

**UNIVERSIDADE FEDERAL DE SANTA MARIA  
CENTRO DE CIÊNCIAS DA SAÚDE  
PROGRAMA DE PÓS GRADUAÇÃO EM CIÊNCIAS  
ODONTOLÓGICAS  
ASSOCIAÇÃO COM O PROGRAMA DE PÓS GRADUAÇÃO EM  
ODONTOLOGIA DA UNIVERSIDADE FEDERAL DO  
RIO GRANDE DO SUL**

**AVALIAÇÃO DA EVAPORAÇÃO DO SOLVENTE DE  
SISTEMAS ADESIVOS CONTEMPORÂNEOS**

**DISSERTAÇÃO DE MESTRADO**

**Stefanie Bressan Werle**

**Santa Maria, RS, Brasil**

**2012**

# **AVALIAÇÃO DA EVAPORAÇÃO DO SOLVENTE DE SISTEMAS ADESIVOS CONTEMPORÂNEOS**

**Stefanie Bressan Werle**

Dissertação apresentada ao Curso de Mestrado do Programa de Pós-Graduação em Ciências Odontológicas, Área de Concentração em Odontologia, ênfase em Odontopediatria, da Universidade Federal de Santa Maria (UFSM, RS), como requisito parcial para obtenção do grau de **Mestre em Ciências Odontológicas.**

**Orientadora: Prof<sup>a</sup> Dra Rachel de Oliveira Rocha**

**Santa Maria, RS, Brasil**

**2012**

**Universidade Federal de Santa Maria  
Centro de Ciências da Saúde  
Programa de Pós-Graduação em Ciências Odontológicas  
Associação com o Programa de Pós-Graduação em Odontologia da  
Universidade Federal do Rio Grande do Sul**

A Comissão Examinadora, abaixo assinada,  
aprova a Dissertação de Mestrado

**AVALIAÇÃO DA EVAPORAÇÃO DO SOLVENTE DE SISTEMAS  
ADESIVOS CONTEMPORÂNEOS**

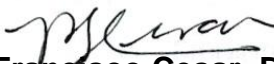
elaborada por  
**Stefanie Bressan Werle**

como requisito parcial para obtenção do grau de  
**Mestre em Ciências Odontológicas**

**COMISSÃO EXAMINADORA**



**Rachel de Oliveira Rocha, Dra.**  
(Presidente/Orientadora)



**Paulo Francisco Cesar, Dr. (USP)**



**Bruno Lopes da Silveira, Dr. (UFSM)**

Santa Maria, 09 de março de 2012.

**Dedico esta dissertação às duas pessoas mais especiais de minha vida, meus pais, Denise e José Auri, que abrem mão de seus sonhos para eu realizar os meus. Obrigada pelo estímulo a dar este grande passo, pelo amor, e por serem exatamente assim, como são.**

**Amo vocês!**

## AGRADECIMENTOS

Agradeço à **Deus**,

por permitir que eu chegasse até aqui, por ser capaz e ser feliz.

por estar trilhando a minha história, e, principalmente, pelos laços de admiração, inspiração, carinho e amizade que sempre estarão comigo, seja como for.

porque a vida que segue, e o que foi bonito, eu nunca vou esquecer...

Nunca vou esquecer a decisão de me inscrever no mestrado, junto com a minha orientadora da graduação (**UNIFRA**), **Patrícia Dotto**.

Nunca vou esquecer a minha nova, e então orientadora, **Rachel Rocha**, ligando para o meu celular em uma sexta-feira à tarde, me comunicando a aprovação na **UFSM**.

Nunca vou esquecer a felicidade da **minha família** comemorando comigo, e do incentivo que recebi dos meus pais, **Denise e José Auri**, do início ao fim.

Nunca vou esquecer o **Prof. Edilson Martins**, no palco da colação de grau, me dizendo para pensar na carreira acadêmica, sem saber que eu já estava aprovada na UFSM.

Nunca vou esquecer todos os **colegas do mestrado**, com suas primeiras impressões da “aluna da Unifra”, nem de como conquistei **amigos** na **sala 704**.

Nunca vou esquecer a imagem que eu tinha da **Tamara K. Tedesco**. Como ela sabia o que eram “palitos” ou “ampulhetas”? Seria ela uma gênia? E da que eu tenho agora, muito mais do que só uma aluna inteligente, uma **grande amiga**.

Nunca vou esquecer as tardes de terça-feira, pegando o ônibus pro Otão, no calor ou no frio de rachar, com a minha “dupla” **Héllen L. Oliveira**. E muito menos, o quanto **alunos do 2º semestre** podem aprender em apenas 1 semestre.

Nunca vou esquecer as eternas horas de pesagens de adesivos, com a **Patrícia Henke**. E o quanto um instrumento calibrado, preciso, é preciso.

Nunca vou esquecer as melhores aulas do mestrado, com a Prof. **Beatriz Unfer**, e o quanto eu esperava as manhãs das quartas-feiras para assisti-las.

