

UNIVERSIDADE FEDERAL DE PELOTAS

Programa de Pós-graduação em Odontologia



Dissertação

Influência da composição do *primer* sobre a resistência de união à
microtração em sistema adesivo autocondicionante
experimental

Francine Cardozo Madruga

Pelotas, 2006

FRANCINE CARDOZO MADRUGA

Influência da composição do *primer* sobre a resistência de união à microtração em sistema adesivo autocondicionante experimental

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Odontologia da Universidade Federal de Pelotas, como requisito parcial à obtenção do título de Mestre em Odontologia, Área de concentração em Dentística.

Orientador: Prof. Dr. Evandro Piva

Co-orientadora: Prof^a Dr^a Márcia Bueno Pinto

Pelotas, 2006

Dados Internacionais de Catalogação na Publicação (CIP)

M183i Madruga, Francine Cardozo
 Influência da composição do *primer* sobre a resistência de união à
 microtração em sistema adesivo autocondicionante experimental / por
 Francine Cardozo Madruga – 2006.
 52f.

 Dissertação (Mestrado) – Faculdade de Odontologia, Programa de
 Pós-Graduação em Odontologia, Universidade Federal de Pelotas,
 2006. “Orientação: Prof. Dr. Evandro Piva, Co-Orientação Prof.^a Dr^a.
 Márcia Bueno Pinto.”

 1. Dentística. 2. Adesivos dentinários. 3. Adesivo autocondicionante.
 4. Microtração. 5. Resistência de união. 6. Materiais dentários.
 I. Título.

Banca Examinadora:

Prof. Dr. Evandro Piva (Orientador)

Prof. Dr. Prudêncio Willy Rodo Osinaga

Prof. Dr. Guilherme Brião Camacho

Prof. Dr. Antônio Cesar Bortowski Rosa Leites (Suplente)

Dedicatória

À minha filha **Julia**, razão da minha vida, que mesmo tão pequenina tem o poder de me transformar em um ser humano, a cada dia, melhor. Princesa és o meu maior incentivo para seguir a diante, cada passo e cada vitória serão sempre dedicados a ti.

Ao meu querido **Pablo**, por estar sempre presente, por ser o pai da Julia, por ser um grande amigo, pela nossa vida juntos e acima de tudo por ser o meu amor. Obrigada pela força!

Aos meus irmãos **Gissele** e **Víncius**, meus maiores amigos, minha origem. Com quem dividi meus piores momentos e também boa parte dos melhores. Sempre incentivando e principalmente apoiando.

Obrigada por tudo, principalmente por fazerem parte da minha vida. Amo vocês!!

Agradecimento especial

Ao meu orientador Prof. Dr. **Evandro Piva**, por tornar a realização desse trabalho tão agradável, compreender minhas limitações momentâneas e acreditar em mim. Obrigada pela paciência, incentivo e confiança.

Ao meu colega e doutorando **Fabício Ogliari** um dos profissionais mais competentes com quem tive o prazer de trabalhar, dono de uma humildade incrível e de uma ética e disponibilidade em ajudar invejáveis. Obrigada por abraçar a minha causa e pelas orientações. Foi um privilégio conviver contigo.

À acadêmica **Sandrina Henn** participação especial e fundamental no trabalho. Obrigada por tudo, principalmente pela confiança.

À minha colega **Giana Lima**, um grande ser humano, sempre gentil e prestativa. Obrigada por tudo!

À minha amiga e irmã **Gissele Cardozo**, sempre tão disponível para me ajudar, geralmente sem nenhum reconhecimento. Participação indispensável na formatação deste trabalho. Valeu Gi, obrigada pela paciência e por toda a ajuda.

Agradecimentos

À meus pais, **Walter** e **Carla**, mesmo que o destino tenha abreviado nossa convivência, trago vocês em meu coração e sou grata por ter tido vocês em minha vida.

À meus avós, **Amaury** e **Lucy**, por me ensinarem o valor da família, dos frutos que uma vida a dois pode proporcionar ao longo da vida. Obrigada por tudo, amo vocês!

Manuel, Dinda e Manuela pelos domingos em família com o sabor especial que só a casa de vocês tem. Valeu pelo apoio e torcida!

Daniel, Gi e Natália pela amizade e apoio em todos os momentos.

Vini e Monique pelo carinho e incentivo.

Meu sogro **Zé**, minha sogra **Marta, Samanta e Vanessa** por me receberem sempre de braços abertos.

Tia **Fátima** e tio **Amaury** pela torcida mesmo que de longe.

Dona **Leda** e Prof. **Souza** sempre me incentivando e apoiando.

Aos meus colegas do Mestrado e do Doutorado **Giana, Sônia, Josiane, Nihad, Elaine, Elenara, Mabel, Adriana, Daniela, Paula, Renata, Fabrício, Rafael, Antônio, Eduardo, Henrique, Rodrigo, Tiago, Luciano, Sinval, Fábio Hermann, Fábio Lima**. Conviver com vocês foi um privilégio.

À secretária do Programa de Pós-Graduação em Odontologia **Josiane**, obrigada pela gentileza.

Ao Programa de Pós-Graduação em Odontologia da UFPel pela oportunidade de crescimento profissional e intelectual.

À Professora Dr^a **Márcia Bueno**, diretora da Faculdade de Odontologia da UFPel, minha co-orientadora, sempre tão gentil, tudo de melhor nessa nova jornada.

Aos **pacientes** da pós-graduação.

Professores, funcionários e alunos da faculdade de odontologia da UFPel, por serem sempre tão gentis comigo.

E a todos que de alguma forma ajudaram na realização desse trabalho.

Resumo

MADRUGA, Francine Cardozo. **Influência da composição do *primer* sobre a resistência de união à microtração em sistema adesivo autocondicionante experimental**. 2006. 52f. Dissertação (Mestrado) – Programa de Pós-Graduação em Odontologia. Universidade Federal de Pelotas, Pelotas.

