

UNIVERSIDADE FEDERAL DE PELOTAS
Programa de Pós-Graduação em Odontologia



Dissertação

**A influência da água na composição de *primers*
autocondicionantes experimentais**

Giana da Silveira Lima

Pelotas, 2007

GIANA DA SILVEIRA LIMA

**A INFLUÊNCIA DA ÁGUA NA COMPOSIÇÃO DE
PRIMERS AUTOCONDICIONANTES EXPERIMENTAIS**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Odontologia, Área de concentração em Dentística da Faculdade de Odontologia da UNIVERSIDADE FEDERAL DE PELOTAS, como requisito parcial à obtenção do título de Mestre em Odontologia.

Orientador: Prof^{or}. Dr. Evandro Piva

Co-orientadores: Prof^{or}. Dr. Neftali Lenin Villarreal Carreño

Prof^{or}. Dr. Flávio Fernando Demarco

Pelotas, 2007

Banca examinadora

Prof. Dr. Evandro Piva

Prof^a. Dr^a. Ana Maria Spohr

Prof^a. Dr^a. Adriana Fernandes da Silva

Prof^a. Dr^a. Márcia Bueno Pinto (Suplente)

DEDICATÓRIA

Dedico este trabalho:

Aos meus pais **Ana e Joaquim**, que me deram a vida e a revestiram de amor e carinho. Foram os meus primeiros mestres, abriram as portas do meu futuro iluminando o meu caminho com a luz mais brilhante que puderam encontrar: o estudo. Trabalharam arduamente sacrificando seus sonhos em favor dos meus, não foram apenas pais mas sim amigos e companheiros.

Aos meus irmãos, **Rafa, Bel e João** pela alegria de tê-los em minha vida, pela infância feliz, pela amizade, pelo companheirismo e pela presença que vence a distância!

Ao meu amor **Ailton**, cuja paciência, compreensão e estímulo permitiram a conclusão deste trabalho.

À minha filha **Ana Beatriz**, um anjinho que o “Papai do céu” colocou em minha vida! Meu maior incentivo para lutar e minha esperança de um futuro melhor.

Aos meus familiares, gaúchos, mato-grossenses e mineiros, próximos ou distantes, presentes em todos os momentos, sempre dispostos a tornar esta minha caminhada mais feliz e interessante.

AGRADECIMENTOS

Ao meu orientador Professor Doutor Evandro Piva o meu muitíssimo obrigada pela tua orientação! Teu entusiasmo pelo trabalho é contagiante e sem dúvidas é o “culpado” de tanto sucesso! Obrigada por ser meu Prof^{or}., sempre com as palavras certas na hora certa! Obrigada por me apresentar de forma diferente o mundo dos Materiais Dentários, pelo qual me apaixonei profundamente! Obrigada por me ensinar sobre ser pesquisador e pelo exemplo de caráter profissional que és! Obrigada pela prestatividade, dedicação e amizade. Serei eternamente grata por tudo!!!

Ao meu co-orientador Professor Doutor Flávio Fernando Demarco pelo incentivo desde o início desta caminhada. Obrigada por acreditar em mim e pela inestimável contribuição para a minha vida acadêmica. És um exemplo de professor e pesquisador admirável!

Ao meu co-orientador Professor Doutor Neftali Lénin Vilarreal Carreño pela confiança, atenção e pela luta constante na viabilização dos tantos projetos e estudos. Muito obrigada!

Às minhas orientadoras de Iniciação Científica Professoras Ana Paula N. Gomes, Lenita M. Aver de Araújo, por me apresentarem a “doce inquietude” da busca pelo conhecimento. Agradeço a oportunidade que me deram, a confiança em mim depositada e acima de tudo, a amizade que construímos.

Ao meu grande amigo Fabrício Aulo Ogliari, colega materiano! Não tenho palavras para agradecer as inúmeras “aulas” que me deste durante estes anos! Cada dia no CDC-Bio trazia consigo um aprendizado, principalmente pelas discussões e descobertas realizadas. Obrigada pela convivência tão harmoniosa,

agradável e enriquecedora. Te admiro muito pelo profissional que és, pela tua inteligência fora do comum e pela tua HUMILDADE extraordinária!

Aos meus colegas e amigos do Mestrado e Doutorado Rafael Lund, César (Tino), Rodrigo, Luciano, Rafael Moraes, Sandrina & Tiago, Sinval, Luis Eduardo (Neno), Silvia, Raquel, Marcos, Márcio, Glória, Thiago, Paula, Sonia, Renata, Francine, Eduardo, Catiara, Vanessa, Flávia. Agradeço a contribuição de cada um de vocês para o meu crescimento profissional e conhecimento científico. Obrigada pela troca de experiências e pelos grandes momentos que passamos juntos!

Aos alunos de Iniciação Científica Fernanda, Emília, Heloísa, Elisa, Eliseu, Paulo, Ariele, Caroline, por me mostrarem o que é aprender ensinando e o que é ensinar aprendendo. Obrigada pela responsabilidade e comprometimento na execução dos trabalhos e pela convivência, vocês são muito especiais!

Ao Grupo de Estudos de Materiais Dentários do CDC-Bio pela construção de conhecimento e discussões científicas, fundamentais para o nosso crescimento e desenvolvimento como pesquisadores.

À secretária do PPGO Josiane Silva, querida, amiga, parceira, sempre tão solícita e atenciosa, obrigada por tudo! Josinha te adoro!

Aos técnicos do CDC-Bio, Sr. Airton e Marcelo, que felizmente vieram compor o grupo do Pós-graduação, auxiliando na organização, execução de ensaios, prestação de serviços e resolução de qualquer necessidade adversa com entusiasmo e eficiência, no CDC-Bio e na Faculdade. Obrigada por “vestirem nossa camisa”!

À técnica do laboratório de Materiais Dentários Dona Leda, desde a graduação até hoje sempre presente, tão gentil, prestativa e sorridente! Obrigada!

Ao Programa de Pós-Graduação em Odontologia /UFPeI, representado pelo Coordenador Professor Doutor Evandro Piva que mesmo tão jovem demonstra tanta competência e dinamismo, agradeço a oportunidade de desenvolver minhas habilidades acadêmicas em uma escola qualificada e autêntica.

À Professora Doutora Márcia Bueno Pinto, diretora da Faculdade de Odontologia / UFPeI minha professora de dentística e hoje nossa diretora. Obrigada pela dedicação e carinho que demonstra em tudo o que faz!

À Coordenadoria de Aperfeiçoamento de Pessoal de Ensino Superior (CAPES) pelo financiamento das minhas atividades de pós-graduação.

NOTAS PRELIMINARES

A presente dissertação foi redigida Segundo o Manual de Normas para Dissertações, Teses e Trabalhos Científicos da Universidade Federal de Pelotas de 2006, adotando o Nível de Descrição 4 – estruturas em Artigos, que consta no Apêndice D do referido manual. Disponível no endereço eletrônico: (http://www.ufpel.tche.br/prg/sisbi/documentos/Manual_normas_UFPel_2006.pdf).

RESUMO

LIMA, Giana da Silveira. **A influência da água na composição de *primers* autocondicionantes experimentais**. 2007. 81f. Dissertação de Mestrado – Programa de Pós-Graduação em Odontologia. Universidade Federal de Pelotas, RS, Brasil.

Este estudo avaliou a influência de diferentes concentrações de água no solvente de um *primer* autocondicionante de um sistema adesivo dentinário experimental. Foram formulados cinco *primers* experimentais com diferentes concentrações, 0; 5; 10; 20; 40%, de água em massa e Clearfil SE Bond (CSEB) foi utilizado como referência comercial. Foram utilizados 60 incisivos bovinos, distribuídos aleatoriamente entre 6 grupos (n= 20). Na face vestibular dos dentes foi realizado desgaste com lixas até a exposição de dentina com lixa d'água 600. O *primer* foi aplicado sobre a dentina previamente seca com papel absorvente, sendo aplicado jato de ar e em seguida o adesivo foi aplicado e foto-ativado com aparelho fotopolimerizador LED SDI Radii®. A restauração foi confeccionada utilizando 2 incrementos, fotoativados de acordo com as recomendações do fabricante. Após armazenagem por 24 horas em água destilada à 37°C, os dentes foram seccionados em cortadeira de precisão e a resistência de união mensurada, através de ensaio de microtração em uma máquina de ensaios mecânicos. Análise de Variância segundo um critério e teste complementar de Tukey foram utilizados na análise estatística ($\alpha=5\%$). Não houve diferença na resistência de união de P₄₀ (53,9 $\pm$ 12,7 MPa) P₂₀ (51,1 $\pm$ 11,5 MPa) e P₁₀ (47,5 $\pm$ 11,4 MPa) e CB (52,44 $\pm$ 13,27 MPa). Os grupos P₅ (38,6 $\pm$ 12,9 MPa) e P₀ (31,5 $\pm$ 7,5 MPa) não apresentaram diferença estatística entre si, mas seus valores de adesão dentinária foram menores que os demais grupos ($p<0,05$). A resistência de união dentinária do sistema adesivo experimental testado sofre influência da concentração de água presente no solvente do *primer* autocondicionante.

Palavras chave: adesivo dentinário; adesivo auto-condicionante; microtração; resistência de união; adesivos; materiais dentários.

ABSTRACT

LIMA, Giana da Silveira. **Influence of the water concentration in an experimental self-etching primer on the bond strength to dentin.** 2007. 81f. Dissertation (Master degree) – Post Graduate Program, Dentistry School, Federal University of Pelotas, RS, Brazil.

To investigate the influence of different water concentrations in self-etching primers solvents on microtensile bond strength (μ TBS) of an experimental adhesive system. Five experimental self-etching primers with 0, 5, 10, 20 and 40 water concentration (wt %) in solvent, were synthesized. Clearfil SE Bond (CSEB) was used as commercial adhesive. Sixty bovine incisive were randomize separated in six groups (n=20). Vestibular enamel was removed to expose the superficial coronal dentin, this surface was polished wet to create a standardized smear layer. After rinsing, water was removed, leaving the surface visibly dried. The dentin surfaces were etched with primer and air-dried, after coating adhesive resin was applied and photo-activated, following the composite resin restoration was accomplished. After storage for 24 hours, the specimens were sectioned with a refrigerated diamond saw at low-speed. Microtensile bond strength were measured and data were analyzed by one-way ANOVA/Tukey's test ($\alpha=0.05$). Analysis of variance showed that primer composition was a significant factor for bond strength. There was not difference on bond strength of the primers with water concentration: 40% (53.9 ± 12.7 MPa), 20% (51.1 ± 11.5 MPa) and 10% (47.5 ± 11.4 MPa) and CSEB (52.44 ± 13.27 MPa). The group with 5% (38.6 ± 12.9 MPa) and 0% (31.5 ± 7.5 MPa), present similar bond strength amongst themselves but statistically smaller that the other groups. The water concentration, present in the primer solvent, exercise significant influence on the bond strength of this experimental self-etching adhesive system.

Keywords: dental adhesive; tensile strength; self-etch primer; adhesives; dental materials.

Lista de Figuras

Introdução

Figura 1	Classificação dos adesivos dentinários contemporâneos.....	18
----------	--	----

Projeto

Figura 1	Representação esquemática do preparo das amostras para execução da metodologia de resistência de união à microtração que será utilizada.....	28
----------	--	----

Artigo

Figura 1	Caracterização por FTIR espectro do reagente inicial (2-hidroxietil metacrilato - HEMA) e do produto metacrilatos fosforados (MEP e Bis-MEP).....	55
Figura 2	Espectro de RMN H^1 da mistura equimolar de metacriloiloxietil dihidrogênio fosfato e bis(metacriloiloxietil) hidrogênio fosfato purificados (200MHz, $CDCl_3$).....	56
Figura 3	Distribuição do Padrão de fratura dos diferentes materiais testados.....	57
Figura 4	Relação entre as médias de resistência de união à microtração e a porcentagem de falhas adesivas.....	58

Lista de Tabelas e Quadros

Projeto

Tabela 1	Composição dos cinco <i>primers</i> experimentais que serão avaliados no estudo.....	27
Quadro 1	Orçamento previsto para a viabilização do Projeto.....	33
Quadro 2	Cronograma de execução do Projeto.....	34

Artigo

Tabela 1	Composição e pH dos seis primers utilizados no estudo.....	53
Tabela 2	Resultados de resistência de união à microtração (μ TBS).....	54

Lista de Abreviaturas

BHT	Hidróxibutil Tolueno
°C	Graus Celsius
CEEA	Comissão de Ética em Experimentação Animal
cm	centímetro
CSEB	Clearfil SE Bond
FO	Faculdade de Odontologia
FTIR	Espectroscopia de Infravermelho por Transformada de Fourier (Fourier Transform Infrared)
g	grama
GMA	Glicidil Metacrilato
GC	Grau de Conversão
HEMA	2-Hidroxietil Metacrilato
h	hora
MEP	Metacriloiloxietil Dihidrogênio Fosfato
Bis-MEP	Bis-Metacriloiloxietil Hidrogênio Fosfato
MDP	10-Metacriloiloxidecil Dihidrogênio Fosfato
mg	miligrama
MHz	Megahertz
min	minuto
ml	mililitro
mm	milímetro
MO	Microscopia Ótica
MPa	MegaPascal
μTBS	Microtensile Bond Strength
N	Newtons
PMMA	Polimetil Metacrilato
RMN H ¹	Ressonância Magnética Nuclear de Prótons
SiC	Carbeto de Silício
s	segundo
UFPeI	Universidade Federal de Pelotas
UFRGS	Universidade Federal do Rio Grande do Sul
X	vezes

SUMÁRIO

1	Introdução Geral.....	17
2	Projeto de Pesquisa.....	21
2.1	Introdução.....	21
2.2	Justificativa.....	24
2.3	Objetivo.....	25
2.4	Materiais e Métodos.....	26
2.4.1	Considerações iniciais.....	26
2.4.2	Síntese.....	26
2.4.3	Formulação dos materiais.....	26
2.4.4	Resistência de união à microtração e análise do modo de fratura.....	27
2.4.5	Tratamento estatístico.....	29
2.5	Referências	31
2.6	Orçamento	33
2.7	Cronograma	34
2.8	Organogramas do Projeto.....	35
3	Artigo.....	37
4	Conclusões.....	61
5	Referências.....	62
6	Apêndices.....	66
7	Anexos.....	78

1 INTRODUÇÃO GERAL

O uso de materiais com técnicas adesivas revolucionou os procedimentos restauradores, representando grande avanço tanto em propriedades mecânicas quanto estéticas (VAN MEERBEEK et al., 2005). Apesar da evolução destes materiais e de sua efetividade de união imediata bastante favorável, em avaliações longitudinais *in vitro* e *in vivo*, se verifica redução na resistência de união de alguns destes materiais ao substrato dental (DE MUNCK et al., 2005, DONMEZ et al., 2005).