Nunca vou esquecer as clínicas de Odontopediatria, e o quanto eu podia contar com os professores **Thiago Ardenghi, Martha Dutra e Juliana Praetzel**. Nem o quanto tudo parecia muito fácil para eles.

Nunca vou esquecer a gentileza e profissionalismo dos **colegas do Laboratório de Controle de Qualidade de Medicamentos da UNIFRA**, que permitiram a realização de parte da pesquisa com seus equipamentos.

Nunca vou esquecer o meu primeiro artigo publicado, junto com o **Prof. Fabrício Zanatta**, e o quanto ele me inspira à pesquisa e à docência.

Nunca vou esquecer a **Rachel Rocha**, me passando confiança antes da minha qualificação e discutindo os artigos no ensaio da apresentação. E, sobretudo, a minha pretensão de um dia passar essa mesma segurança aos meus alunos.

Nunca vou esquecer o apoio e paciência do meu namorado, **Gabriel Carlesso**, nas minhas crises existenciais. Nem da minha irmã, **Rafaela Werle**, que aturava o meu estresse nas vésperas de apresentações, e do meu irmão, **Laurence Werle**, que me permitiu realizar esse passo com maior tranquilidade.

Nunca vou esquecer os dias no **laboratório da pós-graduação**, nem as noites. Finais de semana restaurando, cortando e estourando os “palitos malditos”. Mas, muito menos as duplas dinâmicas que me faziam companhia, as cantorias animadas da **Maristela e Lisandra**, as risadas com a **Manuela e a Gisele**, e a sempre alegre convivência com o **Vinicius e a Aline**.

Nunca vou esquecer o **Fábio Zovico** tentando solucionar os problemas da EMIC, e tirando as minhas dúvidas em relação aos testes mecânicos.

Nunca vou esquecer a minha amiga e colega **Tatiana Militz**, e as nossas divagações sobre o futuro, quem sabe promissor, quiçá, Tati, daqui a pouco!

Nunca vou esquecer quando ganhei a tão esperada bolsa **CAPES**, que me proporcionou um alívio financeiro, bem como, emocional.

Nunca vou esquecer a **Jéssica**, sempre atenciosa para responder as minhas dúvidas. E como essa impressão não é só minha, mas de todos os alunos da pós-graduação.

Nunca vou esquecer algumas frases dos professores, e um dia, quem sabe, repasse aos meus alunos...

- Tenha foco. (**Rachel de Oliveira Rocha**)

- Não tem porque dar errado. (**Thiago Ardenghi**)

- Autoridade e liderança são coisas diferentes. (**André Mallmann**)

- Mestrado é dedicação. (**Carlos Heitor, Luiz Felipe Valandro**)

Nunca vou esquecer a oportunidade de ir para São Paulo, e os professores do **PROCAD** que tornaram isso possível, **Luiz Felipe Valandro, Rachel Rocha e Thiago Ardenghi**.

Nunca vou esquecer as **peças especiais, alunos, professores e funcionários do Departamento de Materiais Dentários da FOU SP** que eu tive o prazer de conhecer, e a receptividade e humanismo que eu encontrei lá.

Nunca vou esquecer que foi difícil, mas muito menos o quanto valeu a pena.

Nunca vou esquecer a gentileza e carinho do Prof. **Thiago Ardenghi** no domingo de um feriado solitário em São Paulo, e suas orientações para a futura carreira acadêmica.

Nunca vou esquecer a mensagem do **Prof. Paulo César** quando voltei para Santa Maria. Nem o gás que aquelas palavras me trouxeram para continuar trilhando o meu caminho.

Nunca esquecerei a **UFSM**, essa instituição que me proporcionou fazer um curso de pós-graduação. Nem os professores, **Roselaine Pozzobon, Luiz Felipe Valandro, Carlos Heitor Moreira e Thiago Ardenghi**, que coordenam o programa, e **os demais professores** que tornaram esse curso uma realidade em Santa Maria, e por isso, uma realidade para mim.

Nunca esquecerei a **Rachel Rocha**, que confiou em mim e me amparou incondicionalmente desde janeiro de 2010, até aqui. Minha orientadora de hoje, e sempre, já que levarei comigo, para onde eu for, tudo o que aprendi.

Muito obrigada a todos que viveram esses dois anos comigo.

Levo tudo e todos com muito carinho, dentro do meu coração.

Stefanie Bressan Werle

“Que, mesmo quando estivermos doendo,  
não percamos de vista, nem do sonho, a ideia da  
alegria.

Tomara que apesar dos apesares todos,  
a gente continue tendo valentia suficiente  
para não abrir mão de se sentir feliz.

**As coisas vão dar certo!**

**Vai ter amor,**

**vai ter fé,**

**vai ter paz!**

**Se não tiver,**

**a gente inventa!**

Certo, muitas ilusões dançaram.

Mas eu me recuso a descreer absolutamente de  
tudo,

eu faço força para manter algumas esperanças  
acesas, como velas.

