

**UNIVERSIDADE DE UBERABA**  
**CLÁUDIA WIRGUES RIBEIRO**

**AVALIAÇÃO DO GRAU DE CONVERSÃO VARIANDO O TEMPO  
DE VOLATILIZAÇÃO DOS SOLVENTES EM SISTEMAS  
ADESIVOS RESINOSOS**

**Uberaba – MG**

**2014**

**CLÁUDIA WIRGUES RIBEIRO**

**AVALIAÇÃO DO GRAU DE CONVERSÃO VARIANDO O TEMPO  
DE VOLATILIZAÇÃO DOS SOLVENTES EM SISTEMAS  
ADESIVOS RESINOSOS**

Trabalho apresentado ao programa de Mestrado em Odontologia da Universidade de Uberaba - UNIUBE, para a obtenção do Título de Mestre em Odontologia - Área de concentração em Biomateriais.

Orientador: Prof. Dr. Luciano de Souza Gonçalves

**UBERABA – MG**

**2014**

Catálogo elaborado pelo Setor de Referência da Biblioteca Central UNIUBE

Ribeiro, Cláudia Wirgues.

R354a      Avaliação do grau de conversão variando o tempo de volatilização dos solventes em sistemas adesivos resinosos / Cláudia Wirgues Ribeiro. – Uberaba, 2014.  
43 f. : il. color.

Dissertação (mestrado) – Universidade de Uberaba. Programa de Mestrado em Odontologia, 2014.

Orientador: Prof. Dr. Luciano de Souza Gonçalves

1. Materiais dentários. 2. Adesivos dentários. 3. Fourier, Espectroscopia de infravermelho por transformada de. I. Universidade de Uberaba. Programa de Mestrado em Odontologia. II. Título.



UNIVERSIDADE DE UBERABA  
Pró-Reitoria de Pesquisa, Pós-Graduação e Extensão  
Programa de Mestrado em Odontologia



**Ata da Sessão Pública de defesa de dissertação para obtenção do título de Mestre em Odontologia, área de concentração em Biomateriais, a que se submeteu a aluna Claudia Wirgues Ribeiro – matrícula 6102885, orientada pelo Prof. Luciano de Souza Gonçalves.**  
Aos treze dias do mês de março do ano de dois mil e quatorze, às 15 horas, na sala 2C02 na Universidade de Uberaba, reuniu-se a Comissão Julgadora da defesa em epígrafe indicada pelo Colegiado do Programa de Mestrado em Odontologia da Universidade de Uberaba, composta pelos Professores Doutores: Luciano de Souza Gonçalves - **Presidente**, Cesar Penazzo Lepri e Daniel Galafassi para julgar o trabalho da candidata Cláudia Wirgues Ribeiro, apresentado sob o título: **"AVALIAÇÃO DO GRAU DE CONVERSÃO VARIANDO O TEMPO DE VOLATILIZAÇÃO DOS SOLVENTES EM SISTEMAS ADESIVOS RESINOSOS"**. O Presidente declarou abertos os trabalhos e agradeceu a presença de todos os Membros da Comissão Julgadora. A seguir a candidata dissertou sobre o seu trabalho e foi arguida pela Comissão Julgadora, tendo a todos respondido às respectivas arguições. Terminada a exposição, a Comissão reuniu-se e deliberou pelo seguinte resultado:

**APROVADO**

**REPROVADO** (anexar parecer circunstanciado elaborado pela Comissão Julgadora)

Para fazer jus ao título de MESTRE EM ODONTOLOGIA ÁREA DE CONCENTRAÇÃO BIOMATERIAIS, a versão final da dissertação, considerada aprovada devidamente conferida pela Secretaria do Mestrado em Odontologia, deverá ser entregue à Secretaria dentro do prazo de 30 dias, a partir da data da defesa. O aluno Aprovado que não atender a esse prazo será considerado Reprovado. Após a entrega do exemplar definitivo, o resultado será homologado pela Universidade de Uberaba, conferindo título de validade nacional aos aprovados. Nada mais havendo a tratar. O Senhor Presidente declara a sessão encerrada, cujos trabalhos são objeto desta ata, lavrada por mim, que segue assinada pelos Senhores Membros da Comissão Julgadora, pelo Coordenador do Programa de Mestrado em Odontologia da UNIUBE, com ciência do aluno. Uberaba, treze dias do mês de março de dois mil e quatorze.

Prof. Dr. Cesar Penazzo Lepri

Prof. Dr. Daniel Galafassi

Prof. Dr. Luciano de Souza Gonçalves

Prof. Dr. André Luis Teixeira Fernandes  
Pró-reitor Pesquisa, Pós-graduação e Extensão

Flávia Michele da Silva

Secretária do Programa de Mestrado em Odontologia da UNIUBE

Ciência do Aluno:

## **DEDICATÓRIA**

Aos meus pais, **Marisa Elena** e **Gaspar Augusto**, meus inspiradores, pelo exemplo de retidão e perseverança em suas vidas. Obrigada pela acolhida carinhosa durante o transcorrer do curso!

Ao meu esposo, **José Maria**, meu amor, companheiro e amigo, grande incentivador. Seu apoio foi imprescindível na realização deste sonho. Obrigada pela compreensão!

À **Gabriela** e **Rogério**, obrigada por entenderem minha ausência e torcerem por mim!

À **Maria Luisa**, amor maior, a quem dedico este trabalho, para que cresça sabendo que através do estudo se abrem novos caminhos... Você é meu motivo para futuros desafios!

**“A moral não nos ensina a sermos felizes, mas como devemos nos tornar dignos da felicidade.”**

**Kant**

## AGRADECIMENTOS

Agradeço a proficiência estrutural da Universidade de Uberaba – **UNIUBE** – em nome do **Reitor Dr. Marcelo Palmério, Pró-Reitor Dr. André Luis Teixeira Fernandes** e seus **colaboradores**.

Ao **Corpo Docente, Professores Doutores: Maria Angélica Hueb de Menezes Oliveira, César Penazzo Lepri, Fernando Carlos Hueb de Menezes, Geraldo Thedei Júnior, Gilberto Antônio Borges, Luciano de Souza Gonçalves, Thiago Assunção Valentino, Thony de Paiva Paulino e Vinícius Rangel Geraldo Martins**, que, sem dúvida, aplainaram meu caminhar até aqui, iluminando meu devir profissional.

A **Ailla Carla Rocha Acosta Lancellotti**, aluna de Pós-doutorado da Faculdade de Odontologia de Piracicaba - UNICAMP, que viabilizou os resultados deste trabalho. Muito obrigada!

Ao Professor **Dr. Fernando Carlos Hueb de Menezes**, meu primeiro contato na UNIUBE, registro meu agradecimento pela oportunidade de ingressar no curso e conceder-me breve, mas preciosa orientação. Receba minha admiração!

Ao Professor **Pós Doutor Daniel Galafassi**, da Faculdade Serra Gaúcha – FSG – Caxias do Sul – RS, por sua disponibilidade em se deslocar para participar da defesa. Obrigada pela importante contribuição!

Ao Professor **Dr. César Penazzo Lepri**, obrigada por aceitar meu convite e por suas pertinentes observações!

A **Flávia Michele da Silva**, Secretária Geral dos Programas de Mestrado, por sua solicitude. Obrigada!

## **AGRADECIMENTO ESPECIAL**

Desejo expressar enorme gratidão ao **Professor Dr. Luciano de Souza Gonçalves**, verdadeiro mestre e orientador. Guardarei para sempre os ricos momentos de convivência, que servirão de espelho para minha vida. Foi um privilégio poder contar com sua valiosa colaboração.

Obrigada do fundo do coração!

**“ Para conhecer os homens é preciso vê-los agir.”**  
**Rousseau**

## RESUMO

A remoção do solvente é uma importante etapa para alcançar uma união durável e resistente dos tecidos dentais. Portanto, o objetivo desse estudo foi avaliar a influência do tempo de secagem sobre o grau de conversão (GC) de três sistemas adesivos. O frasco dois (adesivo) do sistema adesivo autocondicionante de dois passos (Clearfil SE Bond – CFL) foi usado como um controle. Sistemas adesivos de condicionamento ácido total (dois passos) foram usados como grupos experimentais. O sistema adesivo Ambar foi dividido em três grupos: A1- solvente não foi volatilizado; A2- 10s de volatilização de solvente antes da fotoativação e A3- 20s de volatilização a ar de solvente antes da fotoativação. Single Bond 2 foi também dividido em três grupos (S1, S2 e S3) e os mesmos parâmetros foram aplicados. Para a avaliação do grau de conversão, 7 $\mu$ L de cada material foi dispensado em cristal de ZnSe (seleneto de zinco) em espectrômetro FTIR e 16 leituras foram feitas sem fotoativação para obtenção de baseline. O procedimento foi repetido de acordo com os grupos previamente descritos. O grau de conversão foi calculado segundo o monitoramento de picos C=C 1.608cm<sup>-1</sup> (aromático) e 1.638 cm<sup>-1</sup> (alifático) com 16 leituras por espectro e resolução de 4 cm<sup>-1</sup>. Os dados foram submetidos ao teste de Kruskal-Wallis e o teste *post-hoc* de Dunn (p<0.05). Valores de grau de conversão de CFL foi significativamente menor que Single Bond 2 (S1, S2 e S3); Ambar teve valores similares de GC comparados com CFL e grupos com Single Bond 2. O fator tempo teve influência no GC para dois grupos Single Bond 2 (S2 e S3) e S2 apresentou o mais alto valor de GC; Ambar não foi influenciado pelo tempo de volatilização do solvente. O GC dos adesivos pode ser influenciado pelo tempo dependendo da composição dos materiais.

