 s e 20 s) produziram adesivos com maiores valores de DK.

A presença do solvente na composição dos adesivos dentais é obrigatória, pois permitem a eliminação da água presente entre as fibrilas colágenas, por meio da desidratação química, promovendo assim a infiltração dos monômeros resinosos no tecido dentinário desmineralizado formando a camada híbrida. Os solventes têm como principal função auxiliar no deslocamento da água encontrada na superfície da dentina e na rede de colágeno e, assim, permitir uma melhor penetração dos monômeros resinosos em toda a área condicionada da dentina (**Sadr et. al. 2008**).

Apesar disso, a presença de solventes dificulta a reação de polimerização dos adesivos, interferindo em suas propriedades e conseqüentemente, diminuindo sua longevidade clínica (**Borges et. al. 2012**).

De acordo com os resultados obtidos, a evaporação do solvente é obrigatória, uma vez que pode interferir nos valores de DK, que indiretamente pode demonstrar a dificuldade de polimerização dos adesivos quando nenhum procedimento de evaporação do solvente foi realizado.

Este trabalho teve o propósito de escolher 3 tempos de evaporação. O recomendado pelos fabricantes dos adesivos escolhidos (10 s), a não evaporação do solvente, simulando o esquecimento pelo clínico e uma sobre evaporação (20 s).

De acordo com os resultados, a sobre evaporação não levou a propriedades diferentes ao grupo controle (10 s), entretanto a não evaporação do solvente mostrou que pode levar a propriedades diminuídas dos adesivos. *Borges et. al.*, afirma que o ideal para um adesivo dentinário é que o solvente seja evaporado na sua totalidade resultando em uma maior aproximação das moléculas dos monômeros, com isso resultando em uma maior resistência e dureza. Segundo o autor a secagem do solvente, apesar de aumentar a DK, parece não alterar as outras propriedades como o MF e a RF.

Outro achado desse trabalho mostrou que o adesivo MicroBond (Microdont, Socorro, SP Brasil), alcançou os maiores valores das propriedades analisadas. Dessa forma, a segunda hipótese do estudo foi aceita, pois os diferentes adesivos mostraram diferentes propriedades.

Essa diferença nos resultados é devido as diferentes composições entre os adesivos avaliados. O tipo de monômero presente na composição de cada adesivo interfere em suas propriedades, assim como o percentual de partículas de carga usado (**Loguercio et. al. 2011**).

O tipo de solvente também pode interferir, pois a facilidade de evaporação do solvente contribui para o aumento das propriedades do adesivo (**Azad et. al. 2018**). Assim, as maiores propriedades alcançadas pelo adesivo Microbond podem ser, entre outros fatores, pelo fato do adesivo possuir apenas o etanol em sua composição, diferente do adesivo SingleBond 2 que apresenta etanol/água, que dificulta a evaporação do solvente.

Outros trabalhos avaliando diferentes propriedades, diferentes adesivos, bem como novas metodologias deveriam ser realizados, entretanto este trabalho deixa para o dentista clínico a importância da evaporação do solvente presente nos adesivos dentários previamente qualquer reabilitação.

7. CONCLUSÃO

O estudo mostrou que os diferentes tempos de evaporação do solvente não interferiram na RF e MF dos adesivos, mas maiores tempos de evaporação do solvente provocaram maiores valores de Dk.

É necessário a evaporação completa do monômero, pois a sua presença interfere negativamente as propriedades físicas e químicas do adesivo levando a degradação da ligação restauração/dentina diminuindo a sua durabilidade.

O adesivo MicroBond mostrou os maiores valores de RF, MF e DK.

8. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. Azad E, Atai M, Zandi M, Shokrollahi P, Solhi L. Structure- properties relationships in dental adhesives: Effect of initiator, matrix monomer structure, and nano-filler incorporation. *Dent Mater*, 2018, Sep;34(9):1263-1270.
2. Barbosa I F, Pierote J J A Menezes L R, Prieto L T, Câmara J V F, Matuda L S. de A, March G M, Araújo L A.M S, Paulillo L A M. Araújo C T P. Effect of alternative solvent evaporation techniques of primer adhesives mechanical properties of primer-adhesive mixtures. *Acta Odonto Latinoam*. 220 Sep 1,33(2); 135-142
3. Borges B C, Junior E J S, Brandt W C, Loguercio A D, Montes M A J R, Rontani R M P, Sinhoreti M A C. Degree of conversion of simplified contemporary adhesive systems as influenced by extended air-activated or passive solvent volatilization modes. *Oper Dent*. 2012 May-Jun;37(3):246-52. Epub 2012 Feb 7.
4. Bourgi R, Hardan L, Suárez C E C, Scavello F, Mancino. D, Kharouf N, Haikel Y. The use of Warm air for solvent evaporation in adhesive A meta-analysis of in vitro studies. *J Fubct Biomater* 2023 May 20: 14(5) 285.
5. Brackett M G, Brackett W W, Haisch L D. Microleakage of class V resin composites placed using self-etching resins: effect of prior enamel etching. *Quint Int* 2006; 37:109-113.
6. Cadenaro M, Maravic T, Comba A, Mazzoni A, Fanfoni L, Hiltin T, Ferrance J, Dreschi L, . The role of polymerization In adhesive dentistry. *Dent Master* 2019 Jan; 35 (1); e1-e22.
7. Campanella V, Gallusi G, Di Taranto V D, Cugini C, Nardi R, Mea A, Marzo G, Libonati A. Effect of pressure and light curing of composite micro- hardness. *J Biol Homeost Agents*, 2020 Jan-Feb, 34 (1 Suppl 1) 39-47. *Dental Supplement*.
8. Cardoso G C, Nakanishi L, Isola C. P. Jardim P. S, Moraes. Bond stability of universal adhesives applied to dentin sing etch-and-rinse or seif-etch stratgies. *Braz Dent J* 2019 Oct 7;30(5):467-475.
9. Catelan A, Araujo L S N, Silveira B C M, Kawano Y, Ambrosano G M B, Marchi G M, Aguiar F H B. Impact of the distance of libht curing on degree of conversion and microhardness of a composite resin. *Acta OdontoScand*2015 may: 73(4):298-301.

10. Conde M C M, Zanchi C H, Rodrigues-Junior S A, Carreño N. L V, Ogliari F A, Piva E. Nanofiller loading level: influence on selected properties of and adhesive resin. *J Dent* 2009;37 (5): 331-335.
11. da Silva C L, Cavalheiro C P, Gimenez T, Imparato J C P, Bussadori S K, Lenzi T L. Bonding Performance of Universal and Contemporary Adhesives in Primary Teeth: A. Systematic Review and Network Meta-Analysis of in Vitro Studies. *Pediatric Dent* 2021 May 15. 43 (3): 170-172.
12. da Silva T S P, de Castro R F, Magon M B, Maia L C, da Silva E, Souza M H, Júnior D O. HEMA-free adhesive systems have better clinical performance than HEMA-containing ones in non-carious cervical lesions? A systematic review and meta-analysis. *J Dent*. 2018 April: S0300-5712(18)30074-5. .
13. Dressano D, Salvador M. v, Oliveira T, Marchi M, Fronza B M, Hads M, Pain W M, Lima A F. Chemistry of novel and contemporary resin= based dental Adhesives. *J Mech Behav Biomed Mater* 2020 Oct: 110: 103875
14. Dunn W J, Soderhslm K J. Comparison of shear and flexural bond strength tests versus failure modes of dentim bonding systems. *Am J Dent* 2001 Oct:14(5): 297-303.
15. Falacho R, Melo E A, Marques J A, Ramos J C, Guerra F, Blatz M B. Clinical in-situ evaluation of the effect of ruber dam isolation on bond strenth to enamel. *J Esthe Restor Dent*.2023 Jan, 35(1):48-55.
16. Giannini M, Mettenburg D, Arrais C A G, Rueggeberg F A. The effect of filler addition on biaxial flexure strength and modulus of commercial dentin bonding systems. *Quint Int* 2011;42: e39-e43.
17. Hashimoto M, Ohno H, Sano H, Kaga M, Ogushi H. Degradation patterns of different adhesives and bonding procedures. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater* 2003;66: 324-30.
18. Hass V, Dobrovolski M, Zander-Grande C, Martins G. C, Gordillo L A A, Accorinte M L R, Gomes O M M, Loguercio A D, Reis A. Correlation between degree of nanoleakage of simplified etch-and- rinse adhesives. *Dent Mater*, 2013 Sep, 29(9).921-8
19. Hass V, Folkuenig M S, Reis A, Loguercio A.. Influence of adhesive properties o fone-step self-etching adhesives. *J Jad* 2011 Oct; 13(5):417-24.