O mecanismo de adesão dos adesivos atuais consiste basicamente em uma substituição do material inorgânico da superfície dental pelos monômeros resinosos constituindo um embricamento micromecânico com as fibrilas de colágeno e as microporosidades formadas (VAN MEERBEEK, et al., 2005). Estudos demonstram os efeitos da contração de polimerização e da fadiga na degradação da camada híbrida (NIKAIDO et al., 2002), evidenciando sua sensibilidade aos fenômenos mecânicos. Adicionalmente, a camada híbrida sofre degradação química, que pode se dar principalmente por reação enzimática (processo ativo) e por hidrólise (degradação passiva) (GOPFERICH, 1996). Sendo que a hidrólise é apontada pela literatura como fator que mais afeta a durabilidade dos componentes da interface (DE MUNCK, et al., 2005, DONMEZ, et al., 2005).

Os sistemas adesivos podem ser classificados em convencionais e autocondicionantes, de acordo com a estratégia empregada para o condicionamento do substrato dental. E subdivididos, de acordo com o número de passos clínicos realizados no procedimento adesivo (DE MUNCK, et al., 2005, VAN MEERBEEK et al., 2003). Sistemas adesivos que utilizam o tradicional

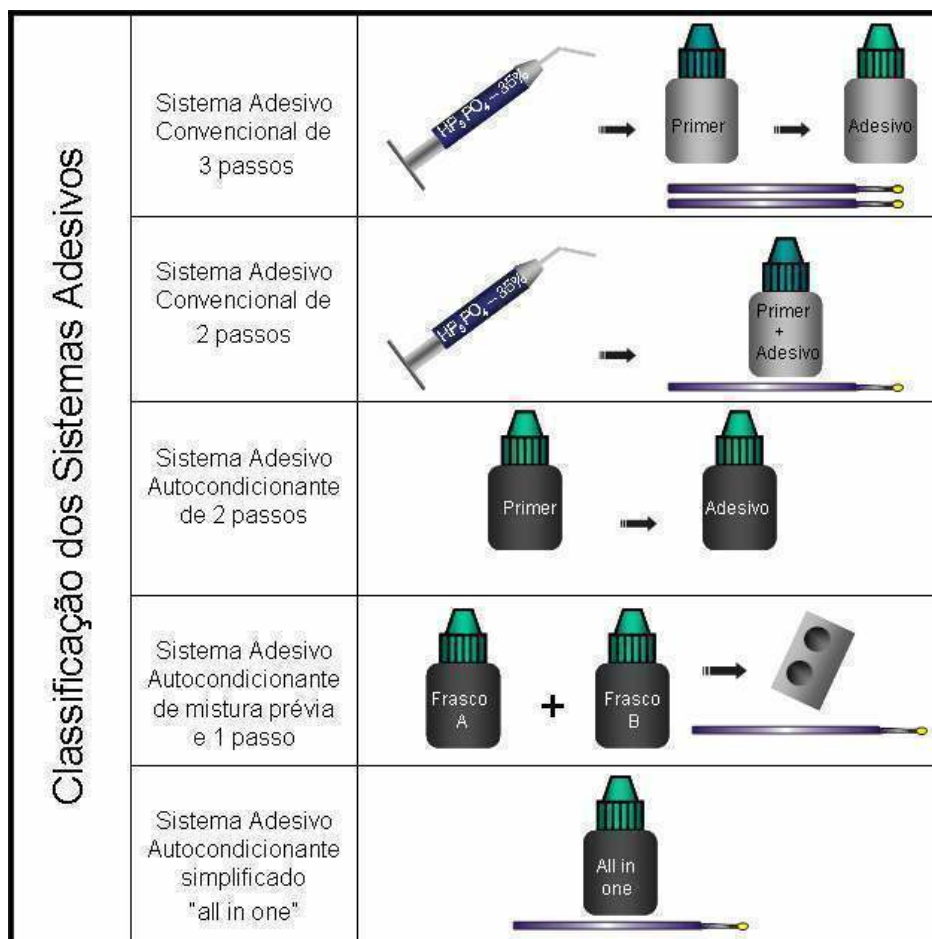


Figura 1. Classificação dos adesivos dentinários contemporâneos.

condicionamento com gel de ácido fosfórico que é lavado após a aplicação na superfície dental são chamados de convencionais. Podem ser convencionais de três passos (ácido fosfórico + *primer* + adesivo) ou convencionais de dois passos (ácido fosfórico + *primer*/adesivo). Os sistemas que utilizam monômeros ácidos polimerizáveis que desmineralizam o substrato e dispensam a lavagem após a aplicação, são classificados como autocondicionantes e podem ser de dois passos ou de passo único. Nos adesivos autocondicionantes de passo único há ainda outra subclasse a ser considerada, decorrente da apresentação comercial que pode ser de duas formas: dois frascos separados, que têm seu conteúdo misturado previamente à aplicação, ou único frasco com todos os componentes do sistema adesivo contidos em embalagem única. A figura 1

demonstra uma representação esquemática da classificação atual dos adesivos odontológicos.

Os sistemas adesivos autocondicionantes foram introduzidos no mercado, com o objetivo de simplificar o procedimento adesivo, estes eliminam algumas etapas clínicas e minimizam a influência de variáveis durante a aplicação (ERNST; HOLZMEIER; WILLERSHAUSEN, 2004, TAY; PASHLEY, 2003). O procedimento restaurador que utiliza sistema adesivo autocondicionante é simplificado quando comparado àquele que utiliza sistema adesivo convencional, o qual requer condicionamento ácido e *primer* dentinário, aplicados separadamente, na hibridização (HAYAKAWA; KIKUTAKE; NEMOTO, 1998). Assim, os *primers* autocondicionantes eliminam o passo de lavagem para a remoção do gel de ácido fosfórico do substrato dental e o passo, tecnicamente sensível, de secagem para obtenção da superfície ligeiramente úmida. Resultam em um baixo nível de sensibilidade pós-operatória, uma vez que o risco de secagem exagerada é minimizado e a possibilidade de sobrecondicionamento é evitada (SALZ et al., 2005, TAY; PASHLEY, 2001, TAY; PASHLEY, 2003, VAN LANDUYT et al., 2006). O *primer* é aplicado sobre a lama dentinária e a utiliza como substrato para a adesão, incorporando-a na camada híbrida (TAY; PASHLEY, 2001), deste modo os monômeros desmineralizam e concomitantemente infiltram no substrato dental (SALZ, et al., 2005, VAN LANDUYT, et al., 2006, WANG; SPENCER, 2003).

A estratégia de uso dos *primers* autocondicionantes tem como vantagem a utilização da dentina seca como substrato, além de requerer uma única aplicação, seguida de um jato de ar. (TAY; PASHLEY, 2001). Estudos relatam que o desempenho dos sistemas adesivos autocondicionantes de dois passos se assemelha ao dos sistemas convencionais de três passos, os quais são considerados os mais satisfatórios, dentre os disponíveis no mercado. (DE MUNCK, et al., 2005). No entanto, sabe-se que em geral, sistemas adesivos autocondicionantes apresentam deficiente resistência de união ao esmalte íntegro (KANEMURA; SANO; TAGAMI, 1999).

De maneira geral, os monômeros resinosos hidrófilos estão dissolvidos em solventes altamente voláteis, que auxiliam no deslocamento da água, facilitando a penetração dos monômeros e assim propiciando um aumento na resistência de união (YIU et al., 2005). Nos sistemas adesivos autocondicionantes, a água é fundamental para a ionização do componente ácido do *primer*, o que possibilita a desmineralização do substrato (HIRAISHI et al., 2005, SALZ, et al., 2005, VAN LANDUYT, et al., 2006, YIU, et al., 2005). Além disso, a água facilita a dissolução dos produtos da reação do processo de condicionamento (SALZ, et al., 2005). Entretanto, a utilização de altas concentrações de água, levanta questões sobre o potencial efeito prejudicial na reação de polimerização (IKEDA et al., 2005, VAN LANDUYT, et al., 2006). Isto também se aplica às altas concentrações de solventes em geral, que quando não evaporados totalmente, podem provocar a incompleta polimerização da resina (OGLIARI, et al., 2007, IKEDA, et al., 2005). A etapa de volatilização do solvente é de extrema importância para a integridade e durabilidade da união dentina-resina (YIU, et al., 2005).

Apesar da fundamental importância da água nos sistemas adesivos autocondicionantes, a influência da concentração de água presente na composição dos *primers* autocondicionantes, na efetividade de união à dentina não foi completamente investigada. Para esclarecer a contribuição de um único componente, foram desenvolvidos *primers* com formulação semelhante, variando apenas a concentração de água no solvente, algo que não seria possível com utilização de adesivos comerciais. O objetivo deste estudo foi avaliar a influência da concentração de água na composição de *primers* autocondicionantes experimentais investigando a resistência de união à microtração em dentina e o modo de fratura.

2 PROJETO DE PESQUISA

2.1 INTRODUÇÃO

Os sistemas adesivos contemporâneos apresentam uma efetividade de união imediata bastante satisfatória, mas com o decorrer do tempo, ocorre degradação da adesão ao esmalte e à dentina (DE MUNCK et al., 2005, DONMEZ et al., 2005). Estudos *in vitro* e *in vivo* relatam que ocorre uma progressiva redução na resistência de união com o passar do tempo (DE MUNCK, et al., 2005, DONMEZ, et al., 2005, JACQUES; HEBLING, 2005, LOGUERCIO et al., 2006). Os adesivos dentinários das primeiras gerações tinham como foco para a adesão, o esmalte dentário, apresentando deficiente capacidade de união em dentina. Com a adição de monômeros polares como 2-hidroxietil metacrilato (HEMA), os adesivos tornaram-se mais hidrófilos, o que viabilizou a adesão na presença de umidade (TAY; PASHLEY, 2003), além disso, a inclusão do HEMA no *primer* permitiu maior estabilidade na malha de colágeno, auxiliando na manutenção da permeabilidade dentinária e difusão dos monômeros (CHERSONI et al., 2004, MOSZNER; SALZ; ZIMMERMANN, 2005), promovendo um aumento nos valores de resistência de união ao substrato dentinário (PASHLEY et al., 1998).

A interface do adesivo com tecido dental deve apresentar um bom selamento marginal (BERGENHOLTZ, 2000) e altos valores de resistência de união para resistir às tensões da contração de polimerização e esforços mastigatórios (DELIPERI; BARDWELL; PAPATHANASIOU, 2003). Grande parte dos sistemas adesivos atuais, após cerca de três meses, já exibem evidências mecânicas e morfológicas de degradação (DE MUNCK, et al., 2005), denotando

que a durabilidade da adesão aos tecidos dentais é um problema (DE MUNCK, et al., 2005, REIS et al., 2005). Uma análise comparativa dos adesivos atuais revela que adesivos de três passos permanecem como referencial em termos de durabilidade, e que apenas os adesivos auto-condicionantes de dois passos se aproximam em termos de desempenho, apresentando adicionalmente alguns benefícios clínicos (DE MUNCK, et al., 2005). Entretanto, os adesivos convencionais em geral, são os que apresentam maior sensibilidade de técnica e requerem maior tempo clínico durante a aplicação. Um dos fatores responsáveis pela sensibilidade técnica é a necessidade de se considerar as condições de hidratação do tecido dentinário previamente à aplicação do *primer* e/ou adesivo (TAY; PASHLEY, 2003). A durabilidade da união adesivo/dentina está diretamente relacionada com a qualidade da camada híbrida formada. Idealmente, os monômeros do adesivo devem ocupar todos os espaços remanescentes da remoção mineral realizada com o condicionamento com ácido fosfórico, envolvendo as fibrilas de colágeno (PASHLEY et al., 1993, SANO et al., 1994, WANG; SPENCER, 2003). Entretanto estudos têm demonstrado que frequentemente isso não ocorre (WANG; SPENCER, 2003).

A evolução dos sistemas adesivos na última década, teve como foco principal a simplificação da técnica de aplicação dos mesmos, sendo desenvolvidos produtos de rápida aplicação e uso facilitado (TAY; PASHLEY, 2003). O uso de adesivos autocondicionantes reduz a sensibilidade técnica (MOSZNER; SALZ; ZIMMERMANN, 2005, TAY; PASHLEY, 2003, VAN MEERBEEK et al., 2005), pois elimina o passo de remoção do ácido fosfórico do esmalte e dentina e a necessidade de se considerar as condições de hidratação da superfície dentinária (MOSZNER; SALZ; ZIMMERMANN, 2005, TANUMIHARJA; BURROW; TYAS, 2000). Também é considerada a hipótese de que estes sistemas adesivos apresentem uma menor chance de sensibilidade pós-operatória (VAN MEERBEEK, et al., 2005). Adicionalmente, como os monômeros infiltram e concomitantemente desmineralizam (MOSZNER; SALZ; ZIMMERMANN, 2005, VAN MEERBEEK, et al., 2005) é reduzida a possibilidade

de incompleta infiltração do adesivo nos espaços criados pela remoção mineral (VAN MEERBEEK, et al., 2005).

De maneira geral, os monômeros hidrófilos são dissolvidos em solventes voláteis próticos e apróticos para auxiliar na evaporação da água e facilitar a penetração dos monômeros promovendo um aumento na resistência de união (YIU et al., 2005). Nos adesivos auto-condicionantes a água é extremamente importante para que ocorra a ionização do monômero ácido, proporcionando a desmineralização do substrato dentário (HIRAISHI et al., 2005, VAN MEERBEEK, et al., 2005, YIU, et al., 2005). No entanto, a utilização de altas concentrações de água na composição dos adesivos gera questões sobre a dificuldade de remoção da mesma e prejuízos potenciais na polimerização. Isto também se aplica às altas concentrações de solventes orgânicos, visto que sua incompleta evaporação pode prejudicar a polimerização (IKEDA et al., 2005, VAN MEERBEEK, et al., 2005, YIU, et al., 2005). A remoção de solventes orgânicos e inorgânicos é importante para a integridade e durabilidade da união dentina/resina (YIU, et al., 2005). Estudos laboratoriais independentes avaliando a influência da concentração da água na atividade e efetividade de adesão dentinária de *primers* autocondicionantes são escassos na literatura. Com a possibilidade da avaliação desse fenômeno através de materiais experimentais, o número de variáveis presentes no estudo pode ser reduzido, restringindo-se apenas ao componente de interesse, o que seria inviável se fossem utilizados adesivos comerciais.