**Palavras-chave:** Sistemas adesivos, FTIR, grau de conversão.



## ABSTRACT

The solvent removal is an important step to achieve a durable and reliable bond to dental tissues. Therefore, the aim of this study was to evaluate the influence of drying time on the degree of conversion (DG) of three adhesive systems. Bottle two (Bond) of two-steps adhesive system (Clearfil SE Bond) was used as a Control. Two-steps etch and rinse adhesive systems were used as experimental groups. Ambar was divided into three groups: A1 – solvent was not volatilized; A2 – 10 s air volatilization of solvent before lightcuring and A3 - 20 s air volatilization of solvent before lightcuring. Single Bond 2 was also divided in three groups (S1, S2 and S3) and the same parameters were applied. To the DG evaluation 7  $\mu\text{L}$  of each material was dispensed on the ZnSe crystal in a FTIR spectrometer and 16 scanning were performed without photoactivation to obtain the baseline. The procedure was repeated according to the groups previously described. The DG was calculated according to the monitoring of C=C  $1.608\text{ cm}^{-1}$  (aromatic) and  $1.638\text{ cm}^{-1}$  (aliphatic) peaks with 16 scan per spectrum and  $4\text{-cm}^{-1}$  resolution. The data were submitted to the Kruskal-Wallis and Dunn's *post-hoc* test ( $p < 0.05$ ). DG values of CFL was significant lower than S1, S2 and S3, Ambar had similar values of DG compared to DFL and groups with Single Bond 2. Time factor had influence on the DG to Single Bond 2 groups (S2 e S3) and S2 presented higher valued of DG; Ambar was not influenced by the time of solvent volatilization. In conclusion, DG of resin adhesives can be influenced by time of volatilization depending of composition of the materials.

**Keywords:** Adhesive systems, FTIR, degree of conversion.

## SUMÁRIO

<b>1</b>	<b>INTRODUÇÃO</b>	<b>11</b>
<b>2</b>	<b>REVISÃO DA LITERATURA</b>	<b>14</b>
<b>3</b>	<b>PROPOSIÇÃO</b>	<b>31</b>
<b>4</b>	<b>MATERIAL E MÉTODOS</b>	<b>32</b>
<b>5</b>	<b>RESULTADOS</b>	<b>36</b>
<b>6</b>	<b>DISCUSSÃO</b>	<b>37</b>
<b>7</b>	<b>CONCLUSÃO</b>	<b>40</b>
	<b>REFERÊNCIAS</b>	<b>41</b>

## 1 INTRODUÇÃO

A utilização de agentes de união possibilitou preparos cavitários que preservam estrutura dental sadia. Isso ocorre devido ao aproveitamento das superfícies a serem aderidas, seja por micro retenções mecânicas, união química ou a interação de ambas (CARVALHO, 2004; CABRERA & MACORRA, 2011; MC LEOD et al., 2011). Sistemas adesivos diferem em vários aspectos: diferentes monômeros hidrófilos, como HEMA (hydroxyethylmethacrylate), 4-META (4-methacryloxyethyl trimellitateanhydride), MDP (10-methacryloxydecyl dihydrogenphosphate) ou PENTA (Pentaerytrytolpentacrylate), a presença de monômeros hidrófobos, como o Bis-GMA e diferentes solventes (etanol, acetona, ou água) (NAKABAYASHI et al., 1982; CHIEFFI et al., 2007; GIACHETTI et al., 2008).

A composição dos sistemas de união influencia sua forma de aplicação e apresentação comercial. Em um estudo prévio os adesivos foram classificados de acordo com o número de passos necessários para sua aplicação (DE MUNCK et al., 2005). Os sistemas que utilizam o condicionamento ácido total podem ser divididos em três ou dois passos. Nos sistemas de três passos, primer (constituído pelo monômero hidrófilo e solvente) e adesivos (monômero hidrófobo), se apresentam em frascos separados, enquanto nos sistemas de frasco único, de dois passos, os monômeros hidrófilos, hidrófobos e o solvente se encontram juntos no mesmo frasco. O mesmo ocorre com os sistemas autocondicionantes, que dispensam a utilização do condicionamento ácido devido à presença de monômeros funcionais como 2-methacryloyloxyethyl phenylphosphoricacid (phenyl-P) em solução aquosa.

Devido à umidade da dentina, adesivos dentais devem apresentar um componente hidrófilo. Entretanto, a matriz orgânica dos compósitos restauradores é hidrófoba e, faz-se necessário, que o sistema adesivo contenha grupamentos hidrófobos para promover a união do substrato dentinário à resina restauradora (ANUSAVICE, 2005). Monômeros hidrófobos apresentam alto peso molecular e viscosidade, o que dificulta sua penetração nas porosidades criadas nos tecidos dentais condicionados. Então, em função da necessidade do adesivo em penetrar nas microporosidades da dentina, diluentes resinosos hidrófilos foram incorporados ao primer, dos materiais de três passos, e, misturados aos monômeros hidrófobos, nos sistemas simplificados (DE

MUNCK et al., 2005; ANUSAVICE, 2005; SKUPIEN et al., 2009). O 2 hidroxietilmetacrilato (HEMA) é um monômero hidrófilo largamente utilizado nos sistemas adesivos comerciais. Ele promove maior grau de conversão (COLLARES et al., 2010) e age como um co-solvente, minimizando a separação de fase e, aumentando a miscibilidade dos componentes hidrófilos e hidrófobos dentro da solução (FELIZARDO et al., 2011). Misturas contendo HEMA induzem a expansão mais alta da matriz dentinária desmineralizada, proporcionando espaços fibrilares mais largos, que propiciam uma melhor infiltração com resina, aumentando a resistência de união do substrato/material restaurador (CARVALHO et al., 2003). O Grau de conversão é uma medida que fornece o número de ligações simples formada durante a polimerização, a partir das ligações duplas dos monômeros sensibilizados por um radical livre (ANUSAVICE, 2005)

Outro importante componente dos sistemas adesivos é o solvente orgânico, substância capaz de diluir monômeros metacrilatos, melhorando sua difusão por toda a matriz de dentina desmineralizada (SKUPIEN et al., 2009). Esse componente tem ainda a função de remover o excesso de umidade do substrato dental por evaporação durante o procedimento adesivo. É importante verificar que tipo de solvente está presente na formulação do sistema adesivo, para que a umidade da superfície seja ajustada e assim promova melhor desempenho. A combinação de solventes nas soluções primer e primer adesivo, assim como o tempo de evaporação destes solventes, influenciará na resistência de união entre resina e dentina (IKEDA et al., 2005; FELIZARDO et al., 2011; FU J; PAN F et al., 2012). A taxa de evaporação de uma substância é determinada por uma propriedade dos líquidos denominada de pressão de vapor (CARVALHO, R, M, 2004). A pressão de vapor de cada um dos solventes influenciará a sua evaporação (IKEDA, et al., 2008).

Os solventes mais usados nos sistemas adesivos são: água, etanol e acetona (SKUPIEN et al., 2009). A acetona apresenta pressão de vapor alta (200 mm Hg à 22,7°C), o que implica em rápida volatilização, podendo até ocasionar a desidratação da dentina. O etanol assegura a umidade do substrato, sendo sua pressão de vapor (59,3 mm Hg à 25°C) intermediária entre a água e a acetona. Já a água assegura a ionização dos monômeros acídicos, porém não é tão eficiente como um solvente por apresentar pressão de vapor (23,5 mm Hg à 25°C) mais baixa (FELIZARDO et al., 2011). Embora

diferenças nesses componentes sejam apontadas, como descrito anteriormente, alguns estudos utilizam tempo padrão para a volatilização desses solventes, como Ikeda et al. (2008) que utilizou 0, 5 ou 10 s. Tempos maiores como 30 ou 40 s também são encontrados. (YIU et al., 2005). Quando se utilizam sistemas adesivos autocondicionantes com solventes à base de água, estudos anteriores demonstram que, tempo de secagem relativamente mais longo faz-se necessário, para adequar a superfície dentinária, trazendo melhores resultados na adesão. (IKEDA et al., 2005). Alguns fatores parecem favorecer a evaporação destes solventes e melhorar a união dos sistemas adesivos: aplicação ativa do produto, tempo de aplicação, número de camadas adesivas e tempo de aplicação de jato de ar (CARVALHO et al., 2003; SKUPIEN et al., 2009).

Independente do sistema adotado, o primer possui funções importantes. O solvente contido nesse componente é responsável pela remoção da água presente na dentina, possibilitando a penetração do adesivo hidrófobo para o revestimento das fibras colágenas (NAKABAYASHI et al., 1982; HOLMES et al., 2007). Entretanto, o excesso de solvente remanescente pode influenciar negativamente no grau de conversão e conseqüentemente na qualidade da polimerização do sistema adesivo (CARVALHO, 2004). Contrariamente, a remoção excessiva do solvente também pode influenciar negativamente no grau de conversão devido a redução da mobilidade dos monômeros, impedindo que os mesmos se agrupem para a formação de polímeros (HOLMES et al., 2007; CADENARO et al., 2008). A evaporação dos solventes com jato de ar, se inadequada, pode inibir a polimerização e enfraquecer a resistência de união destes sistemas adesivos ao substrato dental, levando à fratura do material (IKEDA, T. et al., 2005; FU, J. et al., 2012). Apesar de ser praticamente impossível a eliminação adequada dos resíduos de solvente e água durante o procedimento adesivo, compete ao clínico adequar sua técnica de secagem e aplicação do adesivo para maximizar a evaporação desses elementos voláteis, permitindo uma polimerização mais completa e uma camada híbrida mais resistente, uma vez que em muitos casos, os fabricantes não especificam como os procedimentos de secagem e volatilização de solventes devem ser executados.

## 2 REVISÃO DA LITERATURA

Nakabayash et al., em 1982, estudaram a promoção da adesão pela infiltração de monômeros em substratos dentais, utilizando o monômero 4-Meta cryloxyethyltrimellitateanhydride (4 META) e um microscópio eletrônico de varredura para a análise. A efetividade do 4 META foi estudada sobre a adesão de resina acrílica condicionada em esmalte e dentina. Condicionamento de substrato dental com solução de 10% de ácido cítrico e 3% de cloreto férrico antes da adesão mostrou-se eficaz. Tanto os grupos hidrofílicos e hidrofóbicos, como 4 META promoveram a infiltração de monômeros no tecido duro. Ocorreram boa adesão e infiltração dos monômeros polymerizados no substrato dental. A resistência de união adesiva foi de 18MPa na dentina condicionada. Estudos com microscopia eletrônica de varredura sugeriram que os monômeros possuem afinidade pelo tecido duro. Anteriormente, autores haviam considerado que a boa adesão seria fornecida pelo entrelaçamento dos túbulos, mas isto não ficou demonstrado neste estudo de Nakabayashi.