O objetivo deste estudo foi avaliar a influência de diferentes composições variando as concentrações de monômero ácido/HEMA em *primer* autocondicionante de sistema adesivo dentinário experimental. Foram utilizados 70 incisivos bovinos, distribuídos aleatoriamente entre 7 grupos (n=20). Foram formulados seis *primers* experimentais com concentrações de 0; 15; 30; 50; 70%; e 100% de monômero ácido (MPF) em massa (Grupos **EMa⁰**, **EMa¹⁵**, **EMa³⁰**, **EMa⁵⁰**, **EMa⁷⁰**, **EMa¹⁰⁰** respectivamente). O sistema adesivo Clearfil SE Bond (**CSEB**, Kuraray) foi utilizado como controle. Na face vestibular dos dentes foi realizado desgaste até a exposição de dentina com lixa d'água granulação até 600. O *primer* foi aplicado vigorosamente 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® (1400mW/cm²). A restauração foi confeccionada utilizando 2 incrementos de 2 mm de compósito, fotoativados de acordo com as recomendações do fabricante. Após armazenagem por 24 horas em água destilada a 37°C, os dentes foram seccionados em cortadeira de precisão e a resistência de união (MPa) mensurada através do ensaio de microtração em uma máquina de ensaios mecânicos. As amostras fraturadas do ensaio de microtração foram avaliadas por microscopia óptica e classificadas quanto ao modo de fratura. Análise de Variância segundo um critério e teste complementar de Tukey foram utilizados para detectar diferenças entre médias ($\alpha=5\%$). O grupo **EMa⁵⁰** apresentou o maior valor ($p<0,05$) de resistência de união à microtração em dentina (55,1MPa) entre os *primers* experimentais, sendo esse valor semelhante ao encontrado no controle comercial (50,7MPa). Os grupos **EMa⁰** e **EMa¹⁰⁰** demonstraram-se inviáveis por apresentarem totalidade de falhas prematuras e foram excluídos da estatística, os grupos **EMa¹⁵**, **EMa³⁰** e **EMa⁷⁰** foram semelhantes e estatisticamente inferiores ao controle. Baseado na metodologia do presente estudo foi possível concluir que variações de concentração de monômero ácido/HEMA na composição de sistemas adesivos autocondicionantes afetam os valores de resistência de união à dentina sendo que a composição 50%MPF-20%HEMA-30%Água demonstrou valores iniciais satisfatórios de resistência de união para o desenvolvimento de um sistema adesivo experimental autocondicionante.

Palavras chave: adesivos dentinários; adesivo autocondicionante, microtração; resistência de união, materiais dentários.

Abstract

MADRUGA, Francine Cardozo. **Influence of experimental self-etching primers composition on microtensile bond strength**. 2006. 52p. Dissertation (Ms) – Post-Graduate Program, School of Dentistry, Federal University of Pelotas, Pelotas, RS Brazil.

The aim of this study was to investigate the influence of different functional monomer concentrations/HEMA in self-etching primers solvents on microtensile bond strength (μ TBS) of an experimental adhesive system. Seventy bovine incisors were allocated in seven groups (n=20). Six experimental self-etching primers were synthesized with different concentrations of acidic monomer (MPF); 0, 15, 30, 50, 70 and 100 (wt %)(Groups **EMa⁰**, **EMa¹⁵**, **EMa³⁰**, **EMa⁵⁰**, **EMa⁷⁰**, **EMa¹⁰⁰** respectively). Adhesive system Clearfil SE Bond (**CSEB**, Kuraray) was used as control. Coating adhesive resin AP-50 was prepared. Seventy bovine incisors were randomized and allocated in seven groups. Vestibular enamel was ground to expose the superficial coronal dentin, which was polished wet to create a standardized smear layer with 600 grit silicon paper. After rinsing, water was removed with a piece of absorbent paper, leaving the surface visibly dried. The prepared dentin surfaces were etched with primer and air-dried, after coating adhesive resin was applied and light activated with LED SDI Radii[®] (1400mW/cm²). The composite resin was inserted in two increments and were light activated for 20 s each. After storage for 24 hours, the specimens were sectioned with a refrigerated diamond saw at low-speed. To investigate immediate microtensile bond strength (μ TBS) statistical analysis were performed (one-way ANOVA plus Tukey's post-hoc test, $\alpha=0.05$). Fractographic analysis were performed using optical microscopy to describe failure patterns. The group **EMa⁵⁰** showed statistically higher ($p<0.05$) microtensile bond strength (55.1MPa) than others experimental groups but was similar with control (50.7MPa). Due to total premature failure groups **EMa⁰** and **EMa¹⁰⁰** were excluded from statistics. Groups **EMa¹⁵**, **EMa³⁰** and **EMa⁷⁰** were similar but different than control. It was possible to conclude that concentration of acidic monomer/HEMA affects microtensile bond strength of self-etching adhesive systems. Primer composition of 50%MPF-20%HEMA-30% water showed satisfactory microtensile bond strength as a self-etching adhesive system.

Keywords: dental adhesive; tensile strength; self-etching; bond strength, dental materials.

Lista de figuras

Figura 1	Sistemas adesivos autocondicionantes experimentais - grupos	20
Figura 2	Grupo controle comercial	20
Figura 3	Palito posicionado para tracionamento	21
Figura 4	Máquina de ensaio mecânico	21
Figura 5	Representação esquemática da metodologia de resistência de união à microtração que será utilizada.	22
Figura 6	Ilustração representando a porcentagem de cada modo de fratura para os grupos experimentais	49

Lista de tabelas

Tabela 1. Delineamento do estudo demonstrando a composição dos grupos experimentais e controle comercial utilizado no projeto.....	17
Tabela 2. Materiais que serão utilizados no estudo	18
Tabela 3. Delineamento do estudo demonstrando a composição dos grupos experimentais e controle comercial utilizado.....	46
Tabela 4. Materiais utilizados no presente estudo	47
Tabela 5. Média ($\pm$ d.p.) em MPa do ensaios de resistência de união à microtração e pH à 25°C em função a da concentração de monômero fosforado nos <i>primers</i> utilizados.....	48

Lista de abreviaturas, siglas e símbolos

dp	desvio padrão
ep	erro padrão
HEMA	2-hidroxietil metacrilato
MPa	megapascal
N	newtons
%	porcentagem
MPF	metacrilóiloxypentil fosfato
UFPeI	Universidade Federal de Pelotas
UFRGS	Universidade Federal do Rio Grande do Sul
CSEB	Clearfil Self-Etching Bond
X	vezes
μ TB	microtensile bond strength
MO	microscopia ótica
rpm	rotações por minuto
pH	potencial hidrogeniônico
PMMA	polimetilmetacrilato
CDC-Bio	Centro de desenvolvimento e controle de biomateriais

Sumário

Projeto de pesquisa.....	13
Introdução	13
Justificativa	15
Objetivo.....	16
Material e métodos.....	17
Tratamento estatístico.....	23
Referências.....	24
Orçamento.....	26
Cronograma de execução do projeto.....	27
Apêndice.....	28
 Artigo.....	 29
 Conclusões	 50
 Referências	 51

Projeto de pesquisa

Introdução

A adesão da resina composta à dentina tem sido aperfeiçoada pela introdução de agentes removedores da *smear layer*, *primers* dentinários e agentes de adesão dentinária. A aplicação de *primers* dentinários para desmineralizar a dentina acentuam a difusão de monômeros, e facilitam a formação da camada híbrida (NAKABAYASHI; TAKARADA, 1992). A camada híbrida é uma mistura de componentes dentinários e resina polimerizada (NAKABAYASHI; KOJIMA; MASUHARA, 1982).

O conceito de adesivos autocondicionantes é baseado no uso de monômeros ácidos polimerizáveis, que simultaneamente condicionam e infiltram a dentina e o esmalte (MOSZNER; SALZ; ZIMMERMANN, 2005). Os primers autocondicionantes não necessitam da etapa de lavagem (YOSHIDA et al., 2004), o que reduz substancialmente o tempo de aplicação, assim como, a sensibilidade técnica.