**Que seja bom o que vier.”**

(Adaptação do texto de Caio Fernando Abreu)



## RESUMO

Dissertação de Mestrado  
Programa de Pós-Graduação em Ciências Odontológicas  
Universidade Federal de Santa Maria

### AVALIAÇÃO DA EVAPORAÇÃO DO SOLVENTE DE SISTEMAS ADESIVOS CONTEMPORÂNEOS

AUTORA: STEFANIE BRESSAN WERLE

ORIENTADORA: RACHEL DE OLIVEIRA ROCHA

Data e Local da Defesa: Santa Maria, 09 de março de 2012.

**Objetivos:** Avaliar o efeito de diferentes protocolos de aplicação de jato de ar no grau de evaporação do solvente (GE), resistência de união à dentina (RU) e grau de conversão (GC) de sistemas adesivos.

**Métodos:** Quatro sistemas adesivos de dois passos com condicionamento ácido prévio (Adper Single Bond 2, XP Bond, Prime & Bond 2.1 e Opti Bond Solo) e um autocondicionante de passo único (Adper Easy One) foram testados. O GE foi mensurado gravimetricamente (n=6) após a aplicação de jato de ar durante 3, 5, 10, 20, 30 e 60 segundos. A RU à dentina foi mensurada através do teste de microtração. Para isso, cinquenta molares humanos hígidos (n=5) tiveram o esmalte e dentina superficial removidos. Os sistemas adesivos foram aplicados de acordo com as instruções dos fabricantes na superfície dentinária e subsequentemente foi aplicado jato de ar durante o tempo proposto pelo fabricante (A) ou por tempo prolongado (B), o qual resultou em evaporação máxima nos tempos considerados na avaliação do GE. Após a confecção de blocos de resina composta e armazenamento em água à 37°C, por 24 horas, os espécimes foram seccionados em dois eixos a fim de obterem-se espécimes com área de secção transversal de aproximadamente 0,9 mm<sup>2</sup>. Os espécimes foram submetidos ao teste de microtração com velocidade de 1mm/min. O GC (n=3) foi analisado por espectroscopia de infravermelho transformada de Fourier (FTIR) considerando os tempos A e B. Os dados do GE foram submetidos à análise de variância de um fator e teste de Tukey. Os dados de RU e GC foram submetidos ao teste t de Student pareado. Todas as análises foram realizadas considerando o nível de significância de 5%.

**Resultados:** A aplicação de jato de ar por tempo prolongado (B) aumentou o GE para todos os materiais em comparação ao tempo proposto pelo fabricante. Contudo, maiores valores de RU foram obtidos somente para os sistemas XP Bond e Adper Easy One. O GC não foi afetado pelos tempos de aplicação de jato de ar avaliados. Não houve correlação significativa entre GC e RU.

**Conclusão:** A evaporação do solvente dos sistemas adesivos testados é modulada pelo tempo de aplicação de jato de ar. A influência do tempo de aplicação do jato de ar nos parâmetros testados parece ser material dependente. Mudanças no protocolo de aplicação jato de ar podem ser necessárias a fim de se obterem as melhores propriedades dos sistemas adesivos.

**Palavras-chave:** Solvente. Sistema adesivo. Resistência de união. Grau de conversão.

## ABSTRACT

Master Course Degree  
Post Graduate Program in Dental Science  
Federal University of Santa Maria

### ASSESSMENT OF SOLVENT EVAPORATION OF CONTEMPORARY ADHESIVES SYSTEM

AUTHOR: STEFANIE BRESSAN WERLE

ADVISER: RACHEL DE OLIVEIRA ROCHA

Defense Place and Date: Santa Maria, March 09<sup>th</sup>, 2012.

**Objectives:** The aim of this study was to evaluate the effect of air-drying time on degree of evaporation of solvent (DE), microtensile resin-dentin bond strength ( $\mu$ TBS) and degree of conversion (DC) of adhesive systems.

**Methods:** Four two-steps etch-and-rinse (Adper Single Bond 2, XP Bond, Prime & Bond 2.1 and Opti Bond Solo) and one one-step self-etch (Adper Easy One) were tested. The DE was measured gravimetrically (n=6) after 3, 5, 10, 20, 30 and 60 seconds by air-drying. For  $\mu$ TBS flat dentin surfaces were obtained from fifty caries-free extracted molars (n=5). The adhesive systems were applied to dentin surfaces according to the manufacturer's instructions and subsequently air-drying for the time proposed by manufacturer (A) or for prolonged time (B), corresponding to maximum DE in the times evaluated. A composite resin was used for coronal build-up. After 24h water storage at 37°C, the specimens were sectioned in x and y directions to obtain bonded sticks (0.9 mm<sup>2</sup>) which were immediately subjected to  $\mu$ TBS (1mm/min). The DC (n=3) was calculated by Fourier-transform infrared spectroscopy with attenuated total reflectance considering air-drying times A and B. The data of DE were statistically analyzed by ANOVA and Tukey's test,  $\mu$ TBS and DC were analyzed by T-Test ( $\alpha = 0.05$ ).