Rueggberg et al., em 1990, avaliou a gradual mudança que materiais dos compósitos restauradores vem sofrendo desde sua introdução em 1960. No início resinas comerciais eram misturas de Bis-GMA e TEGDMA. Estas misturas ainda são usadas mas existem dimetacrilatos e grandes estruturas oligoméricas de Bis-GMA uretano. Devido a essas mudanças de composição, os últimos métodos de cálculo de conversão de monômeros por meio de espectroscopia infravermelho podem precisar de modificações. Procedimentos calibratórios de conversão usando diversos métodos baseline com Bis-GMA, Bisphenol-A/TEGMA e uma resina adesiva hidrogenada foram estabelecidos. Pico e área de absorção infravermelho foram determinados. Bisphenol-A foi encontrado inapropriado como modelo de calibração infravermelho de compósitos de resina. O estudo demonstrou que o modelo de calibração Bis-GMA/TEGDMA aproxima-se dos valores de conversão obtidos quando modelos de resina comercial hidrogenadas são usadas.

Tay et al., em 2002, teorizaram que nanoinfiltração padrão em sistemas adesivos de passo único são artefatos causados por dissolução mineral em nitrato de prata levemente ácido. Os autores avaliaram as interfaces resina/dentina, através do teste de nanoinfiltração com nitrato de prata convencional (pH 4.2) e nitrato de prata com base amoniaca (pH 9,5). Microscopia eletrônica de transmissão demonstrou que todos os adesivos exibiram um modelo reticular de nanoinfiltração dentro das camadas híbridas quando o nitrato de prata convencional foi usado. Já quando foi utilizado o nitrato de prata amoniaca, padrão adicional de pequenas bolhas de nanoinfiltração foi observado dentro dos adesivos e das camadas híbridas. Autores consideram que um modelo reticular de nanoinfiltração em adesivos autocondicionantes, provavelmente representam locais de remoção incompleta de água que leva a uma polimerização regional abaixo do ideal. O padrão de bolhas identificado com o uso de nitrato de prata amoniaca, segundo os autores, provavelmente representa regiões potencialmente permeáveis nos adesivos e camadas híbridas o que, concluem eles, resultam de interação de íons prata diamina básica com componentes hidrofílicos/ácidos da resina.

Spencer e Wang, em 2002, verificaram a separação de fase de adesivos na interface com a dentina sob condições de união molhada. Investigaram a separação de fase de adesivo de base 2,2-bis [4(2-hydroxy-3-methacryloyloxy-propyloxy)-phenyl] propane (BISGMA) usando microanálise molecular para examinar o efeito da separação de fase sobre as características estruturais de uma camada híbrida. Modelo Bis-GMA/HEMA misturados com e sem etanol e adesivo comercial Single Bond (base Bis-GMA) foram combinados com água em concentrações de 0 para 50% em volume. Separação macrofase em misturas de Bis-GMA/HEMA/água foram detectados utilizando predições em ponto de nuvem. Paralelo com essas medidas, o Bis-GMA/HEMA e misturas adesivas/água foram separados em películas e polimerizados. Estrutura molecular foi registrada, à partir de características distintas de separação de fase adesiva, usando microespectroscopia confocal Raman. Espécimes de dentina humana tratadas com Single Bond foram analisadas com microscopia eletrônica de varredura e, dentina/interface adesiva, mapeadas através de microespectroscopia confocal Raman. O modelo Bis-GMA/HEMA misturado com etanol e, adesivo comercial de Bis-GMA-based, apresentaram fase de separação em aproximadamente

25% vol de água. As separações de fase adesiva coletadas por Raman indicaram partículas de composição e, material ao redor da matriz, foi primeiramente Bis-GMA e depois HEMA. Com base na análise de microscopia eletrônica de varredura, houve substancial porosidade na interface adesiva com dentina. Os resultados morfológicos, em corroboração com dados espectroscópicos, sugerem que, o resultado de separação de fase da camada adesiva híbrida não é impermeável à rede polímero/colágeno, mas uma teia porosa caracterizada por partículas hidrófobas ricas em Bis-GMA, distribuídas em uma matriz hidrofílica rica em HEMA.

Carvalho et al., 2003, testaram, neste estudo, a hipótese de que resistência de união à dentina depende da habilidade de solventes com base HEMA (2-hidroxi-etil-metacrilato) para a expansão da matriz de dentina condicionada. Para o estudo, superfícies dentinárias foram condicionadas com ácido fosfórico a 37% por 20s, secadas com ar por 30s, preparadas com 35/65% (v/v) de HEMA/água, HEMA/etanol ou HEMA/propanol por 60s e, coladas com adesivo 4 meta-TBBO (4-Meta cryloyloxyethyltrimetilateanhydride-tri-n-butylborane). Amostras foram armazenadas em água por um dia, a 37°C, e depois preparadas para teste de resistência de união à microtração. Foi usado microscópio eletrônico de transmissão, a fim de medir a largura dos espaços interfibrilares nas camadas híbridas. Base HEMA/etanol e HEMA/propanol produziram resistências de união mais altas e mais baixas respectivamente. As resistências de união foram diretamente correlacionadas com a largura dos espaços interfibrilares e estão relacionadas à habilidade do primer em manter a re-expansão da matriz dentinária condicionada colabada.

Carvalho et al., 2004, faz uma revisão sobre sistemas adesivos e seus fundamentos para sua aplicação clínica. O interesse dos fabricantes em colocar no mercado produtos novos, que nem sempre substituirão produtos utilizados, foi questionado. O texto aborda a questão sobre a importância do conhecimento dos produtos utilizados na clínica diária pelo profissional, que deve ser feito através de leitura científica, instruções de fabricantes e, só então, de suas experiências na aplicação clínica. Assim, considera que o profissional, cirurgião dentista, terá condições de eleger o melhor material para a necessidade do caso, levando em conta que, deve atender não



só custo e tempo clínico, mas estabilidade e durabilidade do serviço executado. Para isso, deve considerar e conhecer as diferentes características morfológicas e funcionais dos substratos esmalte e dentina, pois elas desempenham importante papel na eficiência clínica dos adesivos. O artigo define os diferentes sistemas adesivos: convencionais, que empregam condicionamento ácido da superfície de esmalte ou dentina separadamente dos outros passos e, autocondicionantes, que incorporam monômeros resinosos ácidos que simultaneamente desmineralizam e infiltram os tecidos dentais, demonstrando através de vários estudos compilados a resistência adesiva, infiltração marginal e desempenho clínico de cada um. Segundo o autor, os sistemas convencionais de 3 e 2 passos tem melhor performance no quesito resistência adesiva. Já os autocondicionantes de 2 passos tem ótimo padrão de infiltração marginal, comparáveis ao dos adesivos convencionais de 3 passos, e ligeiramente superior aos convencionais de 2 passos. Quanto aos aspectos clínicos, sugere que adesivos convencionais de 3 passos e autocondicionantes de 2 passos mostram-se superiores aos demais, embora estudos mais prolongados com autocondicionantes de 2 passos sejam necessários. Em todos os quesitos, para o autor, os autocondicionantes de passo único tem desempenho menos favorável. Adesivos convencionais são tecnicamente mais sensíveis que adesivos autocondicionantes, principalmente no que diz respeito ao adequado manejo clínico da umidade ideal da superfície, evaporação do solvente e método de aplicação desses sistemas. Por isso, a técnica de operador é mais relevante para o sucesso do que a escolha do material.

Munck et al., 2005, realizaram uma revisão crítica da durabilidade de adesão dos sistemas adesivos aos tecidos dentários. Consideram que a eficácia imediata de união dos adesivos contemporâneos é bem favorável, independente do método usado, se convencionais ou autocondicionantes. Porém ressaltam que, a longo prazo, a eficácia de união de alguns adesivos cai drasticamente, enquanto forças de união de outros são mais estáveis. Revelam que uma comparação de adesivos contemporâneos mostra que os adesivos convencionais de 3 passos permanecem padrão ouro em termos de durabilidade. Consideram que qualquer tipo de simplificação no procedimento de aplicação clínica resulta em perda de eficácia adesiva. Concluem ainda que os adesivos autocondicionantes de 2 passos aproximam-se do padrão ouro, tendo alguns benefícios

clínicos adicionais: sem a necessidade de enxaguar, o tempo de aplicação dos adesivos autocondicionantes é mais curto, o que torna a sensibilidade técnica mais baixa; a adesão produzida à dentina por adesivos de 2 passos parece bem estável *in vitro*. Isso foi demonstrado em estudos anteriores, onde se constatou não haver diminuição significativa em resistência de união após um ano de função *in vivo*. Os autores acreditam que experiências clínicas de CLV sem cárie seriam o melhor método de teste usado para avaliar a eficácia de união adesiva porém, são de alto custo, consomem tempo de trabalho, além de fornecer pouca informação da verdadeira causa do fracasso clínico. Segundo autores, condições de higiene bucal, idade do paciente, seu estado clínico, utilização de medicamentos, doenças sistêmicas, dentre outros fatores, deveriam ser considerados. Vários protocolos laboratoriais foram desenvolvidos para prever a durabilidade da união do sistema adesivo ao substrato.

Anusavice, 2005, discorre sobre os sistemas adesivos dentais fazendo um breve histórico. Cita Fusayama et al., (1979) que, em seu trabalho, utilizou o ácido fosfórico a 37% para condicionar esmalte e dentina ao mesmo tempo, trazendo um importante avanço para adesão à dentina, pois seu estudo demonstrou que tal procedimento melhorou a retenção das restaurações sem trazer danos à polpa. Cita ainda Nakabayashi et al., (1982) que, em seu estudo, demonstrou que resinas hidrófilas infiltravam a camada de fibrilas colágenas na dentina desmineralizada formando a camada híbrida, desejada para a boa adesão. Comenta sobre a variedade de produtos encontrados no mercado que promovem esta adesão dentinária e vem descritos como gerações dos sistemas adesivos, começando pelos materiais relativamente ineficientes, até os atuais, que proporcionam adesão ideal. Dentre as citações do autor, vale salientar os adesivos dentários de terceira geração que incluem condicionamento da dentina, primer (agente de adesão à dentina) e adesivo; adesivos dentários de quarta geração, com a técnica de condicionamento ácido total, com extensão de condicionamento à dentina e boa técnica de secagem de esmalte e dentina antes da aplicação dos sistemas adesivos; a quinta geração que simplifica ainda mais os passos operatórios por combinar condicionador e primer (primer autocondicionante) ou primer e adesivo (adesivo autocondicionante ou de frasco único) e, por fim, adesivos dentários de passo único (sexta geração). O autor sugere que os achados clínicos deste último podem produzir resultados não satisfatórios

e ainda, que resultados clínicos, à época, sugerem que *primers* autocondicionantes geralmente produzem resultados superiores.