Os adesivos autocondicionantes podem ser classificados em função de sua agressividade (DE MUNCK et al., 2005). Os adesivos autocondicionantes “fortes” possuem pH muito baixo (<1) e exibem mecanismo de união e ultra morfologia da interface na dentina assemelhando-se aquele produzido pelos adesivos convencionais. Os adesivos auto condicionantes moderados (pH em torno de 2) dissolvem a superfície dentinária apenas parcialmente (DE MUNCK, et al., 2005), dessa maneira um número substancial de cristais de hidroxiapatita permanecem no interior da camada híbrida (DE MUNCK, et al., 2005). Grupamentos funcionais carboxílicos e fosfóricos de monômeros metacrilatos podem interagir quimicamente com esta hidroxiapatita residual (YOSHIDA, et al., 2004).

Acredita-se que os dois mecanismos de união (micro-mecânica e união química) são vantajosos em termos de durabilidade da restauração. Existe um componente da união micro-mecânica que pode em particular promover resistência

ao abrupto estresse de contração (*debonding stress*). A interação química pode resultar em uniões que resistem melhor a decomposição hidrolítica, dessa forma mantendo as margens da restauração seladas por períodos mais longos (DE MUNCK, et al., 2005).

A maior falha dos adesivos contemporâneos é a sua durabilidade limitada *in vivo* (VAN MEERBEEK et al., 1998). A razão mais citada para falha das restaurações adesivas é a perda de retenção e desadaptação marginal (MJOR; GORDAN, 2002, MJOR et al., 2002). Portanto, uma abordagem valiosa para prolongar a vida útil clínica dos adesivos deve estar focada em aperfeiçoar a estabilidade da união desses biomateriais aos tecidos dentários (DE MUNCK, 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, as concentrações de monômero ácido na composição dos adesivos gera questões sobre a proporção ideal deste componente em relação ao monômero hidrofílico e água, para que não ocorra prejuízos potenciais na polimerização, devido a desmineralização insuficiente e pouca penetração de monômeros na dentina ou monômero ácido residual aprisionado na camada híbrida aliado a quantidades escassas de HEMA. 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). Estudos laboratoriais independentes avaliando a influência da concentração de monômero ácido 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, restringido-se apenas ao componente de interesse, o que seria inviável se fossem utilizados adesivos comerciais.

Justificativa

A utilização de um sistema adesivo experimental é ideal para avaliar a real influência do monômero ácido na composição de *primers*, pois permite um controle seguro das variáveis de composição pelo pleno conhecimento da composição e proporcionamento dos componentes do produto testado. Frente às características promissoras dos sistemas adesivos autocondicionantes torna-se necessária uma melhor compreensão sobre a influência dos elementos básicos de sua composição visando à evolução e o desenvolvimento de novos biomateriais para a aplicação em Odontologia.

Objetivos

O objetivo deste estudo será avaliar a influência de diferentes composições variando as concentrações de monômero ácido/HEMA em *primers* de sistema adesivo autocondicionante experimental.

Material e Métodos

Diferentes soluções serão manipuladas com o objetivo de criar diferentes *primers* autocondicionantes variando a concentração de 2-hidroxietil metacrilato (HEMA, Esstech, Essington, PA, EUA) e monômero metacrilato fosforado metacriloiloxipentil dihidrogênio fosfato (MPF), sintetizado no CDC-Bio/UFPel e Instituto de Química/UFRGS, como mostra a Tabela 1. A concentração e o tipo de solvente serão os mesmos para todos os grupos. O solvente utilizado será água destilada, em uma quantidade de 30% em massa. Como grupo controle será utilizado o sistema adesivo autocondicionante Clearfil Self-etching Bond (CSEB).

Tabela 1: Delineamento do estudo demonstrando a composição dos grupos experimentais e controle comercial utilizado no projeto

Grupo	Hema (%)	Monômero ácido (%)	Solvente (%)
EMa⁰	70	0	30
EMa¹⁵	65	15	30
EMa³⁰	40	30	30
EMa⁵⁰	20	50	30
EMa⁷⁰	0	70	30
EMa¹⁰⁰	0	100	0
CSEB (Controle) Clearfil SE Bond (Kuraray, Japão).	Composição (*): HEMA, MDP, Monômero dimetacrilatos, Fotoiniciador e Água		

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

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

Tabela 2: Materiais que serão utilizados no estudo

Material	Composição	Fabricante	Lote
CSEB (Controle)_	HEMA, MDP,	Kuraray Medical Inc.	00330A
Clearfil SE Bond	Monômero dimetacrilatos, Fotoiniciador e Água	Sakazu, Kurashiki, Okayama, Japão	
AD-50 (Resina de cobertura hidrófoba ou bond de sistema adesivo)	Dimetacrilatos, monômeros hidrófilos e fotoiniciadores	Produto de Desenvolvimento CDC-Bio (FO/UFPel)	---
Compósito Restaurador Glacier cor A3		Southern Dental Industries, Bayswater, Australia	L040910

Setenta dentes 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. Em seguida, os dentes serão limpos, as raízes seccionadas, a polpa e o ligamento periodontal retirados e posteriormente transferidos para água destilada e armazenados em *freezer* onde serão mantidos até seu uso. Os dentes serão distribuídos aleatoriamente entre os sete grupos avaliados. Na face vestibular dos dentes será realizado desgaste e planificação com lixas de SiC (carbeto

de silício) de modo crescente de aplicação, de acordo com a granulação até a exposição de dentina com lixa d'água na seqüência de granulação 180, 320, 400 e 600 sob abundante irrigação com água, no sentido de padronizar a espessura de lama dentinária formada. A superfície de dentina será inspecionada em estereomicroscópio óptico com aumento 40X para assegurar a ausência de esmalte remanescente na superfície. Após a aplicação de jato de ar até a remoção do excesso de umidade, deixando a superfície visivelmente seca, na dentina será aplicado um dos *primers* autocondicionantes (figura 1), em toda a superfície durante 20s com auxílio de um pincel descartável, será aplicado jato de ar por 5s para auxiliar na evaporação do solvente. Em seguida será aplicado o componente adesivo, para os materiais experimentais será aplicado o material AD-50 como resina hidrófoba de cobertura (*bond* do sistema), sendo fotoativado por 20s com aparelho fotopolimerizador LED SDI Radian® (1400mW/cm²), em seguida, sendo totalmente recoberto por um compósito restaurador (Glacier, SDI, Austrália), que será colocado em 2 incrementos de 2,0mm sendo cada um destes fotoativados por 20s (conforme recomendação do fabricante). O grupo controle CSEB foi utilizado conforme recomendação do fabricante.