20. Hirokane E, Takamizawa T, Kasahara Y, Ishii R, Tsujimoto A, Barkmeier W W, Latta M., A., Miyazaki M, Effect of Double-Layer Application on the Early Enamel Bond Strength of Universal Adhesives. *Clin Oral Investig* 2021 Mars; 25(3); 907-921.
21. Isolan C P, Sarkis-Onofre R, Lima G S, Moraes R R. Bonding to Sound and Caries-Affected Dentin: A Systematic Review and Meta-Analysis. *J Adhes Dent*. 2018;20(1):7-18.
22. Jagg M, Karlin S, Zitzmann N, Tohr. Shear Bondstrength of Universal Adhesives to Human Enamel and Dentin. *J Esther Restor Dent* 2024 May, 36 (5): 804-812.
23. KadL P, Krejci I, Lutz F. Scutchbond 2 from 1683 to 1992. The history of a market setter reflected in the literature. A review of the literature. *Monatsschr Zahnmed*, 1993; 103(12): 1549-57
24. Klein-Júnior C A, Zander-Grande C, Amaral R, Stanislawczuk R, Garcia E J, Baumhardt-Neto R, Meier M M, Loguercio A D, Reis. A. Evaporating solvents with a warm air-stren: Effects on adhesive layer proprieties and resin-dentin bond strengths. *J Dentm* 2008 Aug, 36(8): 618-25
25. Kemp-Scholte C M, Davidson C L. Complete marginal seal of class V resin composite restorations. *J Dent Res* 1990 Jun; 69 (6): 1240-3
26. Kin D G, Huja S S Lee H R, Tee B C, Huemi S. Relationships of viscosity with contact hardness and modulus of bone matrix measured by nanoindentation. *J Biomech Eng* 2010 Feb 2010 ;132(2):024502.
27. Loguercio A D, Salvalaggio D, Piva A E, Klein-Júnior C A, Accorinte M de L R A, Meier M M, Grande R H M, Reis A. adhesive temperature: effects on properties and resin-dentin bond strength. *Operative Dentistry* 2011,36-3 293-303.
28. Mazzoni A, Angeloni V, Comba A, Maravic T, Cadenaro M, Tezvergil-Mutluay A, Pashley D H, Tay F R, Breschi L. Cross-linking effect on dentin bond strength and MMPs activity. *Dent Mater*. 2018 Feb, 34(2): 288-295.
29. Munhoz M A, Luque I, Hass V, Reis A, Loguercio A D, Bombarda N H C Immediate bonding properties of universal adhesives to dentine, *Journal of Dentistry* 2013. 404-411.Feb;34(2):288-295. Epub 2013 Mar 14.
30. Osório R, Pisani-Proença J, Erhardt M C, Osorio E, Aguilera F S, Tay F R, Toledano M. Resistance of tem contemporary adhesives to resin-dentine bond

degradation. *J Dent.* 2008 Feb;36(2): 163-9

31. Pashley D H, Tay F R, Breschi L, Tjäderhane L, Carvalho R M, Carrilho M, Tezvergil-Mutluay A. State of the art etch-and-rinse adhesives. *Dent Mater*, 2011 Jan,27910:1-16..