Ikeda et al., em 2005, avaliaram o efeito da evaporação de compósitos básicos em relação a resistência à microtração de misturas primer-adesivo. Para tanto mediram as resistências à microtração de 1:3 por peso de misturas primer-adesivo e adesivos puros (controles) após armazenamento 0, 2, 5 min e 24 h a 37°C. Foram utilizados adesivos de 3 passos de condicionamento ácido total (Opti Bond FL da Kerr) e um adesivo autocondicionante de 2 passos de (Clearfil SE da Kararay). Observaram que a evaporação dos compósitos básicos aumentou com o tempo para ambos adesivos investigados. Opti Bond FL mostrou uma evaporação mais alta dos compósitos básicos do que Clearfil SE a tempo de 0, 2, 5 min e 24h de armazenamento. Quando comparado ao adesivo puro, a resistência à microtração da mistura adesiva primer foi mais baixa após 0, 2 e 5 min de armazenamento para Clearfil SE. A resistência à microtração de Opti Bond FL foi mais alta que Clearfil SE em tempo de armazenamento 0 e 2 min, não havendo diferença no tempo de 5 min e 24 horas de armazenamento. Grau mais alto de evaporação do Opti Bond FL comparado com do Clearfil SE durante os primeiros 5 minutos, deve ser explicado pela diferença nos solventes empregados nos primers. Etanol no Opti Bond FL (junto com água) é muito mais volátil que água (como único solvente) e foi perdido do primer mais rapidamente. Por isso, os autores apontam que, tecnicamente, secagem a ar suficiente e cuidadosa de primer Clearfil SE faz-se necessária, uma vez que seu solvente é água. Concluiu-se, com este estudo, que o grau de evaporação dos compósitos básicos depende em grande parte dos solventes básicos empregados. Autores consideram que a significativa diminuição na resistência à microtração quando misturada com primer, deve ser atribuída a incompleta evaporação dos compósitos básicos.

Dickens e Cho, em 2005, investigaram se a inferior resistência de adesão de agentes de união ricos em acetona foi causada por defeitos ou baixas concentrações de camada adesiva, insuficientes para resistir ao stress de contração de polimerização nos compósitos recobertos. Amostras, para espectroscopia infravermelho e resistência à flexão, foram polimerizadas por 10 s (modo de cura 1) para representar as propriedades

das camadas adesivas ou, 10 s acrescidos de 60 s de polimerização (de um lado e de outro) da resina composta (modo de cura 2), para representar as propriedades das camadas adesivas quando testada sua resistência de união. O grau de conversão e conteúdo residual de acetona foram avaliados por espectroscopia infravermelho. Dados de resistência à flexão e resistência de união usados nestas soluções foram interpretados por análise de sobrevivência de Weibull e ANOVA. Este estudo mostrou que, na maior parte dos espécimes, conteúdo de acetona inicial e residual foram positivamente correlacionados. No modo 1, resistência à flexão foi significativamente menor que o modo 2, enquanto o grau de conversão permaneceu constante.

Yiu et al., em 2005, examinaram em seu estudo o grau de retenção de solventes orgânicos e água em misturas de co-monômeros com diferentes hidrofílicidades após a evaporação dos solventes. Também avaliaram o grau de infiltração de películas polimerizadas preparadas com resinas. Para cada combinação de co-monômeros, misturas adesivo/solvente foram formuladas por meio de adição de acetona, etanol e água. As seguintes misturas foram feitas: em uma combinação adicionaram 50wt% acetona, em outra 50wt% de etanol, e ainda, misturaram 30% em peso de acetona e 20% em peso de água ao mesmo tempo e, por último, 30% em peso de etanol e 20% em peso de água. As misturas foram colocadas em peça de vidro. Misturas de resina com base acetona foram evaporadas por 30-60 s e, com base etanol, por 60-120 s. Seus pesos foram mensurados antes e após a evaporação. Películas de resina foram preparadas para microscopia eletrônica de varredura após imersão em nitrato de prata amoniacal. As porcentagens de água e solvente retidas nas misturas de co-monômeros e entre grupos de misturas acetona e etanol, foram medidas gravimetricamente e comparadas estatisticamente. Os autores encontraram, ao final do estudo, canais cheios de água ao longo da camada periférica de todos os grupos e também em toda película de resina contendo etanol e água. A adição de água para misturas co-monômero etanol resultaram em maior retenção de etanol e água, pois juntos podem fazer ligações de hidrogênio com o monômero.

Chieffi et al., em 2007, avaliaram o efeito de aplicação de pressão de sustentação sobre procedimentos de vedação adesiva. Foram aplicadas curtas x longas pressões de sustentação em blocos de compósitos que eram vedados com cimentos resinosos duais (Panavia F) com e sem adesivos hidrofóbicos de polimerização (Clearfil Protect Bond). Para o estudo usaram 16 terceiros molares humanos não cariados que foram aleatoriamente divididos em 6 grupos. Blocos de compósitos cilíndricos foram vedados apenas com Panavia F (grupo Ia) e blocos vedados com Clearfil Protect Bond e Panavia F (grupo IIa). A pressão de sustentação foi aplicada por 5s. Para as confecções dos grupos Ib e IIb os dois procedimentos de união foram respectivamente repetidos, mas o cilindro de resina foi mantido sob constante pressão durante todo o período de 3 min de polimerização do cimento resinoso. Foram estocados em água destilada por 24 h. Após a estocagem bastões de 0,9 mm x 0,9mm foram produzidos de cada espécime vedada, para teste de união de microtração e análise em microscópio eletrônico de varredura. Autores encontraram os seguintes resultados: o uso de Clearfil Protect Bond com Panavia F produziram mais alta resistência de união do que quando se usava apenas Panavia F. O tempo estendido de aplicação de pressão para 3 min aumentou a resistência de união e melhorou a integridade da qualidade da interface. O estudo mostrou que a aplicação de pressão de sustentação durante procedimentos de vedação e, o uso adicional de adesivos hidrofóbicos de fotopolimerização, em conjunto, aumenta a resistência final de cimentos resinosos.

Holmes et al., em 2007, analisaram os efeitos de tipo de solvente e o grau de conversão de monômeros de um sistema resinoso experimental quando colocado como uma fina película em ar ambiente. Para o estudo, uma mistura de co-monômero (ethoxylate bis-GMA/TEGDMA) fotoativada foi diluída em seis concentrações (de 1,0 para 13,0 M) contendo acetona ou etanol. Resina não curada, com volume controlado de diluição, foi colocada em superfície horizontal de uma unidade de atenuada reflectância e radiações de espectro infravermelho obtidos. Uma fonte de luz de diodo foi imediatamente irradiada no espécime por 10 s. Após 5 minutos, foram obtidos dados do material polimerizado por espectro infravermelho e a conversão de monômeros foi calculada usando método padrão que monitoraram as mudanças na relação de absorvância de picos C=C alifáticos e aromáticos em estados polimerizados ou não.

Como resultados obtiveram máximas conversões nos modelos de sistemas de resinas com acetona (2,5 – 5,0 M). Quando os modelos continham etanol, picos atingiram 2,5 M. Acima de 5,0 M, valores de conversão declinaram em ambos solventes. A 13,0 M de concentração de solventes, os resultados foram próximos de 0% em ambas misturas. O estudo mostrou que a conversão de monômeros é afetada pelas diferentes concentrações e tipos de solventes utilizados nas misturas dos sistemas resinosos.

Cadenaro et al., em 2008, avaliaram o grau de conversão de sistemas adesivos em relação as suas hidrofílicidades. As misturas de resinas variavam de hidrófobas para hidrófilas e foram testadas tanto com agentes de união puro, como solvatados com porcentagens crescentes de etanol. Utilizavam cinco versões de misturas de resina experimental pura: (1) com 70% Bis-ADM e 28,7% TEGDMA; (2) 70% Bis-GMA e 28,7% TEGDMA; (3) 70% Bis-GMA e 28,7% HEMA; (4) 40% Bis-GMA, 30% TCOM e 28,75% TEGDMA; (5) 40% Bis-GMA, 30% Bis-MP e 28,75% HEMA. A todas as misturas foram incluídos 1% EDMAB e 0,25% de Canforoquinona. Etanol em diferentes porcentagens de peso (A: 0%, B: 30%, C: 50%, D: 70% e E: 90%), foram adicionados às misturas, simulando diferentes formulações de adesivos. Para medir o grau de conversão das misturas resinosas em função de hidrofílicidade resinosa, concentração de solvente e, tempo de polimerização, utilizou-se um calorímetro diferencial de varredura. A análise de variância de três fatores e Teste *post-hoc* de Tukey foram utilizados para análise dos dados. Exotermias mostraram que o grau de conversão foi influenciado pela hidrofílicidade das misturas de resina ( $p < 0,5$ ), assim como porcentagens de diluição de etanol ( $p < 0,5$ ) e tempo de polimerização ( $p < 0,5$ ). Diluição de 30% de etanol aumentou o grau de conversão comparado a composto puro, não tendo dependido do tipo de resina ou tempo de polimerização. Portanto, com este estudo, conclui-se que altas taxas de etanol podem comprometer polimerização de adesivos dentais.