2.2 JUSTIFICATIVA

A utilização de um sistema adesivo experimental é ideal para avaliar a real influência da água na composição de *primers*, pois permite o amplo controle das variáveis pelo pleno conhecimento da composição do produto testado. Frente às características promissoras dos adesivos autocondicionantes é necessário que se entenda a influência dos elementos básicos de sua composição visando à evolução e o desenvolvimento de novos biomateriais para a aplicação em Odontologia.

2.3 OBJETIVOS

O objetivo deste estudo será avaliar a influência de diferentes concentrações de água na composição de *primers* autocondicionantes experimentais sobre a resistência de união à dentina realizada em avaliação imediata e longitudinal.

A hipótese nula a ser testada é que a variação na concentração de água no *primer* do sistema adesivo autocondicionante experimental não influencia os valores de resistência de união à dentina.

2.4 MATERIAIS E MÉTODOS

2. 4. 1 Considerações iniciais

Este caracteriza-se por um estudo interdisciplinar (Odontologia-Química) e interinstitucional (UFPel-UFRGS) sendo os experimentos executados em ambas instituições.

2. 4. 2 Síntese do sistema adesivo autocondicionante experimental

A fosforação do 2-hidroxietil metacrilato se dará pela diluição de 6 mol equivalente deste composto em diclorometano adicionados lentamente com o auxílio de um funil de adição à um balão resfriado à -40°C contendo 1 mol equivalente de pentóxido de fósforo suspenso em 50mL de diclorometano. A adição será conduzida durante 1 hora com a temperatura do meio reacional controlada, evitando ultrapassar nesta etapa 0 °C. Após a adição o meio reacional terá sua temperatura elevada para a temperatura ambiente e a reação irá correr durante 10 h, quando será interrompida. O material será filtrado em filtro de papel, será adicionado 0,1% de BHT e o solvente evaporado em rotavapor. Após o término da reação, o produto será caracterizado por ressonância magnética nuclear protônica (Varian 300 MHz) e por espectroscopia no infravermelho (Shimadzu IR Prestige 21, com dispositivo de reflectância total atenuada).

2. 4. 3 Formulação dos primers experimentais

Na Tabela 1 está descrita a composição de cada primer experimental que será avaliada no presente estudo. O pH de cada primer será mensurado em um pHmetro digital (Analion, FM 608, Brasil). Como resina adesiva fotopolimerizável será utilizado o adesivo de cobertura experimental AD-50 (Centro de Desenvolvimento e Controle de Biomateriais - FO/UFPel).

Tabela 1. Composição dos cinco *primers* experimentais avaliados no estudo.

Composição (% massa)	P₀	P₅	P₁₀	P₂₀	P₄₀	Controle(*)
HEMA	30	30	30	30	30	HEMA
(di) metacrilato fosfatado	30	30	30	30	30	MDP
Etanol	40	35	30	20	0	Monômero dimetacrilatos
Água	0	5	10	20	40	Fotoiniciador
Total (%)	100	100	100	100	100	Água
						100

Abreviaturas: HEMA: 2-hidroxietil metacrilato; MDP: 10-metacrilóiloxidecil dihidrogênio fosfato.

(*) Dados baseados nas informações do fabricante, composição em massa não divulgada.

2. 4. 4 Resistência de união à microtração e análise do modo de fratura

Sessenta incisivos bovinos, com período de extração inferior a três meses serão utilizados para esta avaliação. Após a extração, os dentes serão armazenados em cloramina T 0,5% durante sete dias, sendo posteriormente transferidos para água destilada, transferidos para um freezer e mantidos congelados até seu uso. Os dentes serão distribuídos aleatoriamente entre os seis grupos. Serão formulados cinco *primers* experimentais com diferentes concentrações (0; 5; 10; 20; 40% de água em massa), constituindo os respectivos grupos P₀, P₅, P₁₀, P₂₀, P₄₀ e Clearfil Self-Etching Bond (CSEB) será utilizado como controle. Na face vestibular dos dentes será realizado desgaste com lixas de SiC (carbeto de silício) de modo crescente de aplicação até a exposição de dentina com lixa d'água granulação 600 sob abundante irrigação com água, no sentido de padronizar a espessura de lama dentinária formada. Os dentes serão lavados e a superfície de dentina será inspecionada em estereomicroscópio ótico com aumento 40X para assegurar a ausência de esmalte remanescente na superfície. O *primer* será aplicado vigorosamente sobre a dentina seca durante 30 segundos e em seguida será aplicado jato de ar a uma distância padronizada de 10 cm durante 10 segundos. O adesivo será

aplicado e fotoativado por 20 segundos com aparelho fotopolimerizador LED SDI Radii® (1400 mW/cm²). A restauração será confeccionada utilizando quatro incrementos de 1 mm de compósito restaurador (C2 Charisma, Haerus Kulzer, Alemanha), cada um destes fotoativados por 20 segundos, de acordo com as recomendações do fabricante.

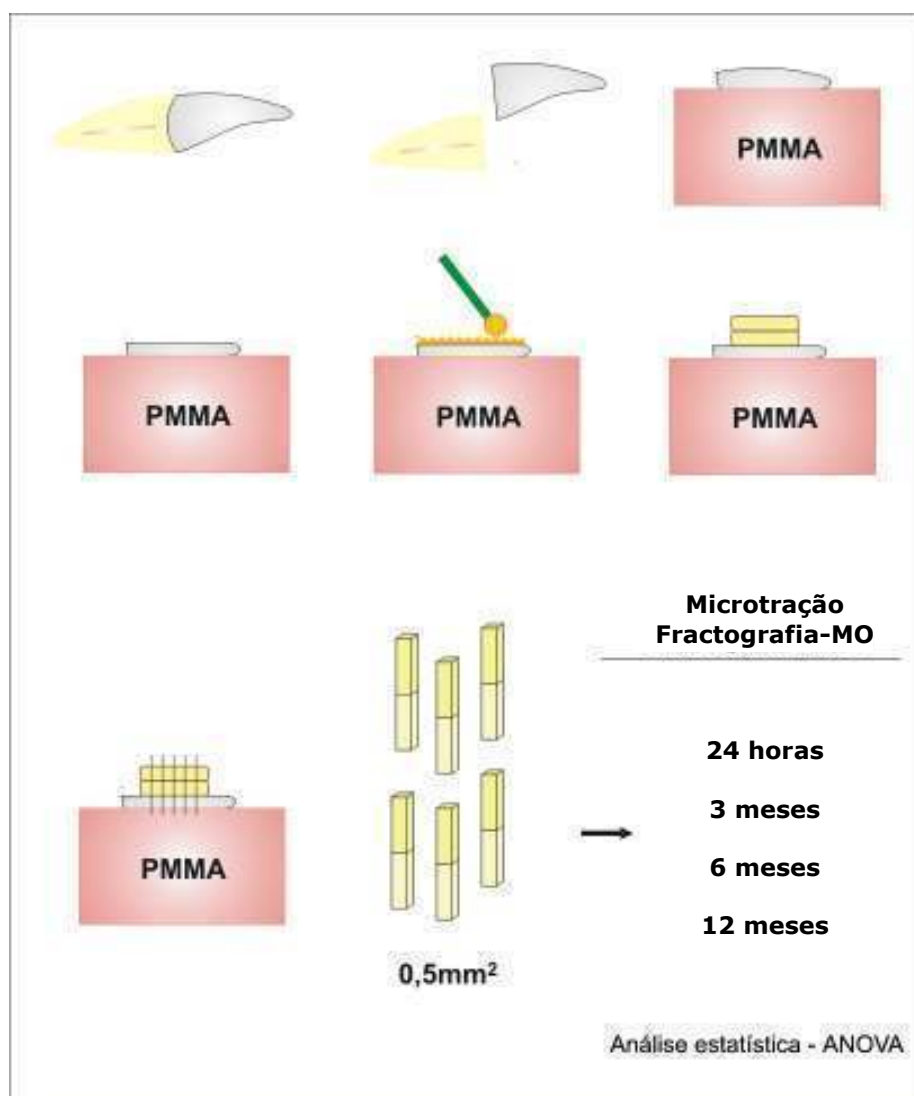


Figura 1. Representação esquemática do preparo das amostras para execução da metodologia de resistência de união à microtração que será utilizada.

Após armazenagem por 24 horas em água destilada à 37°C, os dentes serão seccionados em cortadeira de precisão (ISOMET 1000, Buheler). Serão realizados cortes de maneira a produzir palitos com área em sua secção transversa de aproximadamente 0,5mm², obtendo-se entre oito e doze palitos por dente, como ilustra a figura 1. As amostras de cada grupo serão divididas em quatro subgrupos à serem testados em diferentes períodos: imediatamente após o corte; após 3 meses de armazenagem, após 6 meses e após 12 meses de armazenagem dos palitos em água destilada com 0,4% de azida sódica, à 37° (entre 15 e 20 palitos por grupo). Cada palito terá as dimensões mensuradas para cálculo da área de união utilizando um paquímetro digital com precisão de 0,01mm. Os palitos serão fixados em um dispositivo desenvolvido para ensaios de microtração com o auxílio de um adesivo à base de cianoacrilato (Super Bonder Gel, Loctite). As amostras serão tracionadas a uma velocidade de 0,5mm/min até sua falha em uma máquina de ensaio mecânico (Emic DL500) com uma célula de carga de 500N e a resistência de união mensurada (MPa).

Os dados obtidos serão submetidos à análise estatística. Todas as amostras fraturadas correspondentes à dentina serão observadas através de microscopia óptica (MO) disponível em Microdurômetro (Futuretech FM 700) com um aumento de 100X e 500X para a determinação do modo de falha de cada amostra. As falhas serão classificadas em coesivas em adesivo, resina ou dentina, em adesiva e do tipo mistas.

2. 4. 5 Tratamento estatístico

O número de repetições especificados na presente metodologia partirão dos valores mais comumente utilizados na literatura. No entanto o número definitivo de repetições em cada avaliação terá como base o cálculo de amostra executado em estudos piloto prévios. Após a realização do estudo piloto e metodologia será checado o poder do teste, se o poder do teste for baixo (<0,8) um número programado de repetições será acrescentado em todos os grupos, sendo a metodologia realizada em situações controladas (Sigmastat 3.01, Systat

INC). De posse dos resultados dos experimentos, o método estatístico mais apropriado será escolhido com base na aderência no modelo de distribuição normal e igualdade de variâncias. Para todos os testes será considerado o valor $p < 0,05$ como estatisticamente significativo. Para a realização da análise estatística, será utilizado o programa estatístico SigmaStat 3.01.

2. 5 REFERÊNCIAS

BERGENHOLTZ, G. Evidence for bacterial causation of adverse pulpal responses in resin-based dental restorations **Crit Rev Oral Biol Med**, v.11, n.4, p.467-480, 2000.

CHERSONI, S.; SUPPA, P.; BRESCHI, L.; FERRARI, M.; TAY, F. R.; PASHLEY, D. H.; PRATI, C. Water movement in the hybrid layer after different dentin treatments **Dent Mater**, v.20, n.9, p.796-803, 2004.

DE MUNCK, J.; VAN LANDUYT, K.; PEUMANS, M.; POITEVIN, A.; LAMBRECHTS, P.; BRAEM, M.; VAN MEERBEEK, B. A critical review of the durability of adhesion to tooth tissue: methods and results **J Dent Res**, v.84, n.2, p.118-132, 2005.

DELIPERI, S.; BARDWELL, D. N.; PAPATHANASIOU, A. Effect of different polymerization methods on composite microleakage **Am J Dent**, v.16 Spec No, p.73A-76A, 2003.

DONMEZ, N.; BELL, S.; PASHLEY, D. H.; TAY, F. R. Ultrastructural correlates of in vivo/in vitro bond degradation in self-etch adhesives **J Dent Res**, v.84, n.4, p.355-359, 2005.

HIRAISHI, N.; NISHIYAMA, N.; IKEMURA, K.; YAU, J. Y.; KING, N. M.; TAGAMI, J.; PASHLEY, D. H.; TAY, F. R. Water concentration in self-etching primers affects their aggressiveness and bonding efficacy to dentin **J Dent Res**, v.84, n.7, p.653-658, 2005.

IKEDA, T.; DE MUNCK, J.; SHIRAI, K.; HIKITA, K.; INOUE, S.; SANO, H.; LAMBRECHTS, P.; VAN MEERBEEK, B. Effect of evaporation of primer components on ultimate tensile strengths of primer-adhesive mixture **Dent Mater**, v.21, n.11, p.1051-1058, 2005.

JACQUES, P.; HEBLING, J. Effect of dentin conditioners on the microtensile bond strength of a conventional and a self-etching primer adhesive system **Dent Mater**, v.21, n.2, p.103-109, 2005.

LOGUERCIO, A. D.; COSTENARO, A.; SILVEIRA, A. P.; RIBEIRO, N. R.; ROSSI, T. R.; REIS, A. A six-month clinical study of a self-etching and an etch-and-rinse adhesive applied as recommended and after doubling the number of adhesive coats **J Adhes Dent**, v.8, n.4, p.255-261, 2006.

MOSZNER, N.; SALZ, U.; ZIMMERMANN, J. Chemical aspects of self-etching enamel-dentin adhesives: a systematic review **Dent Mater**, v.21, n.10, p.895-910, 2005.

PASHLEY, D. H.; CIUCCHI, B.; SANO, H.; HORNER, J. A. Permeability of dentin to adhesive agents **Quintessence Int**, v.24, n.9, p.618-631, 1993.

PASHLEY, E. L.; ZHANG, Y.; LOCKWOOD, P. E.; RUEGGEBERG, F. A.; PASHLEY, D. H. Effects of HEMA on water evaporation from water-HEMA mixtures **Dent Mater**, v.14, n.1, p.6-10, 1998.

REIS, A.; GRANDI, V.; CARLOTTO, L.; BORTOLI, G.; PATZLAFF, R.; RODRIGUES ACCORINTE MDE, L.; DOURADO LOGUERCIO, A. Effect of smear layer thickness and acidity of self-etching solutions on early and long-term bond strength to dentin **J Dent**, v.33, n.7, p.549-559, 2005.

SANO, H.; SHONO, T.; TAKATSU, T.; HOSODA, H. Microporous dentin zone beneath resin-impregnated layer **Oper Dent**, v.19, n.2, p.59-64, 1994.