**Results:** The prolonged time (B) increased the DE for all materials compared to manufacturer's times, however improved  $\mu$ TBS only for XP Bond and Adper Easy One. DC was not affected by evaluated air-drying times. There was no significant correlation between DC and  $\mu$ TBS.

**Conclusion:** The evaporation of solvent from adhesive systems is affected by air-drying. The effect of air-drying time seems be material-dependent on parameters evaluated. Changes in protocols of use may be necessary to obtain better properties.

**Key-words:** Solvent. Adhesive system. Bond strength. Degree of conversion.

## SUMÁRIO

<b>INTRODUÇÃO</b> .....	12
<b>ARTIGO*- EFEITO DA EVAPORAÇÃO DO SOLVENTE NA RESISTÊNCIA DE UNIÃO À DENTINA E NO GRAU DE CONVERSÃO DE SISTEMAS ADESIVOS</b> .....	14
<b>Resumo</b> .....	17
<b>Introdução</b> .....	18
<b>Materiais e métodos</b> .....	20
Grau de evaporação .....	20
Resistência de união.....	21
Grau de conversão .....	23
Análise estatística.....	24
<b>Resultados</b> .....	25
<b>Discussão</b> .....	27
<b>Conclusão</b> .....	31
<b>Referências bibliográficas</b> .....	37
<b>CONCLUSÃO</b> .....	43
<b>REFERÊNCIAS</b> .....	44
<b>ANEXOS</b>	
<b>Anexo A – Carta de aprovação no Comitê de Ética em Pesquisa</b> .....	47
<b>Anexo B – Normas para a publicação na <i>Dental Materials</i></b> .....	48

\* Formatado de acordo com normas do periódico *Dental Materials*.

## INTRODUÇÃO

Desde a introdução do condicionamento ácido, outras grandes revoluções marcaram a pesquisa em sistemas adesivos, na tentativa de aperfeiçoar e aumentar a longevidade dos procedimentos clínicos. Dentre elas, os conceitos de camada híbrida (NAKABAYASHI; PASHLEY, 1982), de condicionamento ácido simultâneo em esmalte e dentina (FUSAYAMA, 1980), de adesão úmida (KANCA, 1992) e, mais recentemente, de sistemas autocondicionantes (VAN MEERBEEK et al., 2003), ganharam um suporte de evidências que respaldam o seu uso clínico. No entanto, os sistemas adesivos ainda falham em proporcionar união duradoura aos tecidos dentários, por inúmeras razões, desde aquelas relacionadas ao protocolo de aplicação como à degradação da união por diferentes mecanismos (FERRACANE, 2006; PASHLEY et al., 2011).

Recentes estudos apontam a presença de solvente residual como um fator potencializador da degradação da interface adesiva (PASHLEY et al., 2011; SILVA E SOUZA JR et al., 2010). Dessa forma, idealmente, após o solvente exercer sua função promotora na adesão, pela diminuição da viscosidade e por conceder caráter hidrofílico ao sistema adesivo (VAN LANDUYT et al., 2007), o mesmo deveria evaporar completamente, e ainda, carrear a umidade inerente à técnica de adesão úmida.

No entanto, isso não parece ocorrer, pois à medida que o processo de evaporação ocorre, e o solvente é perdido do sistema para o ambiente, a pressão de vapor do sistema diminui, e com isso, há um decréscimo progressivo na taxa de evaporação, o que justifica a presença de solvente residual (BAIL et al., 2011). Dessa forma, os fabricantes recomendam a aplicação de jato de ar, para potencializar a evaporação do solvente dos sistemas adesivos. No entanto, os tempos sugeridos parecem ser insuficientes (ITO et al., 2010) para produzir um grau de evaporação que permita a formação de um polímero resistente (IKEDA et al., 2005, IKEDA et al., 2006), altos graus de conversão (JACOBSEN; SÖDERHOLM, 1995; NUNES et al., 2006) e interfaces com altos valores de resistência de união

(GARCIA et al., 2009; HASHIMOTO et al., 2006; HASHIMOTO et al., 2010; KLEIN JR et al., 2008; SADR; SHIMADA; TAGAMI, 2007).

Em vista disso, acredita-se que mudanças no protocolo de aplicação de jato de ar, sejam por alterações no tempo (FURUSE; PEUTZFELDT; ASMUSSEN, 2008; GARCIA et al., 2009), na temperatura (KLEIN JR et al., 2008; REIS et al., 2010), na distância ou pressão (EL-ASKARY; VAN NOORT, 2011; SHINKAI; SUSUKI; KATOH, 2006), possam influenciar de forma significativa a evaporação do solvente, e, possivelmente, produzir materiais com melhores propriedades, que resultem em maior longevidade à união adesiva.