Perdigão et al., em 2008, realizaram um estudo para avaliação ultramorfológica interfacial formada por adesivos autocondicionantes de passo único. Trinta e nove molares extraídos foram designados para um dos cinco adesivos autocondicionantes: Adper Prompt L-Pop (AP, 3M ESPE); Clearfil S3 BOND (S3, Kuraray); G-Bond (GB,

GC America;) iBond (iB, Heraeus Kulzer) e Xeno IV (XE, Dentsply Caulk). Para o controle foram usados Adper Single Bond Plus (SB, 3M ESPE), adesivo convencional de 2 passos, e Clearfil SE Bond (SE, Kuraray) um adesivo autocondicionante de 2 passos. Dentina e esmalte, intactos ou não, foram usados como substratos de união. Espécimes dentinárias foram processadas por análises de FESEM e TEM e espécimes de esmalte foram processados por FESEM. Os resultados encontrados para dentina foram: GB, iB, S3, SE e XE resultaram em uma espessa camada híbrida sub micrométrica (0,2 – 0,7  $\mu\text{m}$ ), mas somente S3 e SE não apresentaram fendas interfaciais. AP apresentou camada híbrida mais espessa (1,7 – 2,9  $\mu\text{m}$ ) entre os adesivos autocondicionantes. No grupo controle, SB apresentou uma espessa camada híbrida (3,4 - 5,2  $\mu\text{m}$ ). Esmaltes não raspados em GB, B e SE resultaram, em sua maioria, sem características morfológicas, como se a camada superficial de esmalte tivesse sido removida sem dissolver o esmalte subsuperficial. XE resultou em áreas de condicionamento intra-prismáticos e áreas sem nenhum condicionamento padrão. S3 resultou em condicionamentos intra-prismáticos superficiais frequentes, enquanto AP revelou cristalitos de esmalte por toda superfície de esmalte. Em SB o ácido fosfórico resultou na mais profunda desmineralização inter e intra-prismática. Esmalte raspado AP resultou em condicionamento inter-prismático padrão bem definido. iB, GB, SE e S3 resultaram em ilhas de esmalte dissolvido superficialmente dentro de áreas sem evidências de dissolução de esmalte. XE resultou em áreas de condicionamento de esmalte com suave exposição inter-prismática de cristalitos. Em SB, ácido fosfórico resultou em profundo condicionamento de esmalte. Com os resultados, entenderam que AP apresentou características morfológicas de esmalte que lembram as criadas por adesivos de condicionamento e enxágüe e consideraram AP um adesivo autocondicionante agressivo. Os autocondicionantes S3 e SE mostraram melhor desempenho, por não apresentarem desagregação interfacial dentinária.

Ikeda et al., em 2008, testaram os efeitos que a secagem a ar, para evaporação de solventes em adesivos autocondicionantes de passo único, exercem sobre a máxima resistência à microtração destes adesivos. Para isso utilizaram 3 sistemas adesivos autocondicionantes: Clearfil S3 Bond (Kuraray) que contém HEMA, iBond (Heraeus-Kulzer) e G Bond (CG) ambos livres de HEMA. Primeiro seus graus de evaporação

foram determinados sem secagem e, posteriormente, com tempos de 5 e 10 s de secagem a ar utilizando método gravimétrico. As máximas resistências à microtração para estes adesivos foram mensuradas nos momentos dos graus de evaporação de 0, 5 e 10 s de secagem a ar. Observaram que o grau de evaporação foi aumentado com prolongamento de tempo de secagem a ar. Encontraram o maior grau de evaporação em iBond, seguido por G-Bond e Clearfil S3 Bond. Ficou evidenciado que a secagem a ar por 10 segundos resultou em um aumento estatisticamente significativo na máxima resistência à microtração do adesivo Clearfil S3 Bond, mostrando-se também mais alta nos outros tempos de secagem a ar que dos outros adesivos. Portanto, o trabalho demonstra que secagem a ar tem efeito significativo sobre o grau de evaporação e também sobre as propriedades mecânicas dos adesivos autocondicionantes de passo único, reforçando a hipótese de que, para se conseguir uma camada adesiva mais forte nestes sistemas, faz-se necessário remover os solventes tanto quanto possível.

Giachetti et al., em 2008, avaliaram a influência que a habilidade do operador exerce na microinfiltração de sistemas adesivos simplificados de condicionamento total e autocondicionamento. Utilizaram 50 dentes pré-molares humanos. Duas cavidades foram criadas sobre as superfícies bucal e lingual. Os dentes foram aleatoriamente distribuídos para dois grupos: grupo de estudante e grupo de perito, com intenção de analisar a habilidade do operador e sua influência no resultado do trabalho. As duas cavidades de cada dente foram aleatoriamente tratados com Adper Scotch Bond 1 XT (adesivo de condicionamento total) e Adper Prompt L Pop (adesivo autocondicionante). Todas as cavidades foram restauradas com fina camada (0,2 mm) de Filtekflow seguida por um incremento volumoso de resina composta Filtek Supreme XT. Espécimes foram termociclados, imersos em azul de metileno e seccionados em um plano buco-lingual e, posteriormente, examinados através de um estereomicroscópio e marcados de acordo com microinfiltração. Os dados foram submetidos para um modelo estatístico multinível. Microinfiltração de dentina marginal foi similar para ambos. A interação habilidade x adesivo não foi estatisticamente significativa. Na margem de esmalte, a microinfiltração do adesivo autocondicionante, dentro do grupo de estudantes, foi inferior à do grupo de peritos. Já com o adesivo de condicionamento total, resultados mais baixos de microinfiltração, dentro do grupo de peritos, foi demonstrado. Para



microinfiltração da margem de esmalte, a interação habilidade x adesivo foi estatisticamente significativa. Com estes achados, os autores puderam concluir que, ambos adesivos usados, foram sensíveis para a habilidade do operador no que diz respeito a obtenção de uma vedação confiável de esmalte. Porém, adesivos demonstraram pequena sensibilidade quando a vedação era em dentina.

Skupien et al., em 2009, revisaram o papel dos solventes nos sistemas adesivos mostrando sua importância na diluição dos monômeros resinosos, o que proporciona a difusão destes monômeros por toda a matriz da dentina desmineralizada, além de representar um importante papel na remoção da umidade do substrato durante a evaporação destes solventes. O autor apresenta a água, etanol e acetona como solventes mais utilizados. De acordo com o autor, o uso extensivo de solventes nos sistemas adesivos torna-o susceptível à formação de uma camada híbrida insatisfatória e lembra que algumas estratégias favorecem a obtenção de melhores benefícios desses solventes quando se observa sua maneira de aplicação, como tempo e número de camadas adesivas a serem aplicadas, assim como aplicação de jato de ar. Citam que a acetona é capaz de remover água do substrato, mas não é capaz de prevenir consequentes colapsos de fibrilas de colágeno da dentina se usada sobre a mesma em condições secas, diferentemente de que ocorre com solvente água. Também fatores como grau de conversão e tipo de monômeros e iniciadores usados nos sistemas adesivos devem ser avaliados, assim como os diferentes sistemas adesivos (convencionais e autocondicionantes) a fim de alcançar adesão apropriada. Enfatizam que o jato de ar, após a aplicação de adesivo, melhora a evaporação de solvente e da água, reduzindo a espessura da camada adesiva tornando-a mais uniforme. Porém o tempo de aplicação desse jato de ar deve ser observado, respeitando as instruções do fabricante, que normalmente indicam um tempo que varia de 5 a 10 s, mas na prática clínica essas variações de tempo de aplicação de jato de ar podem ocorrer e comprometer a qualidade da camada híbrida, afetando a capacidade de adesão do sistema adesivo. Estudos para obter uma melhor adesão em longo prazo devem ser realizados.

Mcleod et al., em 2010, estudaram os efeitos de fatores de configuração cavitária (fator C) sobre as resistências de união por cisalhamento em sistemas adesivos autocondicionantes para dentina e esmalte desgastado. Para o estudo, utilizaram 5 sistemas adesivos: Adper Single Bond Plus (ASB), convencional de 2 passos; Adper Scotch Bond SE (ASE) e Clearfil SE Bond (CSE), ambos autocondicionantes de 2 passos; Xeno V(X) e Adper Easy Bond (AEB), ambos autocondicionantes de 1 passo. O compósito resinoso utilizado foi Filtek Z 250. Também utilizaram 200 dentes humanos não cariados, todos molares. Cem dentes foram preparados, removendo-se suas superfícies bucais de esmalte, aproximadamente 0,5 mm, e suas resistências de união foram determinadas. As superfícies bucais dos cem dentes restantes foram desgastadas criando uma camada de esfregaço padronizada. Resina composta foi utilizada com cada sistema adesivo para uni-la aos dentes em modelos de baixo fator C (0,2) e alto fator C (4,4). Foram utilizados 10 dentes em cada grupo. Os espécimes foram submetidos a 2000 ciclos térmicos, depois submetidos ao teste de resistência de união ao cisalhamento. Os dados foram comparados com análise de variância e com testes de múltipla comparação de Fisher's PLSD. Os resultados foram assim demonstrados: a Análise de Variância de três fatores mostrou que, de modo geral, a resistência de união ao cisalhamento foi significativamente maior no grupo com baixo fator C (4,33) ( $p < 0.0001$ ). Houve também uma significativa diferença na resistência de união por cisalhamento entre os sistemas adesivos. A forma de alto fator C tem mesmo efeito adverso em todos os sistemas de união em esmalte e dentina, mas sistemas de união agiram diferentemente em esmalte e dentina. O sistema convencional de 2 passos (ASB) cumpriu sistematicamente as mais altas resistências de união (34,6 - 41,5 MPa). Comparações de Teste Fisher's mostraram que, com alto fator C, não houve diferença significativa entre resistências de união por cisalhamento entre ASB, AEB e CSE para dentina e ASB, X e CSE para esmalte ( $p > 0,05$ ). O sistema autocondicionante AEB, de passo único, apresentou a menor resistência de união por cisalhamento (23,9 MPa) para esmalte ( $p < 0,05$ ). O sistema autocondicionante de dois passos ASB apresentou menor resistência de união por cisalhamento (23,9 MPa) para a dentina ( $p < 0,05$ ). Para os autores, AEB e ASB confirmaram o esperado.