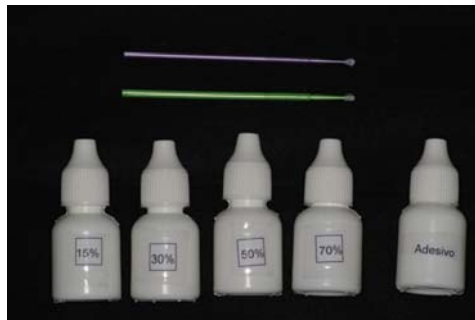


Figura 1: embalagens utilizadas para armazenagem e uso dos sistemas adesivos autocondicionantes experimentais



Figura 2: sistema adesivo utilizado como controle comercial CSEB - Kuraray

Após 24h de armazenagem em água destilada à 37°C, as amostras serão seccionadas em cortadeira de precisão (ISOMET 1000, Buheler, EUA) com velocidade de 400 rpm, de maneira a produzir palitos com área em sua secção transversal com aproximadamente 0,5mm², obtendo-se entre seis a nove palitos por dente. Estes palitos terão suas dimensões mensuradas com paquímetro digital (precisão 0,01mm) para cálculo da área de adesão, uma a uma, sendo em seguida fixados em um dispositivo próprio para ensaios de microtração (figura 3), com o auxílio de um adesivo à base de cianocrilato (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) (figura 4) com uma célula de carga de 500N. Os valores obtidos em N serão divididos pela área de cada amostra, obtendo-se assim o valor da resistência de união à microtração de cada amostra em MPa. Os dados obtidos serão submetidos à análise estatística.

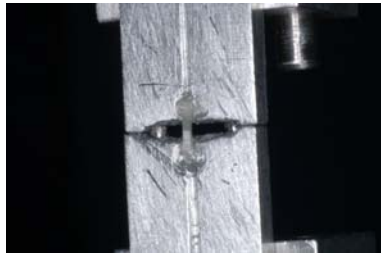


Figura 3: espécime posicionado em dispositivo específico para ensaio de microtração



Figura 4: máquina de ensaios mecânicos – EMIC DL 500

Adicionalmente os *primers* utilizados no estudo serão caracterizados quanto ao pH obtido em pHmetro digital (Analion, Ribeirão Preto, SP, Brasil) em temperatura de 25° C.

Todas as amostras fraturadas correspondentes à dentina serão observadas através de microscopia óptica (MO) disponível em Microdurômetro (Futuretech FM700) com um aumento de 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.

Falhas coesivas serão consideradas aquelas que ocorrerem no interior de um único substrato, podendo ser adesivo, resina ou dentina. As falhas adesivas serão consideradas aquelas que ocorrerem entre dois substratos diferentes, e falhas mistas serão aquelas em que as duas características anteriormente citadas poderão ser visualizadas.

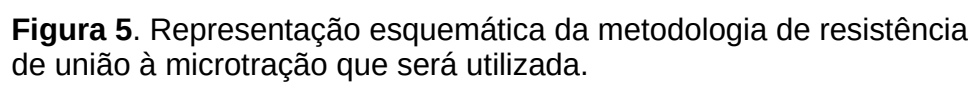


Figura 5. Representação esquemática da metodologia de resistência de união à microtração que será utilizada.

Tratamento estatístico

O número de repetições especificados na presente metodologia partirá 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, sempre respeitando a padronização do estudo (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.

Referências

- 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.
- 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.
- MJOR, I. A.; GORDAN, V. V. Failure, repair, refurbishing and longevity of restorations **Oper Dent**, v.27, n.5, p.528-534, 2002.
- MJOR, I. A.; SHEN, C.; ELIASSON, S. T.; RICHTER, S. Placement and replacement of restorations in general dental practice in Iceland **Oper Dent**, v.27, n.2, p.117-123, 2002.
- 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.
- NAKABAYASHI, N.; KOJIMA, K.; MASUHARA, E. The promotion of adhesion by the infiltration of monomers into tooth substrates **J Biomed Mater Res**, v.16, n.3, p.265-273, 1982.
- NAKABAYASHI, N.; TAKARADA, K. Effect of HEMA on bonding to dentin **Dent Mater**, v.8, n.2, p.125-130, 1992.
- VAN MEERBEEK, B.; PERDIGAO, J.; LAMBRECHTS, P.; VANHERLE, G. The clinical performance of adhesives **J Dent**, v.26, n.1, p.1-20, 1998.
- 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.

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.

YOSHIDA, Y.; NAGAKANE, K.; FUKUDA, R.; NAKAYAMA, Y.; OKAZAKI, M.; SHINTANI, H.; INOUE, S.; TAGAWA, Y.; SUZUKI, K.; DE MUNCK, J.; VAN MEERBEEK, B. Comparative study on adhesive performance of functional monomers **J Dent Res**, v.83, n.6, p.454-458, 2004.

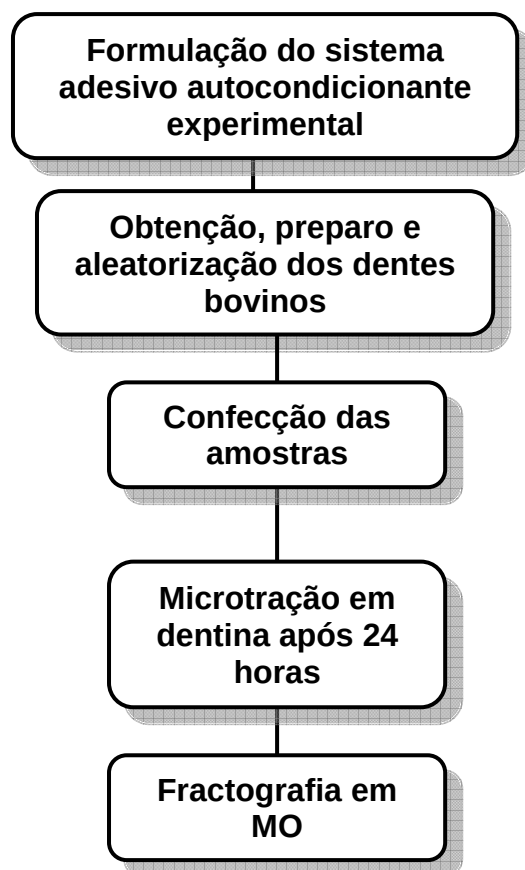
Orçamento

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
Sistema Adesivo Clearfil SE (Kuraray)	1 Kit	R\$ 120,00	R\$ 120,00
		Total	R\$ 6.170 ,00

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	x						
Agosto-06	x	x	x					
Setembro-06	x		x	x				
Outubro-06	x			x				
Novembro-06	x				x			
Dezembro-06	x					x		x
Janeiro-07	x						x	

APÊNDICE – Organograma correspondente ao Artigo



ARTIGO *

Influência da composição do *primer* sobre a resistência de união à microtração em sistema adesivo autocondicionante experimental.

English title: Influence of primer composition on microtensile bond strength of self-etching experimental adhesive system.