TANUMIHARJA, M.; BURROW, M. F.; TYAS, M. J. Microtensile bond strengths of seven dentin adhesive systems **Dent Mater**, v.16, n.3, p.180-187, 2000.

TAY, F. R.; PASHLEY, D. H. Have dentin adhesives become too hydrophilic? **J Can Dent Assoc**, v.69, n.11, p.726-731, 2003.

VAN MEERBEEK, B.; VAN LANDUYT, K.; DE MUNCK, J.; HASHIMOTO, M.; PEUMANS, M.; LAMBRECHTS, P.; YOSHIDA, Y.; INOUE, S.; SUZUKI, K. Technique-sensitivity of contemporary adhesives **Dent Mater J**, v.24, n.1, p.1-13, 2005.

WANG, Y.; SPENCER, P. Hybridization efficiency of the adhesive/dentin interface with wet bonding **J Dent Res**, v.82, n.2, p.141-145, 2003.

YIU, C. K.; PASHLEY, E. L.; HIRAISHI, N.; KING, N. M.; GORACCI, C.; FERRARI, M.; CARVALHO, R. M.; PASHLEY, D. H.; TAY, F. R. Solvent and water retention in dental adhesive blends after evaporation **Biomaterials**, v.26, n.34, p.6863-6872, 2005.

2.6 ORÇAMENTO

Quadro 1 - Orçamento previsto para a viabilização do projeto.

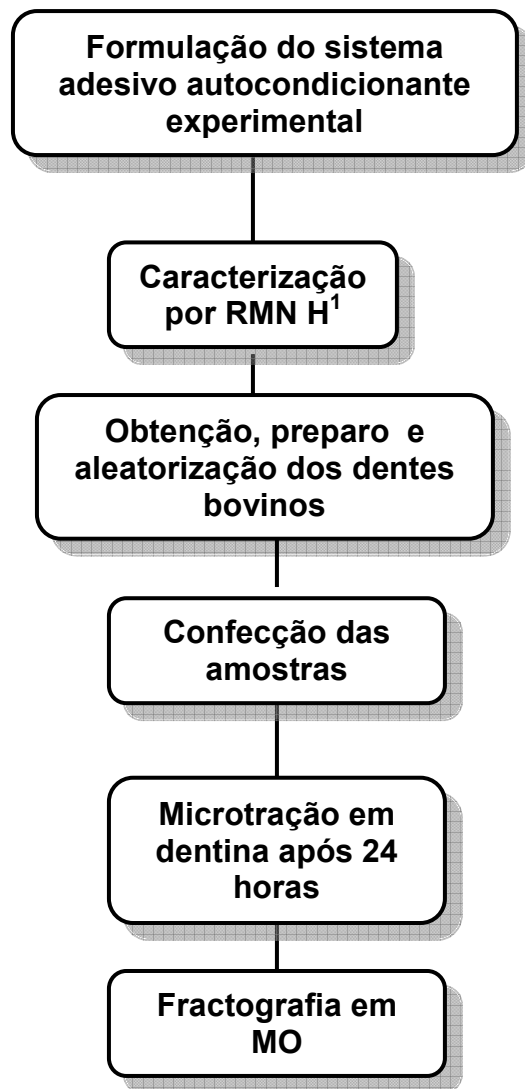
Descrição	Qtde.	Custo Unit.	Total
2-hidroxietil metacrilato	500g	R\$ 350,00	R\$ 350,00
Pentóxido de fósforo	100g	R\$ 265,00	R\$ 265,00
Etanol absoluto	500g	R\$ 125,00	R\$ 125,00
Cera pegajosa	4 cx.	R\$ 25,00	R\$ 100,00
Compósito restaurador comercial	5	R\$ 60,00	R\$ 300,00
Clorofórmio deuterado	100mL	R\$ 200,00	R\$ 200,00
BHT	1g	R\$ 60,00	R\$ 60,00
Nitrogênio líquido	10L	R\$ 2,00	R\$ 20,00
Cromatografia de camada delgada	1cx	R\$ 900,00	R\$ 900,00
Ressonância magnética	2 análises	R\$ 100,00	R\$ 200,00
Infravermelho FTIR	2 análises	R\$ 80,00	R\$ 160,00
Gel de cianoacrilato	8 un.	R\$ 10,00	R\$ 80,00
Disco diamantado de corte	1 un.	R\$ 1600,00	R\$ 1600,00
Sistema adesivo comercial	1 kit	R\$ 110,00	R\$ 110,00
Lixas metalográficas	30 un.	R\$ 1,00	R\$ 30,00
Resina acrílica	1 kit	R\$ 40,00	R\$ 40,00
Cartucho de tinta – impressora	1 un.	R\$ 100,00	R\$ 100,00
Folhas A4	2x100	R\$ 5,00	R\$ 10,00
Impressão da Dissertação	8 un.	R\$ 50,00	R\$ 200,00
Transporte e estadias para apresentação no GBMD 2007	-	-	R\$ 1000,00
Serviço de revisão do Inglês	1 revisão	R\$ 200,00	R\$ 200,00
		Total	R\$ 6.050,00

2.7 CRONOGRAMA

Quadro 2 – Cronograma de execução do projeto									
Período	Revisão da Literatura	Solicitação de Financiamento/ Aquisição de Materiais	Treinamento em Laboratório	Fase Experimental	Organização de Resultados e Estatística	Apresentação em Eventos	Submissão para Publicação	Qualificação	Defesa
Julho-06	x								
Agosto-06	x	x	x						
Setembro-06	x	x	x	x					
Outubro-06	x			x					
Novembro-06	x			x					
Dezembro-06	x			x					
Janeiro-07	x			x	x			x	
Fevereiro-07	x								
Março-07	x	solicitação de financiamento para o projeto para FAPERGS		x	x		submissão do Artigo n. 1 para periódico Qualis A internacional		
Abril-07		x				x			
Mai-07	x	x							
Junho-07	x	x							
Julho-07	x								
Agosto-07	x			x					
Setembro-07	x			x	x	x			
Outubro-07	X			x		x			
Novembro-07	X					x			
Dezembro-07	x					x			x

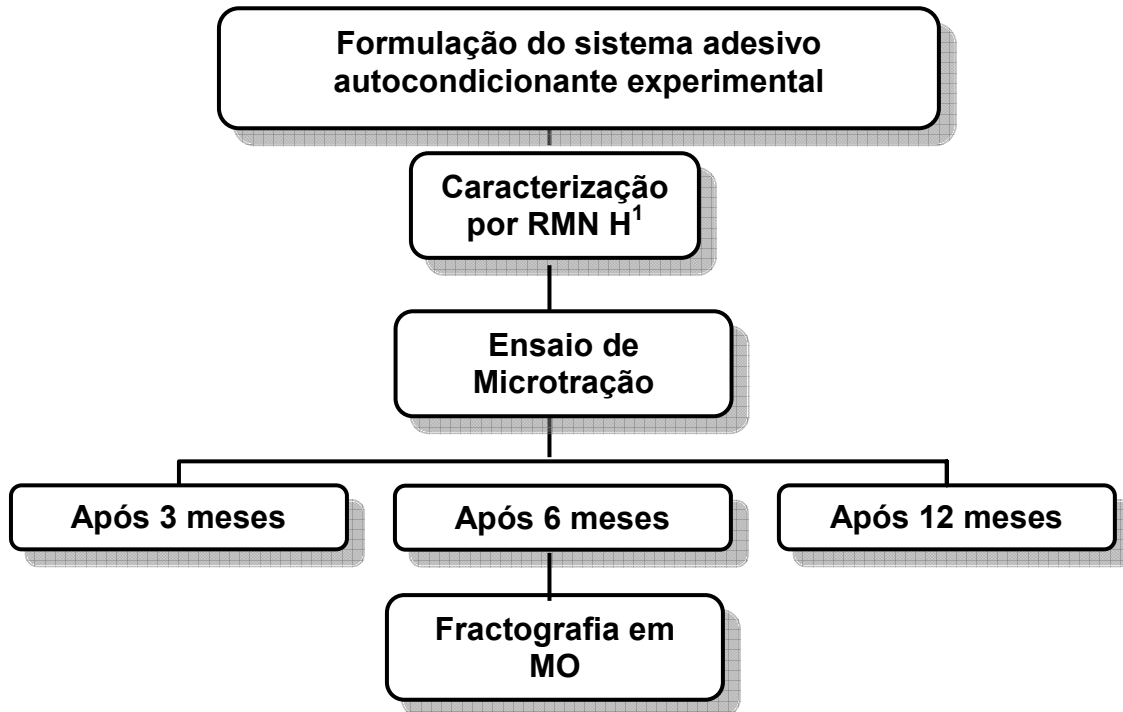
2.8 ORGANOGRAMAS DO PROJETO

Correspondente ao Artigo 1.



Nota: Este artigo foi submetido ao periódico Journal of Adhesive Dentistry.

Correspondente ao Artigo 2.



Nota: Este artigo será submetido ao periódico Journal of Dentistry.

3 Artigo

Título: A Influência da concentração de água em um *primer* autocondicionante experimental na resistência de união à dentina. [§]

English Title: Influence of the water concentration in an experimental self-etching primer on the bond strength to dentin.

Giana da Silveira Lima 1, Fabrício Aulo Ogliari 1, Eduardo Oliveira da Silva 2, Caroline Ely 1, Flávio Fernando Demarco 1, Neftali Lenin V. Carreño 3, Cesar Liberato Petzhold 2, Evandro Piva 1*.

1 Centro de Desenvolvimento e Controle de Biomateriais (CDC-Bio), Faculdade de Odontologia, Universidade Federal de Pelotas, RS, Brasil.

2 Instituto de Química, Departamento de Química Orgânica, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, RS, Brasil.

3 Instituto de Química , Universidade Federal de Pelotas, RS, Brasil.

*** Autor para correspondência: Centro de Desenvolvimento e Controle de Biomateriais (CDC-Bio), Departamento de Dentística Restauradora, Faculdade de Odontologia, Universidade Federal de Pelotas. Rua Gonçalves Chaves, 457, Pelotas, RS, Brasil. CEP: 96015-560. Tel./Fax: +55-53-3222-6690. E-mail: piva@ufpel.edu.br (Evandro Piva)**

[§] Artigo formatado segundo normas do periódico Journal of Adhesive Dentistry (*in press*).

Aceito para publicação em julho de 2007. (Anexos A e B)

Resumo

Objetivo: O objetivo deste estudo foi avaliar a influência de diferentes concentrações de água no solvente de um *primer* autocondicionante de um sistema adesivo experimental.

Materiais e Métodos: Foram formulados cinco *primers* experimentais com 0, 5, 10, 20 e 40% de água (em massa) na composição do solvente. Também foi sintetizada uma resina adesiva experimental (AD-50), para compor um sistema adesivo autocondicionante experimental. O sistema adesivo Clearfil SE Bond (CSEB) foi utilizado como referência comercial. Sessenta incisivos bovinos foram aleatoriamente separados em seis grupos (n=20). O esmalte vestibular foi removido com objetivo de expor a dentina coronária superficial, que foi polida sob irrigação com intuito de padronizar a lama dentinária. Os dentes foram lavados e o excesso de umidade foi removido, deixando uma superfície visivelmente seca. A superfície dentinária foi condicionada com *primer* e seca com jato de ar. Em seguida foi aplicada a resina adesiva e depois foto-ativada, então a restauração de resina composta foi realizada. Após armazenagem por 24 horas os dentes restaurados foram seccionados em cortadeira de precisão. A resistência de união à microtração foi mensurada em MPa e os dados foram submetidos à Análise de Variância segundo um critério e teste complementar de Tukey ($\alpha=5\%$).

Resultados: A análise de variância revelou que a composição do *primer* foi um fator significativo para a resistência de união. Não houve diferença na resistência de união dos *primers* com concentração de água: 40% ($53,9 \pm 12,7$ MPa), 20% ($51,1 \pm 11,5$ MPa), 10% ($47,5 \pm 11,4$ MPa) e a referência comercial CSEB ($52,44 \pm 9,8$ MPa). Os grupos com 5% ($38,6 \pm 12,9$ MPa) e 0% ($31,5 \pm 7,5$ MPa) de água, não apresentaram diferença estatística entre si, mas seus valores de resistência de união foram menores que os demais grupos ($p < 0,05$).

Conclusão: A resistência de união dentinária do sistema adesivo experimental testado sofre influência da concentração de água presente no solvente do *primer* deste sistema adesivo autocondicionante experimental.

Palavras chave: adesivo dentinários; adesivo auto-condicionante, microtração; resistência de união, materiais dentários.

Introdução

Os adesivos contemporâneos apresentam efetividade de união imediata bastante favorável, mas a adesão ao esmalte e à dentina sofre degradação com o decorrer do tempo (1). Estudos *in vivo* e *in vitro* relatam progressiva redução na resistência de união à microtração em avaliações longitudinais (1, 2). Adesivos dentinários das gerações iniciais eram hidrófobos e resultavam em resistência de união extremamente baixa. As indústrias reformularam os adesivos e adicionaram 2-hidroxietil metacrilato (HEMA), então os adesivos tiveram sua capacidade de molhamento aumentada e tornaram-se capazes de tolerar a umidade da dentina (3, 4). Ademais, a inclusão do HEMA na composição dos primers levou a um aumento na resistência de união (5).

Os adesivos autocondicionantes atuais apresentam grandes concentrações de monômero ácido, que os torna capazes de infiltrar através da lama dentinária e desmineralizar a dentina subjacente intacta (3, 6, 7). Os fabricantes se empenham em simplificar os sistemas adesivos, desenvolvendo materiais com menor tempo de aplicação (3, 8) e de fácil utilização (3). O procedimento restaurador com resina composta que utiliza primer autocondicionante é menos complexo que aquele que utiliza agentes de remoção total da lama dentinária e primer dentinário, separados na hibridização (9), desta forma, reduz o “tempo de cadeira” (10). Assim, os primers autocondicionantes eliminam o passo tecnicamente sensível, de secagem da dentina após lavagem para a remoção do gel de ácido fosfórico, resultando em um nível de sensibilidade pós-operatória muito baixo (3, 7, 10, 11), além disso o

sobrecondicionamento é evitado porque os monômeros infiltram e concomitantemente desmineralizam o substrato dental (10-12).