Felizardo et al., em 2011, avaliaram a resistência de união de sistemas adesivos autocondicionantes contendo HEMA e sistemas adesivos autocondicionantes sem o monômero HEMA. Foram utilizados, para o estudo, os sistemas adesivos autocondicionantes Adper SE Plus (3M ESPE) e Clearfil S3 Bond (Kuraray) contendo HEMA e, GO (SDI) e Opti Bond all-in-one (Kerr) sem HEMA. A resina composta utilizada no estudo foi Filtek Z 250. Vinte terceiros molares tiveram suas superfícies oclusais removidas e a dentina abrasionada com lixa de carbetto de silício de granulação 600. Dentes foram aleatoriamente divididos em 4 grupos e restaurados com os sistemas adesivos e a resina (incrementos de 1 mm de espessura) já citados. Após, foram fotoativados com irradiância de 600mw/cm<sup>2</sup> com aparelho fotoativador Ultralux (Dabi Atlante) por 40s. Os dentes foram armazenados em água destilada a 37°C por 24 horas. Corpos de prova, em forma de palitos, foram obtidos seccionando os dentes nas direções mesio-distal e vestibulo-lingual com máquina Isomet 1000 (Buhler Lake Bluff). Os palitos foram tracionados em máquina de ensaio universal (EMIC DL 2000), com velocidade de 0,5mm/min, e os modos de fratura observados em microscópio eletrônico de varredura (JSM 5600; JEOL, TOKYO, JAPAN) operado a 15kv e classificados em adesivo, coesivo e misto. Os dados de resistência de união foram analisados por ANOVA (em MPa) e teste de Tukey com nível de significância de 5%. A menor resistência de união foi encontrada no adesivo GO e diferiu significativamente dos demais que foram semelhantes entre si. Neste estudo *in vitro*, dentro de suas limitações, autores concluem que, a influência de HEMA nas resistências de união para a dentina, foi material dependente e que, a presença de HEMA nos sistemas autocondicionantes avaliados, não foi um fator predominante que influenciou sua resistência de união à dentina.

Collares et al., em 2011, avaliaram a influência de concentrações de HEMA (hidroxi-etil-metacrilato) em rede polimérica de adesivos. Para o teste utilizaram 4 grupos, divididos de acordo com a concentração em peso de HEMA: grupo controle com 0% de HEMA, G15 com 15%, G30 com 30% e G50 com 50% de HEMA, grupos estes testados com mistura experimental de comonômero de Bis-GMA, Bis-EMA, TEGDMA e HEMA. Foram determinados o grau de conversão, taxa de polimerização, resistência à microtração, sorção de água e solubilidade das misturas dos materiais. Os

grupos G30 e G50 mostraram uma diminuição no grau de conversão de 30% e 61% respectivamente com 40s de fotoativação, comparados ao grupo controle. Sorção de água e solubilidade apresentaram diferença em todos os grupos, mostrando G50 como o grupo de maior valor estatístico. Com relação a resistência máxima à microtração, os grupos G15 apresentaram valores estatisticamente maiores em relação a todos os outros. Estes resultados levaram os autores a concluir que, maiores concentrações de HEMA, aumentam a degradação da resina adesiva dentária.

Cabrera e Macorra, em 2011, avaliaram os efeitos prejudiciais que a contração de polimerização causa na resistência de união à dentina e resina composta. Foram utilizadas duas resinas compostas convencionais à base de Bis-GMA, Filtek Z 250 e TPH Spectrum, e uma resina composta de baixa contração, a Filtek Silorano (SIL). Superfícies planas de dentina vestibular foram criadas à partir de 46 dentes bovinos e restauradas em único (grupo A) ou três incrementos (grupo B) polimerizados em blocos de compósito, com posições semelhantes entre os dentes. Após 24 horas, dentes restaurados foram seccionados, perpendicularmente à interface, produzindo espécimes retangulares compostas (385 de grupo A e 132 de grupo B) e submetidos à tração (velocidade de 1mm/min) até a fratura total. Resultados de resistência de união foram ajustados para área adesiva e transformados em valores máximos dentro de cada dente. Os autores concluíram que, mesmo nos casos de fator de configuração cavitária favorável, contrações de polimerização em grandes restaurações podem reduzir as características mecânicas da interface. Porém a relevância dessa redução deve ser estabelecida com novos estudos.

Fu et al., 2012, avaliaram o efeito de diferentes tempos de jato de ar, empregados em sistemas adesivos autocondicionantes de passo único, utilizando a mesma pressão (0,25 MPa), ou seja, analisaram a atuação de ventilações de ar e seus efeitos na adesão destes sistemas adesivos. Três diferentes sistemas adesivos foram testados: Easy Bond (3M ESPE-USA), Beauti Bond (SHOFU, JAPAN) e GR Bond plus (GC Corporation, JAPAN). Foram utilizados 168 molares humanos hígidos, divididos em 3 grupos de 56 dentes e, posteriormente, divididos em 7 grupos de 8 dentes em cada grupo, armazenados a 4°C em solução aquosa de 0,5% de cloramina T, e usados no

prazo de 4 meses após a extração. Superfícies planas de dentina foram obtidas removendo-se o esmalte coronal de cada dente sob refrigeração. Após, as superfícies foram desgastadas com lixa de carbetto de silício por 60 s, sob contínua refrigeração com água, para produzir uma camada de esfregaço padronizada anterior a colagem. Após a aplicação adesiva, receberam jatos de ar, de 7 diferentes durações (5 s, 10 s, 15 s, 20 s, 25 s, 30 s e 35 s), a uma distância de 15mm, antes de fotopolimerizadas. Resistências de união à dentina foram determinadas usando teste  $\mu$ TBS (resistência à microtração) após 24 horas de armazenamento em água. Avaliações da interface resina-dentina e superfície fraturada, no lado da dentina, foram realizadas por microscópio eletrônico de varredura. As máximas resistências à microtração ( $\mu$ TBS) para cada sistema BB (40,4  $\pm$  14,8 MPa), EB (79,8  $\pm$  16,5 MPa) e GB plus (47,3  $\pm$  17,6 MPa) foram gravadas com 15s e 25 de duração da ventilação de ar, respectivamente. Os resultados deste estudo revelaram que, durações de ventilação a ar, tiveram efeito significativo na resistência de união dos sistemas de passo único. Neste estudo a resistência de união de BB, EB e GB plus foram diminuídas por ambas durações de ventilações: curta e longa. Baseado no estudo, duração ideal de ventilação, para desempenho superior de união nos sistemas autocondicionantes de passo único, devem ser avaliados sob condições clínicas em um futuro estudo.

Oguri et al., em 2012, estudaram os efeitos dos monômeros funcionais e fotoiniciadores no grau de conversão de adesivos dentais. Para tal estudo testaram o efeito de 2 monômeros funcionais (MAC-10 e SR) e 2 sistemas fotoiniciadores, canforoquinona e borato, sobre o grau de conversão de formulações adesivas diferentes. Quando formulações adesivas com canforoquinona foram polimerizadas, tiveram seu grau de conversão significativamente afetado por monômeros MAC-10. Isso se deve a conhecida inativação do co-iniciador amina sobre reação ácido base. No entanto, o monômero SR não diminuiu o grau de conversão, o que pode ser atribuído ao fenômeno de melhora de grau de conversão com mais resinas viscosas, e disponibilidade favorável de C=C. Em contraste, o grau de conversão das formulações adesivas polimerizadas com borato não foram afetadas por nenhum monômero acídico. Com o experimento, autores concluem que o grau de conversão de adesivos pode ser afetado por monômeros funcionais, mas isto depende do tipo de fotoiniciador usado no adesivo. Como a

durabilidade de união depende, entre outros fatores, de grau de conversão dos adesivos, interação entre ingredientes adesivos e sistema fotoiniciador necessita de mais estudos, segundo autores.

### **3 PROPOSIÇÃO**

Devido ao fato de secagem a ar ter efeito significativo sobre o grau de evaporação de solventes e sobre as propriedades mecânicas dos adesivos, este estudo tem como objetivo:

- A avaliação da influência do tempo necessário para volatilização de solventes para a obtenção dos maiores valores de grau de conversão.

#### 4 MATERIAL E MÉTODOS

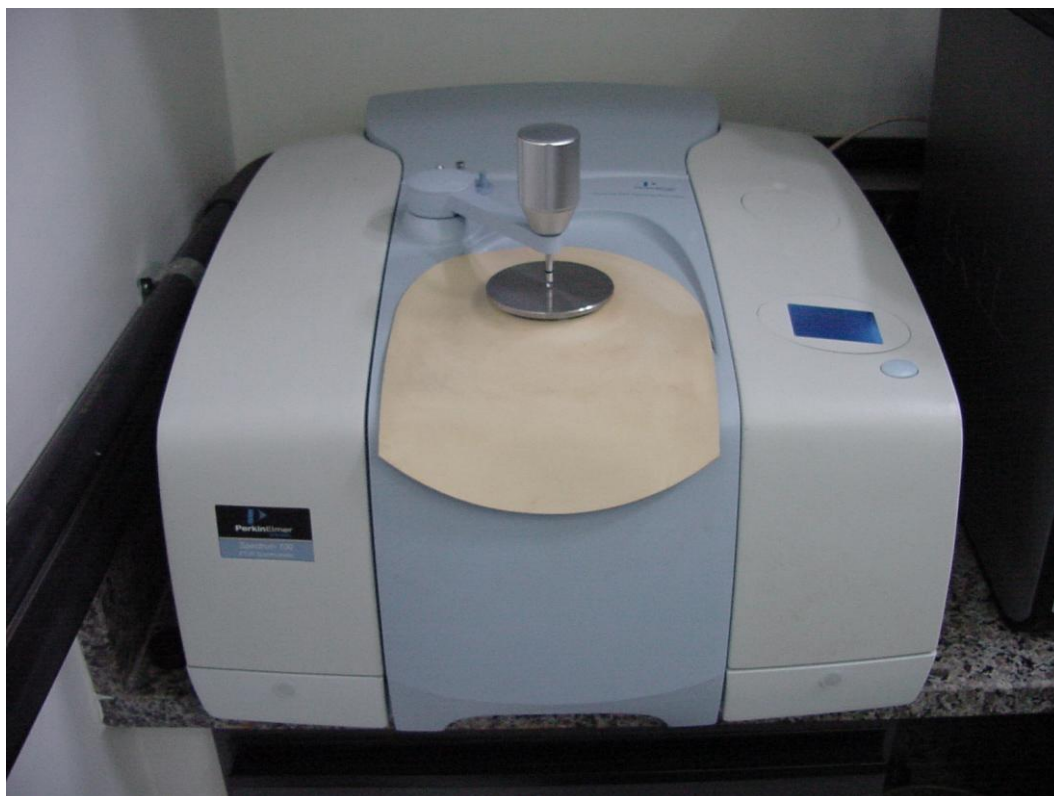
Os sistemas adesivos avaliados nesse estudo, bem como sua composição e os respectivos fabricantes, estão descritos na Tabela 1. O *bond* do sistema Clearfil SE Bond foi utilizado como controle por não conter solvente, não sendo submetidos aos tempos de secagem como descrito a seguir para os grupos experimentais.