32. Perdigão J, Lopes M M, Gomes G. In vitro bonding performance of self-etch adhesives: II – ultramorphological evaluation. *Oper Dent* 2008;33: 534-549.

33. Reis A, Klein -Junior C A, Souza F H C, Stanislawczuk R, Loguercio A. Tfe use of warm air stream for solvent evaporation: effects on the durability of resin-dentinbonds2010 Jan *Operative Dentistry* 2010, 35-1, 29-36.

34. Rontani J P, Fugolin A P P, Costa A R, Sobrinho L C Pfeifer C S. In vitro performace of 2-steps, total etch adhesives modidied by thiourethane additives . *International Journal of Adhesion and mdhesives*.2020 Dec: 103.102688.

35. Sadr A; Shimada Y, Tagami J, The Viscoelastic Behavior of Dental Adhesives: a Nanoindentation Study. *J. dental*, 2008, 05.001, Epub 2008 Jun 24.

36. Saito T, Takamizawa T, Ishii R, Tsujimoto A, Hirokane E, Barkmeier W W, Latta M A, Miyazaki M. Influence of application time on dentin bond performance in different etching modes of universal adhesives. *Oper Dent*: 2020 Mar/Apr;45(2): 183-195.

37. Sano H, Takatsu T, Ciucchi B, Russell C M, Pashley D H. Tensile properties of resin-infiltrate demineralized human dentin. *J Dent Res* 1995;64: 1093-102.

38. Sharan J, Singh S, Lale S V, Mishra M, Koul V, Kharbanda P. Applicati0on of nanomaterials in dental science: A rewiel. *J Nanosci Nanotechnol*, 2027 APR;17(4):2235-255.

39. Silva A L F, Pereira G D S, Dias C T S, Paulilo L A M S. Effect of the composite photoactivation mode microtensile bond strength and koop microhardness. *Dent Mater*. 2006 Mar;22(3):203-10.

40. Sinha D J, Jaiswal N, Vasudeva A, Garg P, Tyagi S P, Chandra P. Comparative evaluation of the effect of chlorhexidine and aloe barbadensis (Aloe vera) on dentin stabilization using shear bond testing. *J Conserv Dent*. 2016 Sep-Oct;19(5):406-9.

41. Stape T H S, Vila-Aho T, Srzimando A, Wik P, Mutluay M, Mutluay A T,. To etch or not etch, Part I: On the fetigue strengyhand dentin bonding performance of universal adhesives. *J Dental* 2021,02,016, Epub2021 Apr 8. Jun'37 (6). (4)60.

42. Swift Jr E J. Dentin bonding: what is the state of the art ? Comprnd Contin. Educ Dent, 2001Dec; 22 (12 Suppl): 47; quiz 18.
43. Toledano M, Osório R, Albaladejo A, Aguilera F S, Osório E. Differential effect of in vitro degradation on resin-dentin bonds produced by self-etching adhesives versus total adhesives. J, Biomed Res A. 2006 Apr< 77(1): 128-35.
44. Tsujimoto A, Barkmeier W W, Teixeira E C, Takamizawa, Miyazaki M, Latta M A, Fatigue bond strength of dental adhesive systems: Historical backgtound of teste methodology, clinical considererations and future perspectives. JPN Dental Sci Rev, 2022 Nov, 193-20 \7. 05.00.
45. Landuyt K L V, Snauwaert J, Munk J, Peumans M, Yoshida Y, Poitevin A, et al. Systematic review of the composition of contemporary dental adhesives Biomater 2007;28: 3757-85..