Os monômeros resinosos hidrófilos frequentemente estão dissolvidos em solventes altamente voláteis, que auxiliam no deslocamento da água, facilitam a penetração dos monômeros e assim propiciam um aumento na resistência de união (13). A água é fundamental para a ionização do componente ácido do monômero resinoso e conseqüentemente desmineralização do substrato (10, 13, 14). Entretanto, altas concentrações de água podem apresentar um potencial efeito prejudicial na reação de polimerização. Isto também se aplica às altas concentrações de solventes em geral, que quando não evaporados totalmente, podem provocar a incompleta polimerização da resina (10, 15). A remoção do solvente é de extrema importância para a integridade e durabilidade da união dentina-resina (13).

A influência da concentração de água na agressividade do padrão de condicionamento e efetividade de união dos *primers* autocondicionantes à dentina não foi completamente investigada. Para esclarecer a contribuição de um único componente, é importante recorrer a um modelo semelhante, com composição única, alterando apenas o componente em questão, e não usar um sistema comercial disponível com outras variações em sua composição.

O objetivo deste estudo foi avaliar a influência da concentração de água na composição de *primers* autocondicionantes experimentais, na resistência de união à microtração em dentina e modo de fratura. A hipótese nula a ser testada é que a quantidade de água presente no *primer* autocondicionante não afeta o desempenho do adesivo.

Materiais e Métodos

Reagentes

Os reagentes 2-hidroxietil metacrilato (Aldrich, USA) e cloreto de metileno (Synth, Brasil) foram desidratados com sulfato de sódio anidro (Nuclear, Brasil) por 12 horas e filtrados previamente ao uso. 2,6-di-tert-butil-4-metil fenol (Aldrich), pentóxido de fósforo (Vetec, Brasil) e etanol absoluto (Nuclear) foram utilizados da forma como recebidos.

Síntese do metacriloiloxietil dihidrogênio fosfato e bismetacriloiloxi hidrogênio fosfato

Um balão de 100ml à 0°C foi carregado com 50 ml de cloreto de metileno frio. O pentóxido de fósforo (6 mmol) foi adicionado enquanto a solução era vigorosamente agitada com uma barra magnética. Utilizando um funil de adição foram adicionados 36 mmol de 2-hidroxietil metacrilato lentamente, durante 1 hora. Após a adição, a reação foi conduzida à temperatura ambiente por 5 horas. O produto foi filtrado e 0.006g de 2,6-di-tert-butil-4-metil fenol adicionados de cloreto de metileno foram evaporados em rotavapor. O concentrado foi caracterizado por FTIR (Espectroscopia de Infravermelho por Transformada de Fourier) e por ^1H NMR (Ressonância Magnética Nuclear Protônica).

Desenvolvimento dos *primers* autocondicionantes experimentais

Os primers experimentais, avaliados neste estudo, foram formulados através da intensa mistura dos componentes descritos na Tabela 1.

Preparação dos espécimens

Cinco *primers* autocondicionantes experimentais à base de água, com diferentes concentrações foram usados neste estudo e Clearfil SE Bond (Kuraray America Co.) como adesivo comercial. Suas composições e pH estão descritas na Tabela 1.

Sessenta incisivos bovinos recém-extraídos foram utilizados neste estudo. Os dentes foram aleatoriamente separados em seis grupos, um para cada primer avaliado. O esmalte vestibular foi removido com um recortador de modelos de gesso de forma a expor a dentina coronária superficial. A superfície dentinária exposta foi polida com lixas de carbeto silício de granulação 600, para padronização da lama dentinária. Após a lavagem abundante, a água foi removida com papel absorvente, deixando a superfície visivelmente seca. A superfície dentinária preparada foi condicionada com aplicação vigorosa do primer por 30 segundos e gentilmente seca com jato de ar por 10 segundos, à uma distância padronizada de 10 cm. Uma gota da resina adesiva experimental (AD-50, composta por monômeros metacrilatos, metacrilatos hidrofílicos, foto-iniciadores e estabilizantes) foi aplicada e foto-ativada por 20 s com um LED Radian (SDI, Bayswater, Victoria, Australia). A irradiância utilizada foi mensurada com um medidor de potência digital (Ophir Optronics, Danvers, MA, USA) em cerca de 1400mW/cm², adicionalmente a luz foi frequentemente mensurada pelo radiômetro disponível na base do Radian, assegurando a funcionalidade da luz.

Após a foto-ativação do adesivo, a restauração foi realizada em dois incrementos de resina composta Charisma (C2, Heraeus Kulzer, Dormagen,

Alemanha), os quais foram inseridos sobre a superfície dentinária e foto-ativados por 20 s cada. Os dentes restaurados foram estocados por 24 horas, em uma solução de água destilada e azida sódica (0,4%) a 37°C. Os espécimes foram seccionados perpendicularmente à interface de união utilizando uma cortadeira de precisão (Isomet 1000, Buehler Ltd, Lake Bluff, IL USA) sob refrigeração e com disco diamantado, produzindo corpos de prova área de superfície seccional de aproximadamente 0.5 mm² para teste de resistência de união. Dois corpos de prova (palitos) por dente foram alocados para o ensaio de resistência de união à microtração sendo que cerca de vinte espécimes por grupo foram testados.

Avaliação da resistência de união à microtração e análise de fratura

Os corpos de prova foram afixados em um dispositivo para microtração por suas extremidades, utilizando cola à base de cianoacrilato. O ensaio de microtração foi realizado em uma máquina de ensaios mecânicos Emic DL-500 (Emic, São José dos Pinhais, Brasil) com uma velocidade de 1 mm/min. A resistência de união foi calculada em MPa e analisada por ANOVA segundo uma via e teste complementar de Tukey com nível de significância de 5%.

A porção correspondente à dentina, de cada espécime testado, foi removida do dispositivo e examinada em microscópio de luz com aumentos de 100 e 500 vezes. O padrão de fratura foi classificado em falha adesiva na interface de união, coesiva no adesivo, coesiva em dentina e mista.

Resultados

Síntese dos monômeros

A síntese dos monômeros fosforados, monoéster (MEP) e diéster (Bis-MEP) foi realizada com sucesso (Figure 1 and 2), com um rendimento próximo de 100%. Não foi detectada polimerização durante o tempo de reação e procedimento de purificação.

Avaliação da resistência de união à microtração e análise de fratura

As médias de resistência de união à microtração e desvio padrão estão mostradas na Tabela 2. A análise de variância mostrou que a composição do *primer* é um fator significativo para a resistência de união, influenciada pela concentração de água no solvente destes *primers* autocondicionantes experimentais. Como demonstrado pelo teste Tukey ($p < 0,001$), os grupos P₄₀, P₂₀, P₁₀ e CSEB produziram maior resistência de união à microtração que os grupos P₅ e P₀.

A distribuição do padrão de fratura está disposta na Fig. 3. A análise da superfície fraturada durante o teste de resistência de união demonstrou falhas coesivas no adesivo e falhas mistas para todos os materiais, mas o grupo anidro apresentou apenas uma falha coesiva em adesivo e muitas falhas adesivas. Falhas prematuras não foram encontradas neste estudo.

O teste de correlação de Pearson mostrou uma relação inversamente proporcional entre as médias de resistência de união à microtração e a

porcentagem de falhas adesivas ($r^2=0,97$), sendo estatisticamente significativa ($p=0,001$), de acordo com a figura 4.

Discussão

Os adesivos autocondicionantes experimentais, com sua grande tolerância às diversas condições de umidade do substrato dentário e simplificação dos procedimentos clínicos, têm conquistado posição de destaque no mercado de sistemas adesivos (13, 16). Além disso, os adesivos autocondicionantes são atrativos porque são usados em superfície dentinária seca, minimizando a sensibilidade de técnica (7, 17). Prometem ainda, redução da sensibilidade pós-operatória pelo fato de que problemas de sobrecondicionamento e secagem exagerada são evitados (11, 16), assim a descalcificação e penetração dos monômeros ácidos através da dentina ocorrem ao mesmo nível (10, 11).

Sabe-se que a maioria dos primers autocondicionantes apresenta entre 30 e 40 % de água em massa (18), neste estudo foi utilizada uma concentração máxima de 40 % de água em massa, reduzida gradualmente até a ausência de água. A investigação deste fenômeno é interessante para esclarecer os efeitos das diferentes concentrações de água no solvente do *primer* autocondicionante, uma vez que a água é necessária para ionização dos monômeros ácidos, mas um excesso deste solvente inorgânico pode dificultar sua total evaporação.

Este estudo utiliza um sistema adesivo experimental, permitindo a avaliação da influência da água na composição do *primer*, proporcionando amplo controle e redução de variáveis. Além disso, o total conhecimento da composição do produto experimental testado é uma grande vantagem, o que seria inviável se fossem utilizados adesivos comerciais de diferentes marcas.

Neste estudo, a formulação do *primer* experimental autocondicionante mantém constante a relação resina/solvente do *primer*, alterando diretamente a composição do solvente através da variação na concentração da água vs. etanol. Hiraishi e colaboradores (14) avaliaram os efeitos da concentração de água em *primers* autocondicionantes, investigando a agressividade do padrão de condicionamento e eficácia de união à dentina. Porém utilizaram monômero ácido carboxílico e modificaram a proporção solvente/resina nos grupos.

Sistemas adesivos autocondicionantes apresentam moléculas difuncionais, as quais são capazes de desmineralizar o substrato dental e posteriormente polimerizar. A terminação polimerizável pode ser obtida através da reação de esterificação usando um diol um e um ácido metacrílico ou um cloreto de acila (19). Para obtenção de metacrilatos a base de fosfato, usualmente uma rota sintética usando oxicloreto de fósforo é utilizada (20). Neste estudo uma forma rebuscada de síntese de monômeros fosfatados, utilizando pentóxido de fósforo, é demonstrada. A síntese é realizada em temperatura ambiente, sem catalisadores, com alto grau de rendimento e fácil purificação.

Nos adesivos autocondicionantes a função da água é extremamente importante porque a desmineralização da dentina é induzida pelo íon de hidrogênio hidratado (íon hidrônio H_3O^+), assim na ausência de água este íon não pode ser formado. A água é essencial para que o grupo funcional ácido dos adesivos autocondicionantes seja ionizado (14). O monômero ácido é aplicado à dentina e rapidamente tamponado pela formação de sais de cálcio, resultando

na solubilização dos cristais de apatita, dispersão dos íons e sais de cálcio dos monômeros ácidos ao longo da fase resinosa da camada híbrida (6). A utilização dos monômeros fosfatados aplicados a este estudo, possibilitou resultados de resistência de união semelhantes aos encontrados quando utilizado o adesivo referência comercial. Foi observada ausência de falhas prematuras na avaliação imediata de todos os grupos. Entretanto a concentração mínima ideal necessária de água, de acordo com os cálculos estequiométricos, que apresentaria água suficiente para ionização dos ácidos em condições ideais (correspondente ao grupo P₅), não demonstrou o melhor desempenho de resistência de união. Um excesso de água resultou em melhores resultados de resistência de união.

Controversamente, no grupo anidro (P₀), uma média de resistência de união de 31.5 MPa foi obtida. Isto sugere que a umidade subjacente à dentina pode ionizar os monômeros ácidos *in situ*, promovendo a desmineralização e infiltração. Provavelmente, as médias de resistência de união dos grupos P₁₀, P₂₀ e P₄₀ sejam decorrentes de uma ótima ionização dos monômeros ácidos pela água presente na solução dos *primers*. Desta forma a hipótese nula foi refutada. Assim, fica evidente que água numa concentração acima de 10 % não demonstra um significativo aumento na média de resistência de união, de acordo com a Tabela 2. No entanto, é necessária avaliação do “tempo de prateleira” do material para investigação do desempenho destes *primers* após estocagem, uma vez que a ausência de água pode aumentar a estabilidade.

A análise do padrão de fratura demonstrou que os grupos P₀ and P₅ apresentaram maior número de falhas adesivas, denotando a possibilidade de incompleta ou pouca desmineralização da superfície dentinária. Os outros

grupos (P₁₀, P₂₀ e P₄₀) apresentaram progressivamente mais falhas mistas as quais aumentaram respectivamente de acordo com a concentração de água, seguidas de falhas coesivas no adesivo. Assim o grupo P₄₀ mostrou maioria de falhas mistas, semelhantemente ao sistema adesivo comercial CSEB. Provavelmente a relação inversa entre resistência de união à microtração e porcentagem de falhas adesivas, observada na figura 4, seja consequência do aumento da difusão dos monômeros na estrutura do substrato dental, com o aumento da concentração de água no *primer*. Entretanto, considerando o problema da estabilidade hidrolítica (18), avaliações longitudinais são fundamentais para verificar o comportamento do material ao longo do tempo.

Conclusão

A concentração de água presente no solvente do *primer* exerce influência significativa na resistência de união à microtração em dentina e no modo de fratura do sistema adesivo autocondicionante experimental avaliado.

Agradecimentos

Os autores agradecem à Esstech Inc. pela doação dos reagentes. Adicionalmente, agradecem à FAPERGS (Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado do Rio Grande do Sul, Brasil) – PROAPP # 04/1374.1 pelo apoio e a CAPES pela bolsa de pós-graduação.

Tabela 2. Resultados de resistência de união à microtração (μ TBS). n= 20.

Grupo	μTBS MPa Médias (D. P.)
P₀	31.5 ($\pm$ 7.5) ^c
P₅	38.6 ($\pm$ 12.9) ^{bc}
P₁₀	47.5 ($\pm$ 11,4) ^{ab}
P₂₀	51.1 ($\pm$ 11.5) ^a
P₄₀	53.9 ($\pm$ 12.7) ^a
CSEB	50.7 ($\pm$ 9.8) ^a
Grupos identificados por letras diferentes são significativamente diferentes (p<0.001). D.P. = Desvio Padrão.	