Tabela 1. Sistemas adesivos utilizados no estudo

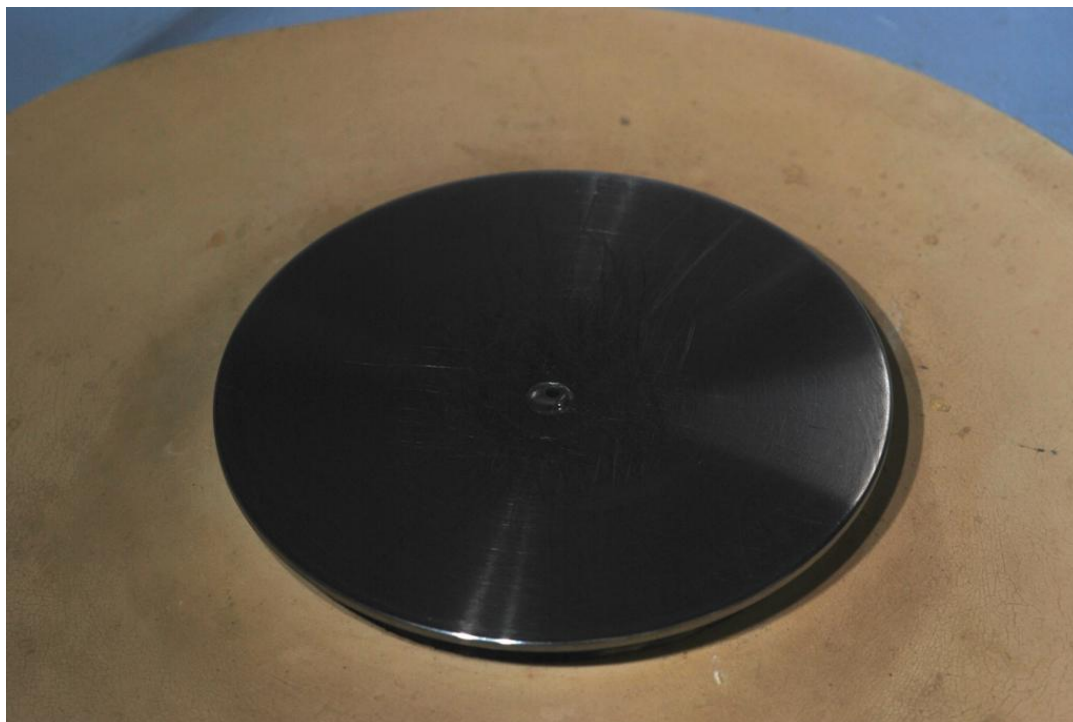
<b>Sistema adesivo</b>	<b>Fabricante</b>	<b>Composição</b>	<b>Tipo do sistema</b>
AMBAR	Dentscare Ltda. (FGM produtos Odontológicos. Joinville - SC – Brasil	Diuretanodimetacrilato, Canforoquinona, Silano, Etil 4 – dimetilaminobenzoato e etanol.	Convencional de 2 passos
SINGLE BOND 2	3M ESPE. St. Paul, MN, EUA	BISGMA, HEMA, Diuretanodimetacrilato, Copolímeros de acrílico e ácido itacônico, Glicerol 1,3 – Dimetacrilato, Nanocarga, álcool etílico e água.	Convencional de 2 passos
CLEARFIL SE BOND	Kuraray, Tóquio Japão.	Primer: MDP, HEMA, Monômeros dimetacrilatos, Água e Catalisador Adesivo: MDP, HEMA, Monômeros dimetacrilatos, Microcarga e Catalisador.	Autocondicionante de 2 passos



Para a confecção do corpo-de-prova, foram dispensados 7  $\mu\text{L}$  de cada sistema adesivo, com uma pipeta milimetrada, diretamente sobre o cristal de seleneto de zinco (SeZn) do espectrômetro infra-vermelho (Spectrum 100 Optica; Perkin Elmer, MA, EUA) e, então, realizada a leitura dos picos C=C alifático ( $1638\text{ cm}^{-1}$ ) e aromático ( $1608\text{ cm}^{-1}$ ) para determinação do *baseline* e realização do cálculo de porcentagem do grau de conversão para cada material. Depois da realização da leitura, o cristal foi limpo com uma gaze embebida em etanol 90 % , para remoção completa do monômero testado. Para a leitura do grau de conversão de cada material, os grupos foram divididos como descrito na Tabela 2, respeitando o respectivo tempo utilizado para a volatilização do solvente.



**Figura 1.** Espectrômetro Infravermelho Transformado de Fourier.



**Figura 2.** Detalhe do adesivo resinoso dispensado sobre o cristal de ZnSe no momento da leitura do espectro.

Tabela 2. Divisão dos grupos

<b>Sistema Adesivo</b>	<b>Grupo</b>	<b>Tempo</b>
Clearfil SE Bond	CFL	Fotativação
Ambar	A 1	Fotoativação sem volatilização do solvente
	A 2	Volatilização com jato de ar por 10 s
	A 3	Volatilização com jato de ar por 20 s
Single Bond 2	S 1	Fotoativação sem volatilização do solvente
	S 2	Volatilização com jato de ar por 10 s
	S 3	Volatilização com jato de ar por 20 s

Após a determinação do *baseline*, foram novamente dispensados 7  $\mu\text{L}$  de cada material sobre o cristal de ZnSe (Pike Technologies, EUA). A fotoativação foi realizada por 20 s com uma fonte LED (Radii-cal – SDI Ltda. Bayswater, Victoria, Austrália) com irradiância de 680  $\text{mW}/\text{cm}^2$ , verificada com um potenciômetro (OphirOptronicsLtda, Jerusalem, Israel). Foram realizadas cinco repetições de cada

material (n=5) nos tempos de 0 s, 10 s, e 20 s de volatilização do solvente com um leve jato de ar a 20 cm de distância. A leitura final, bem como o cálculo do grau de conversão, foram realizados com um espectrômetro infravermelho transformado de Fourier (FTIR) (Spectrum 100 Optica; Perkin Elmer, MA, EUA), como descrito previamente por Ruegeberget al., (1990), determinado pelo monitoramento dos picos C=C aromático  $1608\text{ cm}^{-1}$  e alifático  $1638\text{ cm}^{-1}$  com resolução de  $4\text{ cm}^{-1}$ . Os valores de grau de conversão, em porcentagem, foram submetidos ao teste de Kruskal-Wallis e o teste post-hoc de Dunn.

## 5 RESULTADOS

Após a análise estatística, observou-se que o Sistema Adesivo Single Bond 2 apresentou valores de grau de conversão estatisticamente superiores ao Clearfil SE Bond. O Sistema Adesivo Ambar apresentou valores de grau de conversão intermediários, não diferindo estatisticamente dos dois materiais anteriores, independente do tempo de volatilização empregado. Os valores da mediana do grau de conversão são expressos na tabela 3.

Tabela 3. Valores da mediana seguido dos valores (mínimo e máximo) entre parênteses do grau de conversão expressos em % dos materiais testados.

	Volatilização		
	Sem volatilização	10 s	20 s
Single Bond 2	83,3 (83,7-85,5) Aa	89,2 (88,4-91,6) Ab	83,8 (83,7-85,0) Aa
Ambar	79,2 (77,6-80,0) ABa	79,9 (77,7-80,2) ABa	76,6 (74,4-81,2) ABa
Clearfil SE Bond	63,2 (62,7-64,5)Ba	-	-

Letras diferentes maiúsculas dentro de cada coluna e minúsculas em cada linha indicam diferença estatística significativa ao teste post-hoc de Dunn.

## 6 DISCUSSÃO

No presente estudo não foram observadas diferenças nos valores do GC nos agentes de união Clearfil SE Bond (Kuraray) e Ambar (Dentscare Ltda), em nenhum dos tempos de secagem avaliados, sendo que o primeiro não recebeu jato de ar antes da fotoativação e o Ambar, ao contrário, recebeu volatilização de 10 s e 20 s previamente à fotoativação. Já o agente de união Single Bond 2 (3M ESPE), no que se refere aos diferentes tempos de secagem, foi influenciado positivamente pela volatilização do solvente com 10 s de secagem. A diferença no comportamento dos dois materiais provavelmente ocorreu em função da diferença de suas composições, o que pode indicar diferenças na utilização desses agentes de união (YIU et al., 2005; HOLMES et al., 2007). Segundo informações fornecidas pelos fabricantes, o agente de união Ambar possui sua combinação de metacrilatos diluídos em 20% em peso de etanol, enquanto o Single Bond 2 apresenta entre 25% e 35% do mesmo solvente, acrescido de aproximadamente 5% em peso de água, demonstrando diferenças na quantidade e composição entre o solvente dos dois agentes de união. Clearfil SE Bond contém água como solvente em seu *primer* ácido com uma mistura de monômeros hidrófilos e hidrófobos, e isso pode comprometer a função de cada um desses componentes (PERDIGÃO et al., 2008). Entretanto, no presente estudo, foi utilizado apenas o “Bond”, como controle, exatamente pela ausência do solvente em sua composição. Observou-se que a variação nas formulações influenciaram o grau de conversão dos adesivos (OGURI et al., 2012).

A secagem não influenciou o agente de união Ambar, que contém como solvente apenas o etanol. Dois fatores podem ter influenciado diretamente esse comportamento. A baixa concentração do solvente, em torno de 20% em peso, e, sua pressão de vapor, de 43,9 mmHg a 20°C. Tempo maior de secagem talvez fosse necessário para remover maior quantidade de solvente. Um estudo prévio (YIU et al., 2005) mostrou diferença significativa entre a secagem do solvente entre 60 s e 120 s, entretanto a concentração de etanol utilizada foi de 50%. Os autores ainda demonstraram que, mesmo com 120 s de secagem, uma concentração em torno de 5 a 8% de etanol ainda permaneceu na mistura. Embora alguns estudos apontem que uma pequena quantidade de solvente remanescente promove maiores valores de GC por permitir melhor mobilidade dos oligômeros (HOLMES et al., 2007; CADENARO et al., 2008), outros estudos mostram

que a presença do solvente residual pode influenciar negativamente as propriedades do material (SPENCER e WANG, 2002) e iniciar seu processo de degradação hidrolítica (YIU et al., 2005).