Sendo assim, o presente estudo tem como objetivo verificar o efeito de diferentes tempos de aplicação de jato de ar no grau de evaporação do solvente, na resistência de união à dentina e no grau de conversão.

**ARTIGO - EFEITO DA EVAPORAÇÃO DO SOLVENTE NA  
RESISTÊNCIA DE UNIÃO À DENTINA E NO GRAU DE CONVERSÃO  
DE SISTEMAS ADESIVOS**

Este artigo será submetido à publicação no periódico *Dental Materials*,  
*Elsevier*, ISSN 0109-5641.

## **Efeito da evaporação do solvente na resistência de união à dentina e no grau de conversão de sistemas adesivos**

Stefanie B Werle 1, Nivea G Froes 2, Fabio Z Soares 3, Paulo F Cesar 2,  
Rachel O Rocha 5

1 Programa de Pós Graduação em Ciências Odontológicas, Universidade Federal de Santa Maria, Santa Maria, Rio Grande do Sul, Brasil.

2 Departamento de Materiais Dentários, Faculdade de Odontologia da Universidade de São Paulo, São Paulo, São Paulo, Brasil.

3 Departamento de Odontologia Restauradora, Universidade Federal de Santa Maria, Santa Maria, Rio Grande do Sul, Brasil.

4 Departamento de Estomatologia, Universidade Federal de Santa Maria, Santa Maria, Rio Grande do Sul, Brasil.

### **Evaporação dos solventes de sistemas adesivos**

Correspondência:

Stefanie Bressan Werle

Rua Silva Jardim 1970, apto 403, Santa Maria, RS.

Telefone: 0xx55 3026-5966

e-mail: [stewerle@hotmail.com](mailto:stewerle@hotmail.com)



## Resumo

**Objetivos:** Avaliar o efeito da aplicação de jato de ar no grau de evaporação do solvente (GE), resistência de união à dentina (RU) e grau de conversão (GC) de sistemas adesivos.

**Métodos:** Os sistemas adesivos Adper Single Bond 2, XP Bond, Prime & Bond 2.1, Opti Bond Solo e Adper Easy One foram testados. O GE foi mensurado gravimetricamente após a aplicação de jato de ar durante 3, 5, 10, 20, 30 e 60 segundos. Para a RU, os sistemas adesivos foram aplicados em superfícies dentinárias e subsequentemente foi aplicado jato de ar pelo tempo do fabricante (A) ou por tempo prolongado (B), baseado nos valores do GE. Os espécimes foram submetidos ao teste de microtração. O GC foi analisado por espectroscopia de infravermelho transformada de Fourier (*FTIR*) considerando os tempos A e B. Os dados do GE foram submetidos à análise de variância de um fator e teste de Tukey. Os dados de RU e GC foram submetidos ao teste t de Student ( $\alpha=0,05$ ).

**Resultados:** A aplicação de jato de ar pelo tempo B aumentou o GE para todos os materiais em comparação ao tempo A. Valores de RU significativamente maiores foram obtidos para os sistemas XP Bond e Adper Easy One no tempo B. O GC não foi afetado pelos tempos avaliados. Não houve correlação significativa entre GC e RU.

**Significância:** A influência do tempo de aplicação de jato de ar nos parâmetros testados parece ser material dependente. Mudanças no protocolo de aplicação jato de ar podem ser necessárias a fim de se obter melhores propriedades dos sistemas adesivos.

**Palavras-chave:** Sistema adesivo, resistência de união, grau de conversão, solvente.

## Introdução

Os solventes, como componente dos sistemas adesivos contemporâneos, têm como principal função promover a adesão. Sua habilidade em propiciar a infiltração dos monômeros hidrofílicos e hidrofóbicos no substrato dentinário [1,2,3] e a capacidade de carrear a umidade inerente à técnica da adesão úmida, o torna indispensável nas diversas formulações de sistemas adesivos. Contudo, a presença de solvente residual interfere no processo de polimerização [4,5,6,7], podendo levar ao aumento da nanoinfiltração [6,8,9,10] e da sorção de água [11] e redução da resistência mecânica [12,13] e de união à dentina [14,15,16,17]. Assim, a longevidade da interface está diretamente vinculada a esse componente [10,18,19].

Dessa forma, a presença de solvente residual no protocolo adesivo é um problema crítico [8,19], visto que sua completa eliminação, por evaporação em temperatura ambiente, é difícil de ser obtida [20,21,22]. Isso porque, o processo de volatilização é modulado especialmente pela pressão de vapor do solvente, e, uma vez que a quantidade de solvente é reduzida no decorrer do processo, a pressão de vapor de toda a mistura (umidade do substrato, solvente, monômeros, iniciadores e inibidores) diminui, e a taxa de evaporação, também [22]. Assim, parece que sempre haverá a permanência de solvente residual na interface adesiva [20,21].