Francine Cardozo Madruga^a, Sandrina Henn^a, Eduardo Oliveira da Silva^b, Cesar Liberato Petzhold^b, Fabrício Aulo Ogliari^a, Márcia Bueno^a, Evandro Piva^{a§}

^aDepartamento de Odontologia Restauradora, Faculdade de Odontologia, Universidade Federal de Pelotas, RS, Brasil

^bInstituto de Química, Departamento de Química Orgânica, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, RS, Brasil

[§] Autor para correspondência: CDC-Bio, 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: evpiva@gmail.com (Evandro Piva)

*** Artigo formatado segundo normas do periódico *The Journal of Adhesive Dentistry*.**

Resumo

Objetivo: Avaliar a influência de diferentes composições variando as concentrações de monômero ácido/HEMA em *primer* autocondicionante de sistema adesivo dentinário experimental.

Materiais e métodos: Foram utilizados 70 incisivos bovinos, distribuídos aleatoriamente entre 7 grupos (n=20). Foram formulados seis *primers* experimentais com concentrações de 0; 15; 30; 50; 70%; e 100% de monômero ácido (MPF) em massa (Grupos **EMa⁰**, **EMa¹⁵**, **EMa³⁰**, **EMa⁵⁰**, **EMa⁷⁰**, **EMa¹⁰⁰** respectivamente). A resina de cobertura AP-50 foi utilizada como *bond* nos adesivos experimentais. O sistema adesivo Clearfil SE Bond (**CSEB**, Kuraray) foi utilizado como controle. Na face vestibular dos dentes foi realizado desgaste até a exposição de dentina com lixa d'água granulação até 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® (1400mW/cm²). Restaurações de compósito foram confeccionadas e após armazenagem por 24 horas em água destilada a 37°C, os dentes foram seccionados e a resistência de união (MPa) mensurada através do ensaio de microtração. Análise de Variância segundo um critério e teste complementar de Tukey foram utilizados para detectar diferenças entre médias ($\alpha=5\%$).

Resultados: Os grupos **EMa⁰** e **EMa¹⁰⁰** demonstraram-se inviáveis e foram excluídos da estatística. De acordo com as médias de resistência de união [(**EMa¹⁵**=**EMa³⁰**=**EMa⁷⁰**) < (**EMa⁵⁰**=**CSEB**)]

Conclusões: As variações de concentração de monômero ácido/HEMA afetam os valores de resistência de união e a composição 50%MPF-20%HEMA-

30% água demonstrou valores iniciais satisfatórios para desenvolvimento de sistema adesivo autocondicionante.

Palavras-chave: adesivo dentinário; adesivo autocondicionante; microtração; resistência de união; materiais dentários.

Introdução

A adesão da resina composta à dentina tem sido aperfeiçoada pela introdução de agentes removedores da *smear layer*, *primers* dentinários e agentes de adesão dentinária. A aplicação de *primers* dentinários para desmineralizar a dentina acentuam a difusão de monômeros, e facilitam a formação da camada híbrida (1). A camada híbrida é uma mistura de componentes dentinários e resina polimerizada (2).

O conceito de adesivos autocondicionantes é baseado no uso de monômeros ácidos polimerizáveis, que simultaneamente condicionam e infiltram a dentina e o esmalte (3). Os primers autocondicionantes não necessitam da etapa de lavagem (4), o que reduz substancialmente o tempo de aplicação, assim como, a sensibilidade técnica.

Os adesivos autocondicionantes podem ser classificados em função de sua agressividade (5). Os adesivos autocondicionantes “fortes” possuem pH muito baixo (<1) e exibem mecanismo de união e ultra morfologia da interface na dentina assemelhando-se aquele produzido pelos adesivos convencionais. Os adesivos auto condicionantes moderados (pH em torno de 2) dissolvem a superfície dentinária apenas parcialmente (5), dessa maneira um número substancial de cristais de hidroxiapatita permanecem no interior da camada híbrida (5). Grupamentos funcionais carboxílicos e fosfóricos de monômeros metacrilatos podem interagir quimicamente com esta hidroxiapatita residual (4).

Acredita-se que os dois mecanismos de união (micro-mecânica e união química) são vantajosos em termos de durabilidade da restauração. Existe um componente da união micro-mecânica que pode em particular promover resistência ao abrupto estresse de contração (*debonding stress*). A interação química pode

resultar em uniões que resistem melhor a decomposição hidrolítica, dessa forma mantendo as margens da restauração seladas por períodos mais longos (5).

A maior falha dos adesivos contemporâneos é a sua durabilidade limitada *in vivo* (6). A razão mais citada para falha das restaurações adesivas é a perda de retenção e desadaptação marginal (7, 8). Portanto, uma abordagem valiosa para prolongar a vida útil clínica dos adesivos deve estar focada em aperfeiçoar a estabilidade da união desses biomateriais aos tecidos dentários (5).

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 (9). Nos sistemas adesivos auto-condicionantes a água é extremamente importante para que ocorra a ionização do monômero ácido, proporcionando a desmineralização do substrato dentário (9-11). No entanto, as concentrações de monômero ácido na composição dos adesivos gera questões sobre a proporção ideal deste componente em relação ao monômero hidrofílico e água, para que não ocorra prejuízos potenciais na polimerização, devido a desmineralização insuficiente e pouca penetração de monômeros na dentina ou monômero ácido residual aprisionado na camada híbrida aliado a quantidades escassas de HEMA. Isto também se aplica às altas concentrações de solventes orgânicos, visto que sua incompleta evaporação pode prejudicar a polimerização (9, 10, 12). Estudos laboratoriais independentes avaliando a influência da concentração de monômero ácido na atividade e efetividade de adesão dentinária de *primers* autocondicionantes são escassos na literatura. O objetivo deste estudo foi testar a hipótese nula de que alterações na proporção monômeros Ácidos/HEMA não afeta os valores de resistência de união de um sistema adesivo experimental autocondicionante.

Material e métodos

Diferentes soluções foram manipuladas com o objetivo de criar diferentes *primers* autocondicionantes variando a concentração de 2-hidroxietil metacrilato (HEMA, Esstech, Essington, PA, EUA) e monômero metacrilato fosforado metacriloiloxipentil dihidrogênio fosfato (MPF), sintetizado no CDC-Bio/UFPel e Instituto de Química/UFRGS, como mostra a Tabela 3. A concentração e o tipo de solvente foram os mesmos para todos os grupos. O solvente utilizado foi água destilada, em uma quantidade de 30% em massa. Como grupo controle foi utilizado sistema adesivo autocondicionante Clearfil Selfetching Bond (CSEB).