Diferentemente do que ocorreu com o agente união Ambar, o Single Bond 2 foi positivamente influenciado com 10 s de volatilização do solvente com jato de ar. A maior concentração de solvente do Single Bond 2 (entre 30 e 35% em peso de etanol associado a aproximadamente 5% de água), torna mais difícil volatilização do solvente, devido a menor pressão de vapor da água (17,5 mmHg a 20°C), como demonstrado em um estudo prévio (YIU et al., 2005). Outro fator, que pode estar associado a maior dificuldade de remoção do etanol associado a água, é a tendência dessa associação formar pontes de hidrogênio com os monômeros metacrilatos, principalmente os monômeros hidrófilos, como o HEMA associado ao Bis-GMA, como ocorre na composição do Single Bond 2 (TAY et al., 2002). Os maiores valores de GC do agente de união Single Bond 2, submetido a secagem por 10 s ou 20 s, está de acordo com estudos prévios, os quais afirmam que, uma concentração em torno de 30% de etanol e água, pode ser ideal para permitir a mobilidade dos oligômeros durante a reação de polimerização (CADENARO et al., 2008), uma vez que associação desses solventes elevou a concentração residual, quando comparado ao uso do etanol sem a água, de 8% para 33%, quando submetido a jato de ar de 120 s, como demonstrado por YIU et al., 2005, em um estudo com agentes de união experimentais de mesma base monomérica.

O Clearfil SE Bond apresentou o menor grau de conversão quando comparado ao Single bond 2, não diferindo estatisticamente do Ambar. Pode-se atribuir esse resultado ao caráter hidrófobo deste adesivo. A presença de solventes orgânicos ou água, reduz a viscosidade dos adesivos, favorecendo a mobilidade molecular e a formação de cadeias poliméricas (YIU et al., 2005; DICKENS et al., 2005; CADENARO et al., 2008) então, uma quantidade mínima de solvente, é idealmente requerida para uma melhor conversão monomérica. Isso não ocorreu em relação ao Ambar, que apresentou resultados intermediários, porque provavelmente os tempos de secagem utilizados não foram suficientes para eliminar a quantidade ótima de solvente, sendo difícil definir se esse tempo deveria ter sido aumentado ou diminuído.

A comparação entre os valores de grau de conversão dos agentes de união não era o objetivo principal do presente estudo, uma vez que é difícil se estabelecer as

diferenças na composição desses materiais, devido a falta de dados fornecidos pelos fabricantes. Para uma comparação isolada da influência do solvente nas propriedades dos agentes de união, seria necessária a utilização de materiais experimentais padronizados, como os utilizados nos estudos de CARVALHO et al., 2003; YIU et al., 2005 e CADENARO et al., 2008. Entretanto, pode-se observar claramente que, a diferença na composição dos materiais, alterou seu comportamento em condições laboratoriais. Estudos que relacionem o GC com as propriedades mecânicas dos agentes de união e, avaliações da resistência de união desses materiais, em curto e longo prazo, são necessários para que se possa avaliar a significância clínica dos comportamentos observados.

## **7 CONCLUSÃO**

Considerando as condições laboratoriais e as limitações do estudo, foi possível concluir que:

Para os sistemas adesivos Ambar e Clearfil SE Bond não há necessidade de volatilização do solvente.

No sistema adesivo Single Bond 2, a volatilização aumenta o valor do grau de conversão.



## REFERÊNCIAS

ANUSAVICE, Kenneth J. **Phillips, Materiais Dentários**, 2005.

CABRERA, Elena; MACORRA, José C. **Microtensile bond strength distributions of three composite materials with different polymerizations shrinkages bonded to dentin**. Journal of Adhesive Dentistry, 2011; v.13, p. 39-48.

CADENARO, Milena; BRESCHI, Lorenzo; ANTONIOLLI, Francesca; et al. **Degree of conversion of resin blends in relation to ethanol content and hydrophilicity**. Dental Materials, 2008; v. 24, p. 194-200.

CARVALHO, Ricardo Marins de. **Sistemas adesivos: Fundamentos para compreensão de sua aplicação em clínica**. Revista Biodonto, 2004; v. 2, p. 66.

CARVALHO, Ricardo Marins.; MENDONÇA, J. S.; SANTIAGO, S. L.; et al. **Effects of HEMA/ Solvent Combinations on Bond Strength to Dentin**. J. Dent Res, 2003; 82(8): 597 – 601.

CHIEFFI, Nicoletta; CHERSONI, Stefano; PAPACCHINI, Federica; VANO, Michele; GORACCI, Cecília; DAVIDSON Carel L. et al. **The effect of application sustained seating pressure on adhesive luting procedure**. Dental Materials, 2007; v. 23, p. 159-164.

COLLARES, F.M.; OGLIARI, F.A.; ZANCHI, C.H.; PETZHOLD, C.L.; PIVA, E.; SAMUEL, S.M. **Influence of 2-hidroxyethyl metacrylate concentration on polymer network of adhesive resin**. J. Adhes Dent 2011- Apr; 13(2):125 a 129

DICKENS S.H.; CHO B.H.; **Interpretation of bond failure through conversion and residual solvent measurements and Weibull analyses of flexural and microtensile bond strengths of bonding agents**. Dental Materials, 2005; 21(4):354-64.

FELIZARDO, K. R.; LEMOS, L. V. F. M.; CARVALHO, R. V.; JÚNIOR GONINI, A.; LOPES, M. B.; MOURA, S. **Bond strength of HEMA containing versus HEMA-free self-etch adhesive systems to dentin**. Braz. Dent. J. 2011; vol. 22 n° 6.

FU, J.; PAN, F.; KAKUDA, S.; SIDHU, S.; IKEDA, T.; NAKAOKI, Y.; SELIMOVIC, D.; SAND. H. **The effect of air blowing duration on all in-one systems**. Dental Materials Journal, 2012; 31(6): 1075-1081.

GIACHETTI, Luca; SCAMINACI RUSSO, Daniele; BAMBI, Cláudia; NIERI, Michele; BERTINI, Fábio. **Influence of operator skill on microleakage of total-etch and self-etch bonding systems**. Journal of Dentistry, 2008 36(1): 49-53.

HOLMES, Robert G, RUEGGEBERG, Frederick A; CALLAN, Richard S; CAUGHMAN, Frank; CHAN, Daniel C N; PASHLEY, David H; LOONEY, Stephen

W. **Effect of solvent type and content on monomer conversion of a model resin system as a thin film.** Dental Materials, 2007; 23(12): 1506-12.

IKEDA, T, DE MUNK J, SHIRAI K, HIKITA K, INOUE S, SANO H, et al. **Effect of air drying and solvent evaporation on the strength of HEMA-rich versus HEMA-free one-step adhesives.** Dent Mater 2008; 24(10): 1316-1323.

IKEDA, T.; MUNCK, J. D.; SHIRAI, K.; HIKITA, K.; INOUE, S.; SANO, H.; HAMBRECHTS, P.; VAN MEERBEEK, B. **Effect of evaporation of primer components on ultimate tensile strengths of primer-adhesive mixture.** Dental Materials (2005) 21, 1051 – 1058.

MCLEOD, Melanie E; PRICE, Richard B; FELIX, Christopher M. **Effect of configuration factor on shear bond strength of self-etch adhesive systems to ground enamel and dentin.** Operative Dentistry 2011; 35(1): 84-93.

MUNCK, de J.; VAN HANDUYT, K.; PEUMANS, M.; POITEUIN, A.; HAMMECHTS, P.; BRAEM, M.; and VAN MEERBEEK, B. **A Critical Review of the Durability of Adhesion to tooth Tissue: Methods and Results.** J. Dent Res 2005; 84(2): 118 – 132.

NAKABAYASHI, Nobuo; KOJIMA, Katsunori; MASHUHARA, Eiicher. **The promotion of adhesion by the infiltration of monomers into tooth substrates.** Journal of Biomedical Materials Research 1982 ; 16(3): 265-273

OGURI M.; YOSHIDA Y.; YOSHIHARA K.; MIYAUCHI T.; NAKAMURA Y.; SHIMODA S.; HANABUSA M.; MAMOR Y.; VAN MEERBEEK B.; **Effects of functional monomers and photo-initiators on the degree of conversion of a dental adhesive.** Acta Biomaterialia 2012;8(5):1928-34.

PERDIGÃO J.; LOPES M.M.; GOMES G. **In vitro bonding performance of self-etch adhesives: II – Ultramorphological evaluation.** Oper Dent. 2008; 33:534-49.

RUEGGERBERG, F. A; HASHINGER DT FAIHURST C.W.; **Calibration of FTIR conversion analysis of contemporary dental resin composites.** Dental Materials, 1990 V4: 214 – 249.

SKUPIEN, J. A.; PENZI, T. L.; BORGES, M. F.; MARCHIORI, J. C.; ROCHA, R. D.; SUSIN, A. H.; BORTOLOTTI, T. & KREJCI, F. **Adhesive Systems: Considerations About Solvents.** Int. J. Odontomat, 2009; 3(2): 119-124.

SPENCER, PAULETTE; WANG; YONG. **Adhesive phases separation at the dentin interface under wet bonding conditions.** Journal of Biomedical Materials Research 2002 ; 62(3):447-56.

TAY FRANKLIN R.; PASHLEY DAVID H.; YOSHIYAMA, MASAHIRO. **Two modes of nanoleakage expression in single-step adhesives.** Journal of Dental Research, 2002 v.81, p. 472-6.

YIU, CYNTHIA K.Y.; PASHLEY EDNA L.; HIRAISHI N.; KING, NIGEL M.; GORACCI, CECILIA; FERRARI, MARCO; CARVALHO, RICARDO MARINS DE; PASHLEY, DAVID H.; TAY FRANKLIN R. **Solvent and water retention in dental adhesive blend safter evaporation.** Biomateriais,2005 v.26, n.4 p 6863-72.