Por isso, a aplicação de jato de ar é o método proposto pelos fabricantes com o objetivo de potencializar a evaporação do solvente [7,9,13,20,22]. No

entanto, o tempo comumente especificado pelos fabricantes parece ser insuficiente para se conseguir determinado grau de evaporação que promova ótimas propriedades mecânicas ao material [14,21]. Recentes estudos avaliaram o efeito do solvente residual no grau de conversão do sistema adesivo e na resistência de união obtida, propondo métodos como aplicação de jato de ar aquecido [9,10] ou mesmo a remoção total do solvente do material [5], propostas ainda distantes do protocolo indicado pelos fabricantes, e da realidade clínica.

Assim, o objetivo do presente estudo foi avaliar o efeito do tempo de aplicação de jato de ar no grau de evaporação de solvente, na resistência de união e no grau de conversão de diferentes sistemas adesivos. As hipóteses nulas testadas foram a de que o tempo prolongado de aplicação de jato de ar não afeta 1) o grau de evaporação do solvente, 2) a resistência de união à dentina nem 3) o grau de conversão do sistema adesivo.

## **Materiais e métodos**

Os cinco sistemas adesivos avaliados neste estudo têm sua classificação, composição e protocolo de uso, de acordo com as informações fornecidas pelos respectivos fabricantes, mostrados na Tabela 1. A influência do jato de ar no grau de evaporação do solvente (GE%) dos sistemas adesivos foi avaliada, indiretamente, pelo método gravimétrico, indicativo da perda de massa [7]. A resistência de união à dentina (RU) foi mensurada pelo teste de microtração ( $\mu$ TBS – *microtensile bond strength*) e o grau de conversão (GC%) por meio de espectroscopia de infravermelho transformada por Fourier (*FTIR*).

### Grau de Evaporação (GE%)

Em uma lâmina de vidro previamente pesada, com dimensões 50 x 90 mm, 20 $\mu$ l de cada sistema adesivo foram dispensados com o auxílio de uma micropipeta (Kacil Indústria e Comércio Ltda, Recife, PE, Brasil) e imediatamente submetidos à avaliação em balança digital (Bosch SAE 200, Bosch, Jungingen, BW, Alemanha) com precisão de 0,0001g. Após o registro de massa inicial (mi), foi realizada a aplicação de jato de ar à temperatura ambiente, a uma distância de 20 cm, pelos tempos de 3, 5, 10, 20, 30, ou 60 segundos em ambiente externo à balança. Imediatamente após, o conjunto

lâmina de vidro/sistema adesivo foi recolocado na balança e foi registrado o valor de perda de massa (mf).

Todas as mensurações (n=6) foram realizadas com a balança mantida fechada e protegida da luz, com temperatura ambiente entre 20°C-25°C e umidade relativa do ar de aproximadamente 50%.

O GE% foi considerado em relação ao tempo decorrido pela seguinte equação:  $(m_i - m_f / m_i) \times 100$ .

#### Resistência de união (RU)

Após aprovação pelo Comitê de Ética da Instituição (0036.0.243.000-11), cinquenta molares humanos hígidos foram selecionados para o estudo (Banco de Dentes Humanos – UFSM).

Superfícies dentinárias planas foram obtidas pelo seccionamento transversal dos dentes, com disco diamantado em baixa rotação e sob irrigação constante, em máquina de cortes (Labcut 1010, Extec Co., Enfield, CT, EUA). As superfícies dentinárias foram abrasionadas manualmente em lixa de carbetto de silício de número 600 por 60 segundos para formação de camada de lama dentinária padronizada.

Os dentes foram então aleatoriamente divididos em 10 grupos (n=5) de acordo com o sistema adesivo e o tempo de aplicação de jato de ar.

Os sistemas adesivos foram utilizados segundo as instruções dos fabricantes (protocolo convencional) ou com alteração do tempo de aplicação

do jato de ar (protocolo jato de ar prolongado – 30 segundos para o sistema Prime & Bond 2.1 e 20 segundos para os demais). Para o sistema Prime & Bond 2.1, assumiu-se arbitrariamente o tempo de 3 segundos de aplicação de jato de ar no protocolo convencional, dado que o tempo exato do procedimento não é informado pelo fabricante. A aplicação do jato de ar foi realizada à 20 cm de distância da superfície dentinária, com pressão padronizada, e assim como os demais procedimentos, foi executada por um único operador.

Seguidamente ao protocolo adesivo, blocos de resina composta (Filtek Z100, 3M ESPE, St. Paul, MN, EUA) foram construídos com cerca de 4 incrementos de aproximadamente 2 mm cada, fotoativados individualmente (Emmiter C, Schuster, Santa Maria, RS, Brasil) por 40 segundos. Após armazenamento em água (37°C por 24 horas), os dentes foram seccionados longitudinalmente com disco diamantado em máquina de cortes (Isomet 1000, Buehler, Lake Bluff, IL, EUA), em dois eixos, a fim de obterem-se espécimes (palitos) com área de secção transversal de aproximadamente 0.9 mm<sup>2</sup>.