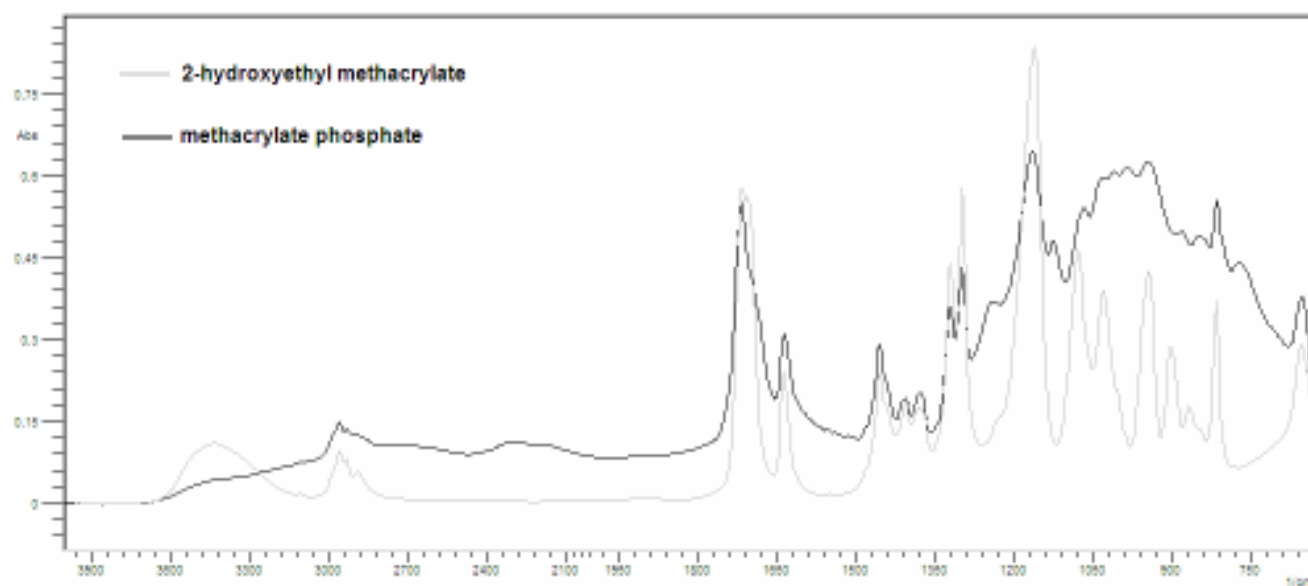


Figura 1. Caracterização por FTIR, espectro do reagente inicial (2-hidroxietil metacrilato - HEMA) e do produto, metacrilatos fosforados (MEP e Bis-MEP).

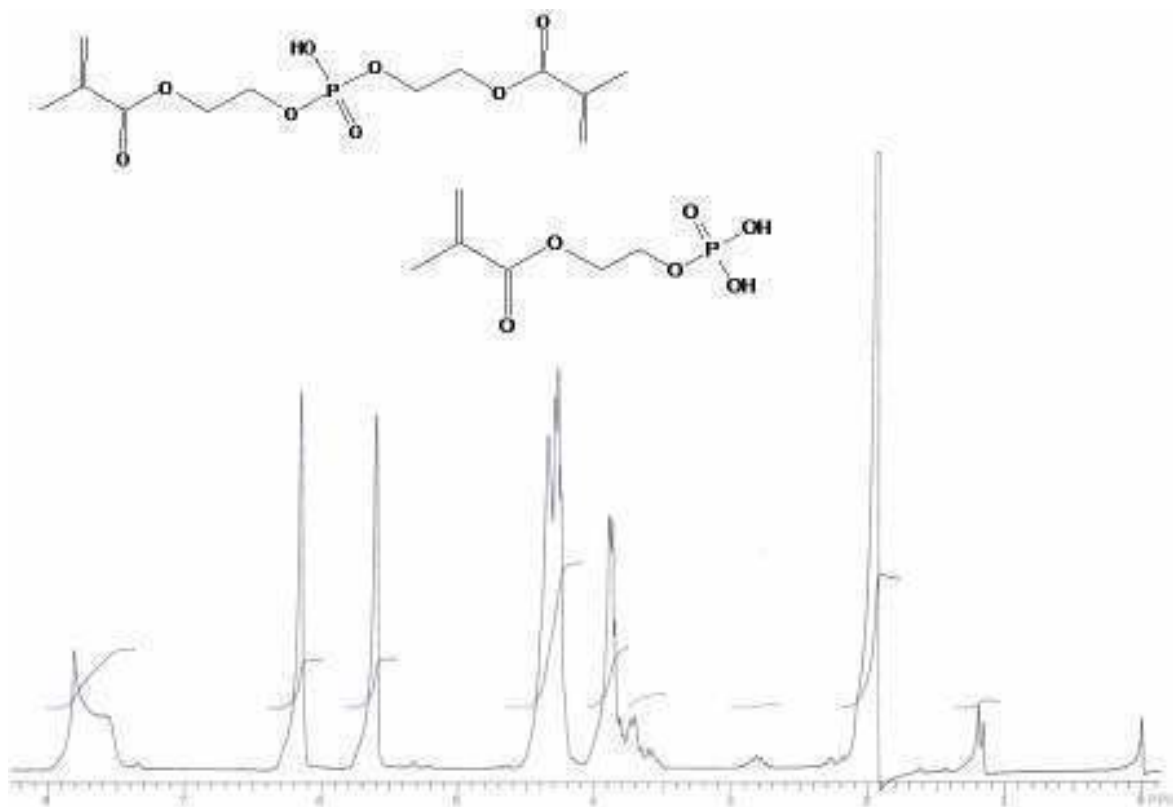


Figura 2. Espectro de RMN H^1 da mistura equimolar de metacrilóiloxietil dihidrogênio fosfato e bis(metacrilóiloxietil) hidrogênio fosfato purificados (200MHz, CDCl_3).

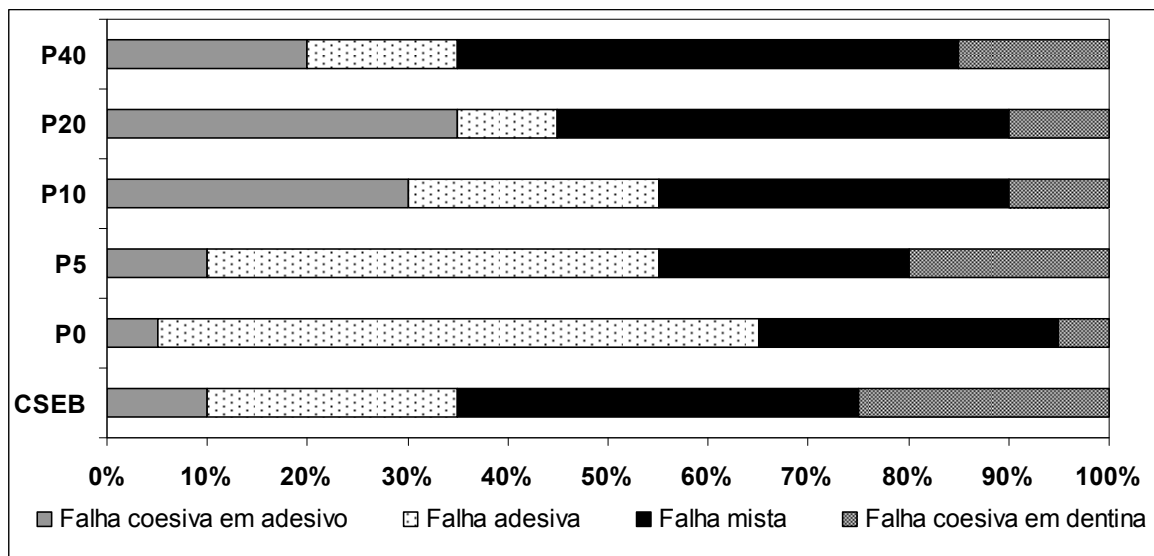


Figura 3. Distribuição do Padrão de fratura dos diferentes materiais testados.

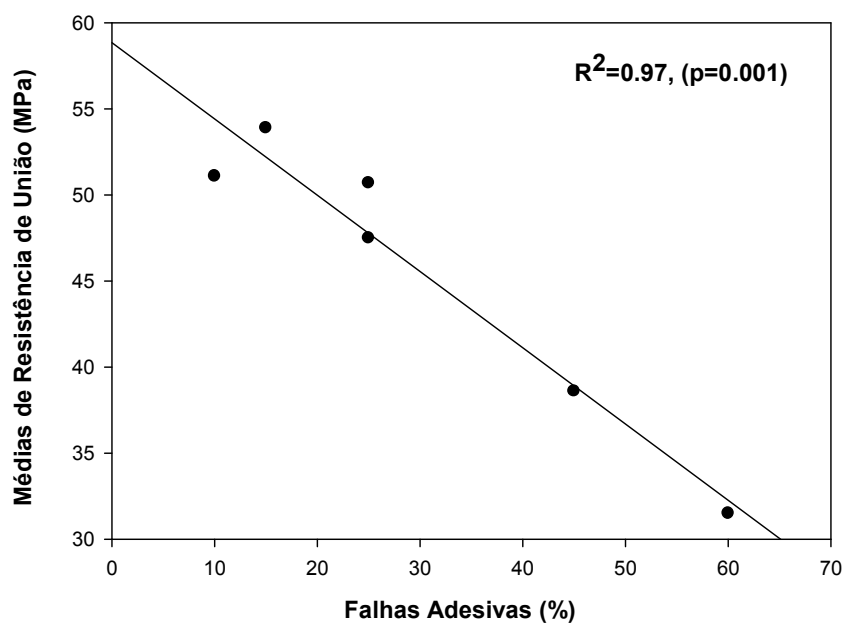


Figura 4. Relação entre as médias de resistência de união à microtração e a porcentagem de falhas adesivas.

Referências

1. De Munck J, Van Landuyt K, Peumans M, Poitevin A, Lambrechts P, Braem M, et al. A critical review of the durability of adhesion to tooth tissue: methods and results. *J Dent Res* 2005;84:118-132.
2. Donmez N, Belli S, Pashley DH, Tay FR. Ultrastructural correlates of in vivo/in vitro bond degradation in self-etch adhesives. *J Dent Res* 2005;84:355-359.
3. Tay FR, Pashley DH. Have dentin adhesives become too hydrophilic? *J Can Dent Assoc* 2003;69:726-731.
4. Ogliari FA, de Sordi MLT, Ceschi MA, Petzhold CL, Demarco FF, Piva E. 2,3-Epithiopropyl methacrylate as functionalized monomer in a dental adhesive. *Journal of Dentistry* 2006;34:472-477.
5. Pashley EL, Zhang Y, Lockwood PE, Rueggeberg FA, Pashley DH. Effects of HEMA on water evaporation from water-HEMA mixtures. *Dent Mater* 1998;14:6-10.
6. Salz U, Mucke A, Zimmermann J, Tay FR, Pashley DH. pKa value and buffering capacity of acidic monomers commonly used in self-etching primers. *J Adhes Dent* 2006;8:143-150.
7. Tay FR, Pashley DH. Aggressiveness of contemporary self-etching systems. I: Depth of penetration beyond dentin smear layers. *Dent Mater* 2001;17:296-308.
8. Nishiyama N, Suzuki K, Yoshida H, Teshima H, Nemoto K. Hydrolytic stability of methacrylamide in acidic aqueous solution. *Biomaterials* 2004;25:965-969.
9. Hayakawa T, Kikutake K, Nemoto K. Influence of self-etching primer treatment on the adhesion of resin composite to polished dentin and enamel. *Dent Mater* 1998;14:99-105.
10. Van Meerbeek B, Van Landuyt K, De Munck J, Hashimoto M, Peumans M, Lambrechts P, et al. Technique-sensitivity of contemporary adhesives. *Dent Mater J* 2005;24:1-13.
11. Moszner N, Salz U, Zimmermann J. Chemical aspects of self-etching enamel-dentin adhesives: a systematic review. *Dent Mater* 2005;21:895-910.
12. Wang Y, Spencer P. Hybridization efficiency of the adhesive/dentin interface with wet bonding. *J Dent Res* 2003;82:141-145.

13. Yiu CK, Pashley EL, Hiraishi N, King NM, Goracci C, Ferrari M, et al. Solvent and water retention in dental adhesive blends after evaporation. *Biomaterials* 2005;26:6863-6872.
14. Hiraishi N, Nishiyama N, Ikemura K, Yau JY, King NM, Tagami J, et al. Water concentration in self-etching primers affects their aggressiveness and bonding efficacy to dentin. *J Dent Res* 2005;84:653-658.
15. Ikeda T, De Munck J, Shirai K, Hikita K, Inoue S, Sano H, et al. Effect of evaporation of primer components on ultimate tensile strengths of primer-adhesive mixture. *Dent Mater* 2005;21:1051-1058.
16. Ernst CP, Holzmeier M, Willershausen B. In vitro shear bond strength of self-etching adhesives in comparison to 4th and 5th generation adhesives. *J Adhes Dent* 2004;6:293-299.
17. Tanumiharja M, Burrow MF, Tyas MJ. Microtensile bond strengths of seven dentin adhesive systems. *Dent Mater* 2000;16:180-187.
18. Salz U, Zimmermann J, Zeuner F, Moszner N. Hydrolytic stability of self-etching adhesive systems. *J Adhes Dent* 2005;7:107-116.
19. Liu Y, Lotero E, Goodwin Jr JG. Effect of water on sulfuric acid catalyzed esterification. *Journal of Molecular Catalysis A: Chemical* 2006;245:132-140.
20. Okada K, Ohtsuki J, Takahashi K, Minami Y, Terakawa E, Harada M. Organophosphorus compounds for dental polymerizable compositions. In: Patent US (ed). US: Kuraray Co, Ltd, 2002.

4 CONCLUSÕES

De acordo com as limitações deste estudo, podemos concluir que:

A concentração de água presente no solvente do *primer* exerce influência significativa na resistência de união à microtração em dentina do sistema adesivo autocondicionante experimental avaliado.

A ausência de água ou acréscimo de cinco por cento de água no solvente do *primer*, acarretaram na predominância de falhas adesivas, enquanto as concentrações acima de dez por cento apresentaram falhas predominantemente mistas.

5 REFERÊNCIAS

BERGENHOLTZ, G. Evidence for bacterial causation of adverse pulpal responses in resin-based dental restorations **Crit Rev Oral Biol Med**, v.11, n.4, p.467-480, 2000.

CHERSONI, S.; SUPPA, P.; BRESCHI, L.; FERRARI, M.; TAY, F. R.; PASHLEY, D. H.; PRATI, C. Water movement in the hybrid layer after different dentin treatments **Dent Mater**, v.20, n.9, p.796-803, 2004.

DE MUNCK, J.; VAN LANDUYT, K.; PEUMANS, M.; POITEVIN, A.; LAMBRECHTS, P.; BRAEM, M.; VAN MEERBEEK, B. A critical review of the durability of adhesion to tooth tissue: methods and results **J Dent Res**, v.84, n.2, p.118-132, 2005.

DELIPERI, S.; BARDWELL, D. N.; PAPATHANASIOU, A. Effect of different polymerization methods on composite microleakage **Am J Dent**, v.16 Spec No, p.73A-76A, 2003.