Setenta dentes bovinos, com período de extração inferior a três meses foram utilizados para esta avaliação. Após a extração, os dentes foram armazenados em cloramina T 0,5% durante sete dias. Em seguida, os dentes foram limpos, as raízes seccionadas, a polpa e o ligamento periodontal retirados e posteriormente transferidos para água destilada e armazenados em *freezer* onde foram mantidos até seu uso. Os dentes foram distribuídos aleatoriamente entre os sete grupos avaliados. Na face vestibular dos dentes foi realizado desgaste e planificação com lixas de SiC (carbeto de silício) de modo crescente de aplicação, de acordo com a granulação até a exposição de dentina com lixa d'água na sequência de granulação 180, 320, 400 e 600 sob abundante irrigação com água, no sentido de padronizar a espessura de lama dentinária formada. A superfície de dentina foi inspecionada em estereomicroscópio óptico com aumento 40X para assegurar a ausência de esmalte remanescente na superfície. Após a aplicação de jato de ar até a remoção do excesso de umidade, deixando a superfície visivelmente seca, na dentina foi aplicado um dos *primers* autocondicionantes, em toda a superfície durante 20s com

auxílio de um pincel descartável, foi aplicado jato de ar por 5s para auxiliar na evaporação do solvente. Em seguida foi aplicado o componente adesivo, para os materiais experimentais foi aplicado o material AD-50 como resina hidrófoba de cobertura (*bond* do sistema), sendo fotoativado por 20s com aparelho fotopolimerizador LED SDI Radii® (1400mW/cm²), em seguida, sendo totalmente recoberto por um compósito restaurador (Glacier, SDI, Austrália), que foi colocado em 2 incrementos de 2,0mm sendo cada um destes fotoativados por 20s (conforme recomendação do fabricante). O grupo controle CSEB foi utilizado conforme recomendação do fabricante.

Após 24h de armazenagem em água destilada à 37°C, as amostras foram seccionadas em cortadeira de precisão (ISOMET 1000, Buheler, EUA) com velocidade de 400 rpm, de maneira a produzir palitos com área em sua secção transversal com aproximadamente 0,5mm², obtendo-se entre seis a nove palitos por dente. Estes palitos tiveram suas dimensões mensuradas com paquímetro digital (precisão 0,01mm) para cálculo da área de adesão, uma a uma, sendo em seguida fixados em um dispositivo próprio para ensaios de microtração, com o auxílio de um adesivo à base de cianoacrilato (Super Bonder Gel, Loctite). As amostras foram 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. Os valores obtidos em N foram divididos pela área de cada corpo de prova, obtendo-se assim o valor da resistência de união à microtração de cada amostra em MPa. Os dados obtidos foram submetidos à análise estatística. Para todos os testes foi considerado o valor $p < 0,05$ como estatisticamente significativo. Para a realização da análise estatística, foi utilizado o programa estatístico SigmaStat 3.01 (Systat Software, Inc. Richmond, CA, EUA).

Adicionalmente os *primers* utilizados no estudo foram caracterizados quanto ao pH obtido em pHmetro digital (Analion, Ribeirão Preto, SP, Brasil) em temperatura de 25° C.

Todas as amostras fraturadas correspondentes à dentina foram observadas através de microscopia óptica (MO) disponível em Microdurômetro (Futuretech FM700, Japão) com um aumento de 500X para a determinação do modo de falha de cada amostra. As falhas foram classificadas em coesivas em adesivo, resina ou dentina, em adesiva e do tipo mistas. Sendo que foram consideradas, falhas coesivas aquelas que ocorreram no interior de um único substrato, podendo ser adesivo, resina ou dentina. As falhas adesivas foram consideradas aquelas que ocorreram entre dois substratos diferentes, e falhas mistas serão aquelas em que as duas características anteriormente citadas puderam ser visualizadas.

Resultados

Os dados de resistência de união à microtração obtidos com os diferentes primers experimentais assim como com o grupo controle, estão descritos na tabela 5.

Em relação ao padrão de falha foi possível observar que nos grupos EMa¹⁵ e EMa⁷⁰ o padrão de falha adesiva foi predominante enquanto que os grupos EMa³⁰ e EMa⁵⁰ não houve essa predominância sendo encontrado todos os tipos de falhas, como mostra a figura 6.

Discussão

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 (13). O uso de adesivos autocondicionantes reduz a sensibilidade técnica (3, 10, 13), 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 (3, 14). O passo de condicionamento ácido e lavagem do mesmo, seguido de uma criteriosa remoção dos excessos de água da superfície dentinária é suscetível às variações relacionadas à capacidade subjetiva de avaliação do operador, tornando o processo em si muito técnico-sensível. Em virtude dessas questões, aliada a tendência de simplificação dos processos em Odontologia, têm se concentrado esforços em pesquisas sobre sistemas adesivos autocondicionantes. Resumidamente, o passo de condicionamento por desmineralização da superfície foi incorporado dentro dos componentes resinosos polimerizáveis do adesivo. Isso foi possível, através da funcionalização de monômeros metacrilatos, lançando mão grupos fosfóricos, fosfônicos e carboxílicos (3, 15).

Também é considerada a possibilidade de que estes sistemas adesivos apresentem uma menor chance de sensibilidade pós-operatória (10). Adicionalmente, como os monômeros infiltram e concomitantemente desmineralizam (3, 10) é reduzida a possibilidade de incompleta infiltração do adesivo nos espaços criados pela remoção mineral (10).

Neste experimento o agente de união dentinário utilizado foi um adesivo autocondicionante experimental desenvolvido pelo CDC-Bio. A utilização de adesivos experimentais possibilitou uma melhor identificação e controle de variáveis referentes

a composição de materiais utilizados no estudo . Desse modo é possível explorar um proporcionamento mais favorável de composição, além de melhor entender os efeitos sobre alterações nas propriedades mecânicas do polímero avaliadas sobre os valores de resistência de união obtidos.

Os *primers* autocondicionantes são, principalmente, misturas aquosas de monômeros ácidos, como ésteres fosfatados ou ácidos carboxílicos e monômeros hidrófilos (16). A efetividade de alguns *primers* autocondicionantes na adesão dentinária já é conhecida (17, 18).

De acordo com os resultados do presente estudo a hipótese nula pode ser rejeitada pois foram detectadas diferenças significativas entre os grupos. Modificações na concentração de monômero ácido foram realizadas em um *primer* autocondicionante experimental, variando proporcionalmente em cada grupo também o percentual de HEMA. Portanto os resultados obtidos não estão exclusivamente relacionados a concentração de monômeros ácidos, mas sim as diferentes proporções MPF/HEMA encontrada em cada grupo experimental. O HEMA é o monômero hidrofílico utilizado no *primer* para possibilitar o molhamento da dentina pelos monômeros hidrofóbicos do adesivo. Quando concentrações muito baixas ou nulas de HEMA estão presentes em um sistema adesivo provavelmente haverá pouca ou nenhuma infiltração de monômeros resinosos.