Os espécimes foram fixados com cola à base de cianoacrilato (Pegamil, Anaeróbicos Brasil, São José, SC, Brasil) em dispositivos metálicos (ODMT03d, Odeme Biotechnology, Joaçaba, SC, Brasil) e submetidos ao ensaio de microtração em máquina de ensaios universal (EMIC 2000, Emic Equipamentos e Sistemas de Ensaios Ltda, São José dos Pinhais, PR, Brasil) com velocidade de 1mm/min. O valor de ruptura obtido em Newton foi dividido pela área seccional do espécime e expresso em MPa.

Após o ensaio, os espécimes foram avaliados em estereomicroscópio (Discovery.V12, Carl Zeiss, Goettingen, Germany) com aumento de 150x e classificadas em coesiva (dentina ou resina), adesiva (interface) ou mista.

Os dentes foram considerados como unidade experimental e para cada um, foram testados, em média, 7 espécimes. Os espécimes que falharam antes da realização do ensaio de microtração foram considerados como falhas prematuras (*pretesting failures – PTF*), às quais foi atribuído o valor arbitrário de 4 MPa.

#### Grau de Conversão (GC%)

Uma gota de 20  $\mu\text{l}$  de cada sistema adesiva foi dispensada sobre uma lâmina de acetato e submetida à aplicação de jato de ar conforme o protocolo convencional ou protocolo prolongado de jato de ar. Imediatamente após, uma porção do material foi depositada sobre o cristal de ZnSe e submetida a avaliação do GC, antes e após a fotoativação, por espectroscopia FTIR (Vertex 70, Bruker Optics, Ettlingen, Alemanha), com faixas de trabalho em MIR (*Medium Infrared*) associado a um dispositivo ATR (*Attenuated Total Reflection*) (Miracle, Pike Technologies, Madison, WI, EUA).

A faixa espectral de 600 a 4000  $\text{cm}^{-1}$  foi analisada com 32 varreduras e resolução de 4  $\text{cm}^{-1}$ . A porcentagem de ligações duplas de carbono não reagidas (%C=C) foi determinada pela razão entre a intensidade de absorções alifáticas C=C (1638  $\text{cm}^{-1}$ ) e aromáticas (1608  $\text{cm}^{-1}$ ) antes e após a fotoativação das amostras. O grau de conversão foi determinado pela

subtração da porcentagem residual de ligações alifáticas de 100%. Três espécimes foram avaliados para cada sistema adesivo e condição experimental (protocolo de aplicação do jato de ar).

#### Análise estatística

Os dados do GE% foram submetidos à análise de variância de um fator (tempo de aplicação de jato de ar) e as diferenças entre os tempos foram determinadas utilizando o teste de Tukey. Os valores de RU (MPa) e GC% foram submetidos ao teste  $t$  de *Student*, considerando, para cada sistema adesivo, os dois protocolos de aplicação de jato de ar. A correlação entre valores de RU e GC% foi calculada utilizando o coeficiente de correlação de Spearman. Todas as análises foram realizadas com nível de significância de 5%.



## Resultados

### Grau de Evaporação (GE%)

As médias do GE% são mostradas na Tabela 2. A aplicação de jato de ar durante 20 segundos produziu aumento significativo de GE% comparado aos tempos sugeridos pelos fabricantes para todos os sistemas adesivos avaliados, exceto para o sistema acetinado Prime&Bond 2.1, o qual obteve essa relação como tempo de 30 segundos de aplicação de jato de ar. O tempo de 30 segundos para esse material e 20 segundos para os demais, obteve GE% similar ao tempo de 60 segundos.

### Resistência de União (RU)

A Tabela 3 apresenta as médias da resistência de união em Mpa para os sistemas adesivos testados. Embora pareça existir uma tendência de que a aplicação de jato de ar por tempo prolongado aumenta os valores de RU, somente para os sistemas XP Bond e Adper Easy One foram encontradas diferenças significativas entre os protocolos de aplicação de jato de ar. *PTF* ocorreram somente com espécimes dos grupos Prime & Bond 2.1 e Adper Easy One e em maiores percentuais no protocolo convencional comparado ao

protocolo de tempo prolongado. O modo de falha mista foi predominante para todos os sistemas adesivos nas duas condições testadas.

#### Grau de Conversão (GC%)

A Tabela 4 apresenta os valores do grau de conversão dos sistemas adesivos avaliados. O grau de conversão não foi afetado pelo tempo de aplicação de jato de ar. Não foi encontrada correlação significativa entre GC% e RU.

## Discussão

Os resultados do presente estudo apontam claramente para o fato de que a aplicação de jato de ar nos tempos indicados pelos fabricantes (3 ou 5 segundos) promove menor evaporação do solvente comparada àquela decorrente no tempo prolongado, considerado 20 segundos para os sistemas adesivos à base de água, etanol ou butanol-t e 30 segundos para o sistema acetinado. Dessa forma, esses tempos foram considerados como protocolo prolongado nas avaliações de RU e GC, uma vez que tempo superior (60 segundos) parece não ser necessário, dado que o grau de evaporação obtido foi similar aquele conseguido em 20 ou 30 segundos, o que representa uma economia de tempo clínico.