DONMEZ, N.; BELLI, S.; PASHLEY, D. H.; TAY, F. R. Ultrastructural correlates of in vivo/in vitro bond degradation in self-etch adhesives **J Dent Res**, v.84, n.4, p.355-359, 2005.

ERNST, C. P.; HOLZMEIER, M.; WILLERSHAUSEN, B. In vitro shear bond strength of self-etching adhesives in comparison to 4th and 5th generation adhesives **J Adhes Dent**, v.6, n.4, p.293-299, 2004.

GOPFERICH, A. Mechanisms of polymer degradation and erosion **Biomaterials**, v.17, n.2, p.103-114, 1996.

HAYAKAWA, T.; KIKUTAKE, K.; NEMOTO, K. Influence of self-etching primer treatment on the adhesion of resin composite to polished dentin and enamel **Dent Mater**, v.14, n.2, p.99-105, 1998.

HIRAISHI, N.; NISHIYAMA, N.; IKEMURA, K.; YAU, J. Y.; KING, N. M.; TAGAMI, J.; PASHLEY, D. H.; TAY, F. R. Water concentration in self-etching primers

affects their aggressiveness and bonding efficacy to dentin **J Dent Res**, v.84, n.7, p.653-658, 2005.

IKEDA, T.; DE MUNCK, J.; SHIRAI, K.; HIKITA, K.; INOUE, S.; SANO, H.; LAMBRECHTS, P.; VAN MEERBEEK, B. Effect of evaporation of primer components on ultimate tensile strengths of primer-adhesive mixture **Dent Mater**, v.21, n.11, p.1051-1058, 2005.

JACQUES, P.; HEBLING, J. Effect of dentin conditioners on the microtensile bond strength of a conventional and a self-etching primer adhesive system **Dent Mater**, v.21, n.2, p.103-109, 2005.

KANEMURA, N.; SANO, H.; TAGAMI, J. Tensile bond strength to and SEM evaluation of ground and intact enamel surfaces **J Dent**, v.27, n.7, p.523-530, 1999.

LIU Y, LOTERO E, GOODWIN JR JG. Effect of water on sulfuric acid catalyzed esterification. **J of Mol Cat A: Chem** n. 245:132-140, 2006.

LOGUERCIO, A. D.; COSTENARO, A.; SILVEIRA, A. P.; RIBEIRO, N. R.; ROSSI, T. R.; REIS, A. A six-month clinical study of a self-etching and an etch-and-rinse adhesive applied as recommended and after doubling the number of adhesive coats **J Adhes Dent**, v.8, n.4, p.255-261, 2006.

MOSZNER, N.; SALZ, U.; ZIMMERMANN, J. Chemical aspects of self-etching enamel-dentin adhesives: a systematic review **Dent Mater**, v.21, n.10, p.895-910, 2005.

NIKAIDO, T.; KUNZELMANN, K. H.; CHEN, H.; OGATA, M.; HARADA, N.; YAMAGUCHI, S.; COX, C. F.; HICKEL, R.; TAGAMI, J. Evaluation of thermal cycling and mechanical loading on bond strength of a self-etching primer system to dentin **Dent Mater**, v.18, n.3, p.269-275, 2002.

NISHIYAMA, N.; SUZUKI, K.; YOSHIDA, H.; TESHIMA, H.; NEMOTO, K. Hydrolytic stability of methacrylamide in acidic aqueous solution **Biomaterials**, v.25, n.6, p.965-969, 2004.

OGLIARI, F. A.; DE SORDI, M. L.; CESCHI, M. A.; PETZHOLD, C. L.; DEMARCO, F. F.; PIVA, E. 2,3-Epithiopropyl methacrylate as functionalized monomer in a dental adhesive **J Dent**, v.34, n.7, p.472-477, 2006.

OGLIARI F, ELY C, LIMA G, CONDE M, PETZHOLD C, DEMARCO F, PIVA E. Onium salt reduce the inhibitory polymerization effect an organic solvent in an experimental dental adhesive resin. **J of Biom Mater Res. Part B: Appl Biomat**, *in press*.

OKADA K, OHTSUKI J, TAKAHASHI K, MINAMI Y, TERAOKAWA E, HARADA M. Organophosphorus compounds for dental polymerizable compositions. In: **Patent US (ed). US: Kuraray Co, Ltd, 2002.**

PASHLEY, D. H.; CIUCCHI, B.; SANO, H.; HORNER, J. A. Permeability of dentin to adhesive agents **Quintessence Int**, v.24, n.9, p.618-631, 1993.

PASHLEY, E. L.; ZHANG, Y.; LOCKWOOD, P. E.; RUEGGEBERG, F. A.; PASHLEY, D. H. Effects of HEMA on water evaporation from water-HEMA mixtures **Dent Mater**, v.14, n.1, p.6-10, 1998.

REIS, A.; GRANDI, V.; CARLOTTO, L.; BORTOLI, G.; PATZLAFF, R.; RODRIGUES ACCORINTE MDE, L.; DOURADO LOGUERCIO, A. Effect of smear layer thickness and acidity of self-etching solutions on early and long-term bond strength to dentin **J Dent**, v.33, n.7, p.549-559, 2005.

SALZ, U.; MUCKE, A.; ZIMMERMANN, J.; TAY, F. R.; PASHLEY, D. H. pKa value and buffering capacity of acidic monomers commonly used in self-etching primers **J Adhes Dent**, v.8, n.3, p.143-150, 2006.

SALZ, U.; ZIMMERMANN, J.; ZEUNER, F.; MOSZNER, N. Hydrolytic stability of self-etching adhesive systems **J Adhes Dent**, v.7, n.2, p.107-116, 2005.

SANO, H.; SHONO, T.; TAKATSU, T.; HOSODA, H. Microporous dentin zone beneath resin-impregnated layer **Oper Dent**, v.19, n.2, p.59-64, 1994.

TANUMIHARJA, M.; BURROW, M. F.; TYAS, M. J. Microtensile bond strengths of seven dentin adhesive systems **Dent Mater**, v.16, n.3, p.180-187, 2000.

TAY, F. R.; PASHLEY, D. H. Aggressiveness of contemporary self-etching systems. I: Depth of penetration beyond dentin smear layers **Dent Mater**, v.17, n.4, p.296-308, 2001.

TAY, F. R.; PASHLEY, D. H. Have dentin adhesives become too hydrophilic? **J Can Dent Assoc**, v.69, n.11, p.726-731, 2003.

VAN LANDUYT, K. L.; KANUMILLI, P.; DE MUNCK, J.; PEUMANS, M.; LAMBRECHTS, P.; VAN MEERBEEK, B. Bond strength of a mild self-etch adhesive with and without prior acid-etching **J Dent**, v.34, n.1, p.77-85, 2006.

VAN MEERBEEK, B.; DE MUNCK, J.; YOSHIDA, Y.; INOUE, S.; VARGAS, M.; VIJAY, P.; VAN LANDUYT, K.; LAMBRECHTS, P.; VANHERLE, G. Buonocore memorial lecture. Adhesion to enamel and dentin: current status and future challenges **Oper Dent**, v.28, n.3, p.215-235, 2003.

VAN MEERBEEK, B.; VAN LANDUYT, K.; DE MUNCK, J.; HASHIMOTO, M.; PEUMANS, M.; LAMBRECHTS, P.; YOSHIDA, Y.; INOUE, S.; SUZUKI, K. Technique-sensitivity of contemporary adhesives **Dent Mater J**, v.24, n.1, p.1-13, 2005.

WANG, Y.; SPENCER, P. Hybridization efficiency of the adhesive/dentin interface with wet bonding **J Dent Res**, v.82, n.2, p.141-145, 2003.

YIU, C. K.; PASHLEY, E. L.; HIRAISHI, N.; KING, N. M.; GORACCI, C.; FERRARI, M.; CARVALHO, R. M.; PASHLEY, D. H.; TAY, F. R. Solvent and water retention in dental adhesive blends after evaporation **Biomaterials**, v.26, n.34, p.6863-6872, 2005.

APÊNDICES

Apêndice B - Relatório da Análise Estatística

One Way Analysis of Variance

Data source: Data 1 in Notebook 1

Normality Test: Passed (P = 0.220)

Equal Variance Test: Passed (P = 0.280)

Group Name	N	Missing	Mean	Std Dev	SEM
CSEB	20	0	52.440	13.270	2.197
P0	20	0	31.512	7.557	1.690
P5	18	0	38.659	12.914	3.044
P10	20	0	47.514	11.493	2.570
P20	20	0	51.141	11.556	2.584
P40	21	0	53.968	12.739	2.780

Source of Variation	DF	SS	MS	F	P
Between Groups	5	7510.716	1502.143	12.084	<0.001
Residual	113	14046.978	124.310		
Total	118	21557.695			

The differences in the mean values among the treatment groups are greater than would be expected by chance; there is a statistically significant difference (P = <0.001).

Power of performed test with alpha = 0.050: 1.000

All Pairwise Multiple Comparison Procedures (Tukey Test):

Comparisons for factor:

Comparison	Diff of Means	p	q	P	P<0.050
P40 vs. P0	22.455	6	9.116	<0.001	Yes
P40 vs. P5	15.309	6	6.045	<0.001	Yes
P40 vs. P10	6.454	6	2.620	0.437	No
P40 vs. CSEB	3.268	6	1.327	0.936	Do Not Test
P40 vs. P20	2.827	6	1.148	0.965	Do Not Test
P20 vs. P0	19.629	6	7.873	<0.001	Yes
P20 vs. P5	12.482	6	4.873	0.010	Yes
P20 vs. P10	3.628	6	1.455	0.907	Do Not Test
P20 vs. CSEB	0.441	6	0.177	1.000	Do Not Test
CSEB vs. P0	19.187	6	7.696	<0.001	Yes
CSEB vs. P5	12.041	6	4.701	0.015	Yes
CSEB vs. P10	3.186	6	1.278	0.945	Do Not Test
P10 vs. P0	16.001	6	6.418	<0.001	Yes
P10 vs. P5	8.855	6	3.457	0.150	No
P5 vs. P0	7.146	6	2.790	0.364	No

A result of "Do Not Test" occurs for a comparison when no significant difference is found between two means that enclose that comparison. For example, if you had four means sorted in order, and found no difference between means 4 vs. 2, then you would not test 4 vs. 3 and 3 vs. 2, but still test 4 vs. 1 and 3 vs. 1 (4 vs. 3 and 3 vs. 2 are enclosed by 4 vs. 2: 4 3 2 1). Note that not testing the enclosed means is a procedural rule, and a result of Do Not Test should be treated as if there is no significant difference between the means, even though one may appear to exist.

Linear Regression

Data source: Data 1 in Notebook 1

failures = 25,294 - (0,424 * MTBS)

N = 6,000

R = 0,969 Rsqr = 0,938 Adj Rsqr = 0,923

Standard Error of Estimate = 1,054

	Coefficient	Std. Error	t	P
Constant	25,294	2,510	10,077	<0,001
MTBS	-0,424	0,0543	-7,802	0,001

Analysis of Variance:

	DF	SS	MS	F	P
Regression	1	67,561	67,561	60,872	0,001
Residual	4	4,439	1,110		
Total	5	72,000	14,400		

Normality Test: Passed (P = 0,194)

Constant Variance Test: Passed (P = 0,060)

Power of performed test with alpha = 0,050: 0,948

Apêndice C - Atividades da mestrandia dentro do Programa de Pós-graduação em Odontologia durante o período de maio de 2006 a novembro de 2007.

Artigo Publicado

1. Diametral tensile strength of two brazilian resin-modified glass ionomers cements: Influence of the powder/liquid ratio. **Brazilian Journal of Oral Sciences**, 2007. Lund, RG; Ogliari, FA; Lima, GS; Del-Pino, FAB; Petzhold, C. L. ; Piva, E .

Artigos Aceitos para publicação

1. Influence of the water concentration in an experimental self-etching primer on the bond strength to dentin. **Journal of Adhesive Dentistry**. *In press*. Lima, GS; Ogliari, FA; Silva, EO; Ely, C; Demarco, FF; Carreño, NLV, Petzhold, CL; Piva,E.

2. Onium salt reduces the inhibitory polymerization effect from an organic solvent in an experimental dental adhesive resin. **Journal of Biomedical Materials Research. Part B, Applied Biomaterials**. *In press*. Ogliari, FA ; Ely , C. ; Lima, GS.; Conde, M. C. M. ; Petzhold, C. L. ; Demarco, FF.; Piva, E.

3. Synthesis of phosphate monomers and bonding to dentin: esterification methods and use of phosphorus pentoxide. **Journal of Dentistry**. *In press*. Ogliari, FA ; Silva, EO; Lima, GS.; Madruga, FC; Henn, S; Pinto, MB; Ceschi, MA; Petzhold, C. L. ; Piva, E.

Artigos Submetidos

1. Oral biopsies in pediatric patients - a epidemiologic survey of 20 years. Giana da Silveira Lima; Silvia Terra Fontes; Adriana Etges; Lenita Maria Aver de Araújo; Ana Paula Neutzling Gomes.

Submetido ao: **Journal of Clinical Pathology**

Artigos em Fase Final de Redação

1. Avaliação da relação entre os biótipos físico, facial e incisivos centrais superiores. Evaluation of the relationship among the physical type, facial type and superior incisive central. Giana da Silveira Lima, Ariele Oliveira , Emília Prochnow, Fernanda Leal, Heloísa Machado, Sonia Meireles, Evandro Piva.

A ser submetido: **Brazilian Journal of Oral Science**.

2. Onium salt increase immediate microtensile bond strength in an experimental self-etching adhesive system. Fabrício Aulo Ogliari, Giana da Silveira Lima, Fernanda B. Leal, César Petzhold, Evandro Piva.

A ser submetido: **Journal of Biomedical Materials Research. Part B, Applied Biomaterials.**

4. Long-term influence of the water concentration in an experimental self-etching primer on the bond strength to dentin. Giana da Silveira Lima, Fabrício Aulo Ogliari, Eduardo Oliveira da Silva, Caroline Ely, Flávio Fernando Demarco, Neftali Lenin V. Carreño, Cesar Liberato Petzhold, Evandro Piva.

A ser submetido: **Journal of Dentistry.**

5. Avaliação da ação do diclofenaco em gel de ácido hialurônico no tratamento da queilite actínica. Giana da Silveira Lima; Gabriela Ferrari da Silva; Adriana Etges; Lenita Maria Aver de Araújo; Ana Paula Neutzling Gomes.