Por outro lado, quando altas concentrações de monômero ácido estão presentes no *primer* além de haver pouca concentração de HEMA, é possível que esse excesso de monômero fique aprisionado na matriz resinosa agindo de modo prolongado sobre a superfície dentinária, prejudicando a união (19). A inviabilidade de composição demonstrada pela totalidade de falhas prematuras nos dois grupos

em que a associação HEMA/MPF não estava presente comprova a importância dessa combinação de reagentes para *primers* autocondicionante.

Concentrações baixas de monômero ácido também geram baixos valores de resistência de união pela falta de capacidade de desmineralizar suficientemente o tecido dentinário, e assim, não permitir uma infiltração suficiente de monômeros na dentina.

Com uma concentração em massa de 50% do monômero MPF, foram obtidos elevados valores de resistência de união. É possível que nessa concentração, o primer tenha sido capaz de remover mais eficientemente a lama dentinária e a dentina intacta subjacente, formando uma camada híbrida mais homogênea e de melhor qualidade. Nesta concentração, o valor médio de resistência de união à microtração, foi semelhante ao grupo controle.

No que diz respeito ao pH, notou-se que concentrações maiores do monômero ácido geraram valores de pH mais baixos. Quando se refere a pH mais importante que a concentração do ácido é a qualidade do mesmo, o que pode ser evidenciado nos valores de pH do Clearfil, referência comercial do estudo, quando comparado aos outros grupos.

Ressalta-se a importância dos altos valores de resistência de união à microtração encontrados quando foi utilizado um percentual de 50% de monômero ácido, mas deve-se salientar a importância do conhecimento da estabilidade desta união. Para tanto, se torna necessário que estudos longitudinais sejam desenvolvidos para avaliar o comportamento destas formulações ao longo do tempo. É importante que se observem longitudinalmente todas as concentrações testadas, pois a maior causa de falha adesiva é sua durabilidade limitada *in vivo* (6).

Com base nas limitações do presente estudo, a concentração de monômero fosforado/HEMA em um primer autocondicionante de um sistema adesivo experimental, mostrou ser um importante fator para os valores de resistência de união obtidos.

Agradecimentos

À CAPES/MEC pela concessão de bolsa.

À Esstech Inc por doação de reagentes.

Projeto financiado por FAPERGS , Programa Proade 3 Processo N. ° 0521064.

Referências

1. Nakabayashi N, Takarada K. Effect of HEMA on bonding to dentin. *Dent Mater* 1992;8:125-130.
2. Nakabayashi N, Kojima K, Masuhara E. The promotion of adhesion by the infiltration of monomers into tooth substrates. *J Biomed Mater Res* 1982;16:265-273.
3. Moszner N, Salz U, Zimmermann J. Chemical aspects of self-etching enamel-dentin adhesives: a systematic review. *Dent Mater* 2005;21:895-910.
4. Yoshida Y, Nagakane K, Fukuda R, Nakayama Y, Okazaki M, Shintani H, et al. Comparative study on adhesive performance of functional monomers. *J Dent Res* 2004;83:454-458.
5. 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.
6. Van Meerbeek B, Perdigao J, Lambrechts P, Vanherle G. The clinical performance of adhesives. *J Dent* 1998;26:1-20.
7. Mjor IA, Gordan VV. Failure, repair, refurbishing and longevity of restorations. *Oper Dent* 2002;27:528-534.
8. Mjor IA, Shen C, Eliasson ST, Richter S. Placement and replacement of restorations in general dental practice in Iceland. *Oper Dent* 2002;27:117-123.
9. 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.

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. 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.
12. 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.
13. Tay FR, Pashley DH. Have dentin adhesives become too hydrophilic? *J Can Dent Assoc* 2003;69:726-731.
14. Tanumiharja M, Burrow MF, Tyas MJ. Microtensile bond strengths of seven dentin adhesive systems. *Dent Mater* 2000;16:180-187.
15. Salz U, Zimmermann J, Zeuner F, Moszner N. Hydrolytic stability of self-etching adhesive systems. *J Adhes Dent* 2005;7:107-116.
16. 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.
17. Chigira H, Koike T, Hasegawa T, Itoh K, Wakumoto S, Hayakawa T. Effect of the self etching dentin primers on the bonding efficacy of a dentin adhesive. *Dent Mater J* 1989;8:86-92.
18. Inagaki A, Chigira H, Itoh K, Wakumoto S. Effects of self-etching primers on dentin. *Dent Mater* 1989;5:403-407.
19. Wang Y, Spencer P. Continuing etching of an all-in-one adhesive in wet dentin tubules. *J Dent Res* 2005;84:350-354.

20. Sano H, Shono T, Takatsu T, Hosoda H. Microporous dentin zone beneath resin-impregnated layer. Oper Dent 1994;19:59-64.

Tabela 3: Delineamento do estudo demonstrando a composição dos grupos experimentais e controle comercial utilizado.

Grupo	Monômero ácido - MPF (%)	HEMA (%)	H ₂ O (%)
EMa ⁰	0	70	30
EMa ¹⁵	15	65	30
EMa ³⁰	30	40	30
EMa ⁵⁰	50	20	30
EMa ⁷⁰	70	0	30
EMa ¹⁰⁰	100	0	0
CSEB (Controle comercial)	Composição (*): HEMA, MDP, Monômero dimetacrilatos, Fotoiniciador e Água		

Abreviaturas: HEMA: 2-hidroxietil metacrilato; MDP: 10-metacrilóiloxidecil dihidrogênio fosfato; CSEB: Clearfil SE Bond, MPF:.. monômero metacrilato fosforado metacrilóiloxipentil dihidrogênio fosfato (*)
Dados baseados nas informações do fabricante, composição em massa não divulgada.

Tabela 4: Materiais utilizados no presente estudo

Material	Composição	Fabricante	Lote
CSEB (Controle)_	HEMA, MDP,	Kuraray Medical	00330A
Clearfil SE Bond	Monômero dimetacrilatos, Fotoiniciador e Água	Inc. Sakazu, Kurashiki, Okayama, Japão	
AD-50 (Resina de cobertura hidrófoba ou bond de sistema adesivo)	Dimetacrilatos, monômeros hidrófilos e fotoiniciadores	Produto de Desenvolvimento CDC-Bio (FO/UFPel)	---
Compósito Restaurador Glacier cor A3		Southern Dental Industries, Bayswater, Australia	L040910

Tabela 5. Média ($\pm$ d.p.) em MPa do ensaios de resistência de união à microtração e pH à 25°C em função a da concentração de monômero fosforado nos *primers* utilizados

	Primers experimentais						Controle
	EMa ⁰	EMa ¹⁵	EMa ³⁰	EMa ⁵⁰	EMa ⁷⁰	EMa ¹⁰⁰	CSEB
Média	(*)	29,6 $\pm$ 7,4b	32,3 $\pm$ 12,0b	55,1 $\pm$ 12,8a	24,2 $\pm$ 10,2b	(*)	50,7 $\pm$ 9,8a
$\pm$ d.p.							
pH em							
25°	4,3	1,6	1,5	1,4	1,1	(**)	1,9

Médias seguidas por letras distintas indicam diferença estatisticamente significativa entre si ($p < 0,05$). (*) Nos Grupos EMa⁰ e EMa¹⁰⁰ todos os palitos demonstraram falhas prematuras, inviabilizando ensaio de microtração. (**) No grupos EMa¹⁰⁰ não foi possível realizar mensuração de pH devido as características químicas.