A ser submetido: **Brazilian Oral Research.**

6. Evaluation of the quimical composition and tensile diametral strength of glass ionomer cements. Giana Silveira Lima, Fabrício Ogliari, Rafael Guerra Lund, Flávio Fernando Demarco, Francisco Augusto Burkert Del-Pino, Evandro Piva.

A ser submetido: **Brazilian Journal of Oral Science.**

7. Avaliação da rugosidade superficial, tamanho de partícula e dureza de diferentes cimentos de ionômero de vidro. Tiago Aurélio Donassolo, Giana da Silveira Lima, Sandrina Henn, Evandro Piva, Flávio Fernando Demarco.

A ser submetido: **Odontociência.**

Projetos

1. Estudo com nanopartículas: influência na resistência coesiva, radiopacidade, potencial bactericida e bacteriostático.

2 artigos: fase laboratorial

2. Avaliação da influência de diferentes componentes como solventes na composição de sistemas adesivos experimentais

1 artigo: fase laboratorial

3. Desenvolvimento de sistemas de fotoiniciação hidrossolúveis para polimerização radicalar de adesivos dentinários

1 artigo: em redação

4. Avaliação da polimerização em tempo real de uma resina adesiva ácida experimental.

1 artigo: fase laboratorial e em redação

5. Avaliação da polimerização em tempo real de monômeros metacrilatos individualizados: Homopolimerização

1 artigo: fase laboratorial e em redação

6. Avaliação de sistemas de ativação química contendo ác. sulfínico, ac. barbitúrico e cobre II

2 artigos: fase laboratorial

7. Avaliação do desempenho de diferentes agentes utilizados como silanos na resistência coesiva de materiais

1 artigo: fase laboratorial

8. Influência da água na composição de primers autocondicionantes na resistência de união ao esmalte.

1 artigo: fase laboratorial

9. Avaliação do desempenho de diferentes monômeros ácidos na composição de primers autocondicionantes experimentais

1 artigo: fase laboratorial

10. Projeto MTA base

Desenvolvimento de material restaurador bioativo nanoestruturado à base de trióxido mineral para técnica restauradora atraumática em saúde pública. Aprovado pela Finep no Subvenção Econômica à inovação- 01/2006, sob prot. elet. 783 e ref. : 4507/06. Participação na elaboração do projeto e execução que ocorrerá no decorrer dos próximos 3 anos.

Atividades

1. Atividades semanais do grupo de pesquisa e orientações de alunos de iniciação científica do CDC-Bio.

2. Atividades de organização, uniformização, biossegurança e sistematização de metodologias e atividades no Centro de Desenvolvimento e Controle de Biomateriais (CDC-Bio)

ANEXOS

Anexo A – Aceite do Artigo**Journal of Adhesive Dentistry****Manuscript: 504**

Influence of the water concentration in an experimental self-etching primer on the bond strength to dentin

Date submitted: 2007-07-10

Decision date: 2007-07-13

Decision: Accept

Decision letter:

Dear Dr. Ogliari

DECISION: Accept

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

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

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

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

Sincerely yours

Jean-Francois Roulet
Editor-in-Chief

Decision and reviewer reports

Anexo B - Normas Journal of Adhesive Dentistry

The Journal of Adhesive Dentistry

GUIDELINES FOR AUTHORS

The *Journal of Adhesive Dentistry* is a bi-monthly journal that publishes scientifically sound articles of interest to practitioners and researchers in the field of adhesion to hard and soft dental tissues. The journal publishes several types of peer-reviewed original articles.

1. **Clinical and basic science research reports**—based on original research in adhesive dentistry and related topics.

2. **Review articles** on topics related to adhesive dentistry.

3. **Short communications**—of original research in adhesive dentistry and related topics. Max. 2 printed pages, including figures and references. High priority will be given to the review of these papers to speed publication.

4a. **Invited focus articles**—presenting a position or hypothesis on a basic science or clinical subject of relevant related topics. These articles are not intended for the presentation of original results, and the authors of the articles are selected by the Editorial Board.

4b. **Invited commentaries**—critiquing a focus article by addressing the strong and weak points of the focus article. These are selected by the Editorial Board in consultation with the focus article author, and the focus article and the commentaries on it are published in sequence in the same issue of the Journal.

5. **Invited guest editorials**—may periodically be solicited by the Editorial Board.

6. **Proceedings of symposia, workshops, or conferences**—covering topics of relevance to adhesive dentistry and related topics.

7. **Letters to the Editor**—may be submitted to the editor-in-chief; these should normally be no more than 500 words in length.

SUBMISSION INSTRUCTIONS

Submission of manuscripts in order of preference:

1. Submission via online submission service (www.manuscriptmanager.com/add). Manuscript texts should be uploaded as PC-word files with tables and figures preferably embedded within the PC-word document. A broad range of file formats are acceptable. No paper version required but high resolution photographs or illustrations should be sent to the editorial office (see below). Online submissions are automatically uploaded into the editorial office's reviewer assignment schedule and are therefore processed immediately upon upload.
2. Submission via e-mail as a PC-word document (john@quintessenz.com). Illustrations can be attached in any format that can be opened using Adobe Photoshop, (TIF, GIF, JPG, PSD, EPS etc.) or as Microsoft PowerPoint Document (ppt). No paper version required but high resolution photographs or illustrations should be sent to the editorial office.
3. One paper copy of the manuscript plus a floppy diskette or CD-ROM (mandatory) containing a PC-word file of the manuscript text, tables and legends. Figures should be included on the disk if possible in any format that can be opened using Adobe Photoshop, (TIF, GIF, JPG, PSD, EPS etc.) or as a Microsoft PowerPoint Document (ppt).

Mailing address:

Quintessenz Verlag-GmbH,
Juliane Richter

The Journal of Adhesive Dentistry,
Heinrich 3-4, D-12107 Berlin, Germany

Illustrations that cannot be sent electronically will be scanned at the editorial office so that they can be sent to reviewers via e-mail along with the manuscript to expedite the evaluation process. Resubmitted manuscripts should also be submitted in the above manner. Please note that supplying electronic versions of your tables and illustrations

upon resubmission will assure a faster publication time if the manuscript is accepted.

Review/editing of manuscripts. Manuscripts will be reviewed by the editor-in-chief, and at least two reviewers with expertise within the scope of the article. The publisher reserves the right to edit accepted manuscripts to fit the space available and to ensure conciseness, clarity, and stylistic consistency, subject to the author's final approval.

Adherence to guidelines. Manuscripts that are not prepared in accordance with these guidelines will be returned to the author before review.

MANUSCRIPT PREPARATION

• The Journal will follow as much as possible the recommendations of the International Committee of Medical Journal Editors (Vancouver Group) in regard to preparation of manuscripts and authorship (Uniform requirements for manuscripts submitted to biomedical journals. *Ann Intern Med* 1987;106:36-47).

• **Title page.** The first page should include the title of the article (descriptive but as concise as possible) and the name, degree, title, professional affiliation, and full address of all authors. Phone, fax, and e-mail address must also be provided for the corresponding author, who will be assumed to be the first-listed author unless otherwise noted. If the paper was presented before an organized group, the name of the organization, location, and date should be included.

• **3-8 keywords.**

• **Structured abstract.** Include a maximum 250-word structured abstract (with headings: Purpose, Materials and Methods, Results, Conclusion).

• **Introduction.** Summarize the rationale and purpose of the study, giving only pertinent references. Clearly state the working hypothesis.

• **Materials and Methods.** Present materials and methods in sufficient detail to allow confirmation of the observations. Published methods should be referenced and discussed only briefly, unless modifications have been made. Indicate the statistical methods used, if applicable.

• **Results.** Present results in a logical sequence in the text, tables, and illustrations. Do not repeat in the text all the data in the tables or illustrations; emphasize only important observations.

• **Discussion.** Emphasize the new and important aspects of the study and the conclusions that follow from them. Do not repeat in detail data or other material given in the Introduction or Results section. Relate observations to other relevant studies and point out the implications of the findings and their limitations.

• **Acknowledgments.** Acknowledge persons who have made substantive contributions to the study. Specify grant or other financial support, citing the name of the supporting organization and grant number.

• **Abbreviations.** The full term for which an abbreviation stands should precede its first use in the text unless it is a standard unit of measurement.

• **Trade names.** Generic terms are to be used whenever possible, but trade names and manufacturer should be included parenthetically at first mention.

• **Clinical Relevance.** Please include a very brief (2 sentences or 3 lines) clinical relevance statement.

REFERENCES

• **All references must be cited** in the text, numbered according to the alphabetical reference list.

• **The reference list should appear** at the end of the article, numbered in alphabetical sequence.

• **Do not include unpublished data** or personal communications in the reference list. Cite such references parenthetically in the text and include a date.

• **Avoid using abstracts** as references.

• **Provide complete information** for each reference, including names of all authors (up to six). If the reference is to part of a book, also include title of the chapter and names of the book's editor(s).

Journal reference style:

1. Turp JC, Kawachi CJ, Stohler CS. Treatment-seeking patterns of facial pain patients: Many possibilities, limited satisfaction. *J Orofacial Pain* 1998;12:63-66.

Book reference style:

1. Hannam AG, Langfemach GZ, Piek CC. Computer simulations of jaw biomechanics. In: McNeill G (ed). *Science and Practice of Occlusion*. Chicago: Quintessence, 1997;187-194.

ILLUSTRATIONS

• All illustrations must be numbered and cited in the text in order of appearance.

Figure caption

• The figure number and first author's last name should be indicated on the back of each photograph or on the mount of each slide. Also indicate the top edge lightly in pencil.

• Do not mark author's name on duplicated.

• Do not bend, fold, or use paper clips. Do not mount slides in glass.

• For protection against damage or loss, authors should retain duplicate slides and illustrations.

• All illustrations are returned after publication.

• Original artwork must be provided with original submission.

Black & white.—Submit three sets of high-quality glossy prints. Should the quality prove inadequate, negatives will be requested as well. Photographs should be unmounted and untrimmed.

Radiographs.—Submit the original radiograph as well as two sets of prints.

Color.—Original slides (35 mm transparencies) must be submitted, plus two sets of prints made from them. When instruments and appliances are photographed, a neutral background in test; structured fabrics are unsuitable.

Line drawings.—Figures, charts, and graphs should be professionally drawn and lettered large enough to be read after reduction. Good-quality computer-generated laser prints are acceptable (no photocopies); also provide electronic file if possible. Lines within graphs should be of a single weight unless special emphasis is needed.

Legends.—Figure legends should be grouped on a separate sheet and typed double-spaced.

TABLES

• Each table should be logically organized, on a separate sheet, and numbered consecutively.

• The title and footnotes should be typed on the same sheet as the table.

MANDATORY SUBMISSION FORM

The Mandatory Submission Form, signed by all authors, must accompany all submitted manuscripts before they can be reviewed for publication. Electronic submission: scan the signed form and submit as JPG or TIF file.

PERMISSION AND WAIVERS

• Permission of author and publisher must be obtained for the direct use of material (text, photos, drawings) under copyright that does not belong to the author.

• Waivers must be obtained for photographs showing persons. When such waivers are not supplied, faces will be masked to prevent identification. For clinical studies the approval of the ethics committee must be presented.

PAGE CHARGE

The first 8 printed pages in an article are free of charge. For excess pages, the charge is €140 per printed page. The approximate number of characters on a printed page is approximately 6,800. Please also consider the number and size of illustrations.

REPRINTS

The corresponding author is given 50 free reprints of the article. If additional reprints are desired, they must be ordered from the publisher when the page proofs are reviewed by the authors. The publisher does not stock reprints; however, back issues can be purchased.

The Journal of
Adhesive Dentistry

MANDATORY SUBMISSION FORM

Title of article: _____

A signature below certifies compliance with the following statements:

Copyright transfer. In consideration of the acceptance of the above work for publication, I do hereby assign and transfer to Quintessence Publishing Company all rights, title, and interest in and to the copyright in the above-titled work. This assignment applies to all translations of said article as well as to preliminary display/posting of the abstract of the accepted article in electronic form before publication. If any changes in authorship (order, deletions, or additions) occur after the manuscript is submitted, agreement by all authors for such changes must be on file with the Publisher. An author's name may be removed only at his/her request. [Note: material prepared by employees of the US government in the course of their official duties cannot be copyrighted.]

Author responsibilities. I attest that:

The manuscript is original work without fabrication, plagiarism, or fraud;

The manuscript is not currently under consideration elsewhere and the research reported will not be submitted for publication elsewhere unless a final decision is made by the Journal that the manuscript is not acceptable;

I have made a significant scientific contribution to the study and I am thoroughly familiar with the primary data outlined in the manuscript;

I have read the complete manuscript and take responsibility for the content and completeness of the final submitted manuscript and understand that if the manuscript, or part of the manuscript, is found to be faulty or fraudulent, I share responsibility.

Conflict of interest disclosure. All institutional or corporate affiliations of mine and all funding sources supporting the work are acknowledged. Except as disclosed in the separate enclosed letter, I certify that I have no commercial associations (eg, consultancies, patent/licensing arrangements, equity interests) that might represent a conflict of interest in connection with the submitted manuscript (letter attached).

Experimental procedures in humans and animals. The Journal endorses the principles embodied in the Declaration of Helsinki and insists that all investigations involving human beings reported in articles in the Journal be carried out in conformity with these principles and with similar principles such as those of the American Physiological Society, eg, see *J Neurophysiol* 1997;78(6). In the case of animal experiments reported in the Journal, these should also conform to these latter principles or with analogous principles such as those of the Canadian Council on Animal Care or The International Association for the Study of Pain. In articles reporting experiments involving surgical procedures on animals, the type and dosage of anesthetic agent used must be specified in the Materials and Methods section, and evidence must be provided that anesthesia of suitable grade and duration was achieved. Authors reporting on their experimental work in humans, or animals, should also cite evidence in the Materials and Methods section of the article that this work has been approved by, respectively, an institutional clinical/human experimentation panel or an institutional animal care and use panel (or equivalent). The editor-in-chief and associate editors are expected to refuse articles in which there is no clear evidence that these principles have been adhered to, and they reserve the right to judge the appropriateness of the use of human beings and animals in experiments reported in articles submitted to the Journal.

Signature of each author required in the same order as on the manuscript title page (Fax signatures, multiple forms are acceptable). For more than 5 authors, use an extra sheet.

Signature (1) _____ Print name _____ Date _____

Signature (2) _____ Print name _____ Date _____

Signature (3) _____ Print name _____ Date _____

Signature (4) _____ Print name _____ Date _____

Signature (5) _____ Print name _____ Date _____

Corresponding author _____ Mailing address _____

Phone _____

Fax _____

E-mail _____