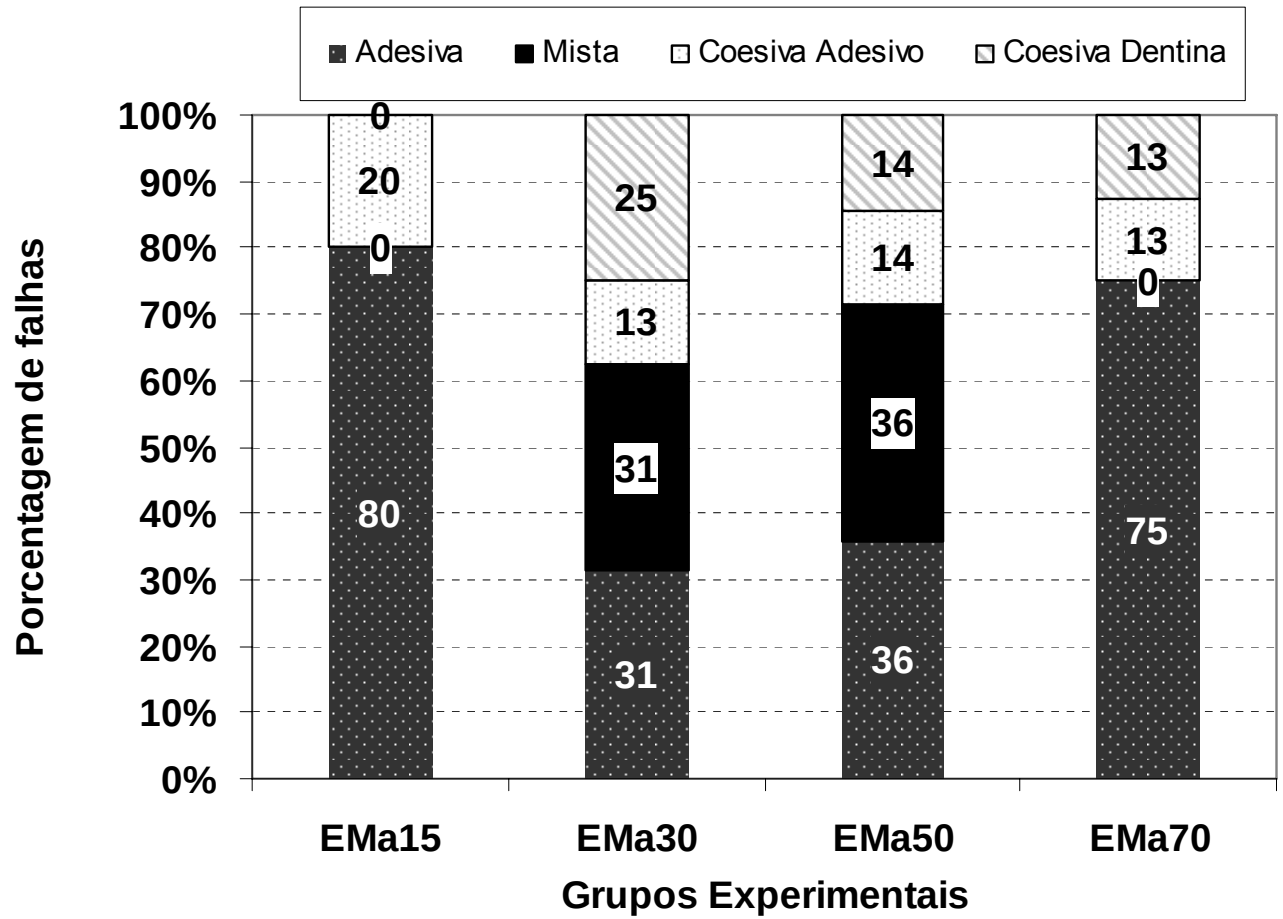


Figura 6. Ilustração representando a porcentagem de cada modo de fratura para os grupos experimentais.

Conclusões

De acordo com as limitações do presente estudo é possível concluir que:

- Utilizando a composição 50%MPF-20%HEMA-30%Água foi possível a obtenção de um *primer* experimental com valores de resistência de união à dentina satisfatório para o desenvolvimento sistema adesivo autocondicionante experimental.
- Para as formulações em que não houve a associação HEMA e MPF demonstraram-se inviáveis para utilização em *primers* de sistemas adesivos autocondicionantes.
- Tornam-se necessários estudos posteriores a respeito da longevidade e caracterização dos *primers* experimentais desenvolvidos.

Referências

CHIGIRA, H.; KOIKE, T.; HASEGAWA, T.; ITOH, K.; WAKUMOTO, S.; HAYAKAWA, T. Effect of the self etching dentin primers on the bonding efficacy of a dentin adhesive **Dent Mater J**, v.8, n.1, p.86-92, 1989.

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.

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.

INAGAKI, A.; CHIGIRA, H.; ITOH, K.; WAKUMOTO, S. Effects of self-etching primers on dentin **Dent Mater**, v.5, n.6, p.403-407, 1989.

MJOR, I. A.; GORDAN, V. V. Failure, repair, refurbishing and longevity of restorations **Oper Dent**, v.27, n.5, p.528-534, 2002.

MJOR, I. A.; SHEN, C.; ELIASSON, S. T.; RICHTER, S. Placement and replacement of restorations in general dental practice in Iceland **Oper Dent**, v.27, n.2, p.117-123, 2002.

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.

NAKABAYASHI, N.; KOJIMA, K.; MASUHARA, E. The promotion of adhesion by the infiltration of monomers into tooth substrates **J Biomed Mater Res**, v.16, n.3, p.265-273, 1982.

NAKABAYASHI, N.; TAKARADA, K. Effect of HEMA on bonding to dentin **Dent Mater**, v.8, n.2, p.125-130, 1992.

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.; PERDIGAO, J.; LAMBRECHTS, P.; VANHERLE, G. The clinical performance of adhesives **J Dent**, v.26, n.1, p.1-20, 1998.

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. Continuing etching of an all-in-one adhesive in wet dentin tubules **J Dent Res**, v.84, n.4, p.350-354, 2005.

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.

YOSHIDA, Y.; NAGAKANE, K.; FUKUDA, R.; NAKAYAMA, Y.; OKAZAKI, M.; SHINTANI, H.; INOUE, S.; TAGAWA, Y.; SUZUKI, K.; DE MUNCK, J.; VAN MEERBEEK, B. Comparative study on adhesive performance of functional monomers **J Dent Res**, v.83, n.6, p.454-458, 2004.