O protocolo prolongado de aplicação de jato de ar aumentou significativamente a RU dos sistemas Adper Easy One e XP Bond. Assim, a primeira hipótese nula foi parcialmente aceita, uma vez que para os demais sistemas avaliados o aumento do tempo de aplicação de jato de ar não influenciou de forma significativa os valores de RU. Isso evidencia que, alterações no protocolo de aplicação dos sistemas adesivos são material-dependentes, em razão das diferenças na composição e estratégia de uso de cada sistema [7,9,21,23,24].

Os sistemas autocondicionantes, em especial os de passo único, parecem ser mais sensíveis ao protocolo de aplicação de jato de ar. Uma vez que a presença de alta concentração de água em suas composições, justificada a fim de permitir a ionização dos monômeros ácidos, exige maior

tempo de aplicação de jatos de ar para favorecer a máxima eliminação do solvente [2,3]. Contudo, a duração [13,14,15,16,20,25], pressão [17,24,26], distância [17] e temperatura [16] do jato de ar ainda não estão objetivamente definidos, mesmo porque, as instruções dos fabricantes não são claras em relação a isso.

Os valores de RU obtidos para o sistema Adper Easy One utilizado conforme as recomendações do fabricante foram extremamente baixos comparados aos valores comumente relatados para sistemas adesivos de condicionamento prévio [5,6,27] e mesmo para autocondicionantes [16,17,27]. No entanto, aumento significativo foi obtido quando da aplicação do jato de ar por tempo prolongado, resultado possivelmente relacionado ao maior grau de evaporação do solvente [7,13,16,20] e à conseqüente formação de uma interface adesiva com menos defeitos [6,14,17,26]. Ainda, o melhor comportamento do material quando do aumento do tempo de aplicação de jato de ar pode ter uma relação simplesmente temporal, ou seja, permitindo maior tempo para a difusão e conseqüente interação dos monômeros ácidos com o substrato [3]. Ademais, a redução do número de falhas prematuras nesse grupo parece sustentar a hipótese de que, o aumento da evaporação do solvente pela aplicação prolongada de jato de ar, resultou em interfaces adesivas mais resistentes.

O tempo aumentado de aplicação do jato de ar também melhorou o desempenho do sistema XP Bond, o que parece estar de acordo com resultados anteriores [8,9,10,28] que justificam alterações no protocolo de aplicação do jato de ar para sistemas de condicionamento ácido prévio a fim

de otimizar a evaporação do solvente e assim, favorecer a formação de interfaces adesivas mecanicamente mais resistentes e menos suscetíveis a degradação [1,9,10,18,19,23,29].

Embora exista a preocupação em relação à formação de camadas de adesivo extremamente delgadas, decorrentes da aplicação de jato de ar por tempos prolongados ou pelo aumento da pressão [16,17,25], isto parece não ocorrer no presente estudo, dado que, a interação dos sistemas adesivos testados com o substrato dentinário não foi negativamente influenciada pelo aumento do tempo de aplicação do jato de ar [14]. É evidente, portanto, a necessidade de cautela na comparação dos resultados dos estudos que avaliam o efeito do jato de ar. Pois os diferentes parâmetros considerados em cada estudo (tempo, pressão, distância e temperatura) e os diferentes sistemas adesivos avaliados, podem, assim como no presente estudo, se comportar de maneira distinta frente a protocolos idênticos [5,7,9,16,17,21,25].

Apesar de existirem evidências de que a maior evaporação do solvente está associada a maiores graus de conversão [4,6,7,30,31], e com maior resistência adesiva [8,10,15,16], no presente estudo essa correlação (GC x RU) não foi observada. O grau de conversão dos sistemas adesivos testados não foi influenciado pelo tempo de aplicação do jato de ar, que indiretamente corresponderia a maior evaporação do solvente, resultado parcialmente concordante com estudos anteriores [5,6,32], no qual o GC de sistemas convencionais não aumentou, mesmo com a remoção total do solvente. De forma similar, o tempo de aplicação do jato de ar utilizado neste estudo parece não ser suficientemente longo para promover alterações negativas no GC em

decorrência da inibição pelo oxigênio [33] ou diminuição da viscosidade [11,34]. Vale salientar que o tempo de 20 segundos, além de ser capaz de promover evaporação satisfatória do solvente, é perfeitamente aceitável clinicamente.

É preciso considerar, no entanto, que estudos longitudinais são necessários a fim de suportar a possível influência positiva de tempos prolongados de aplicação de jatos de ar na longevidade da união propiciada pelos sistemas adesivos, visto que no presente estudo esse não foi um achado comum a todos os sistemas avaliados. Ademais, o efeito da maior evaporação dos solventes na durabilidade da interface adesiva parece ser a informação de maior impacto clínico, e pode ser obtida somente com estudos de longa duração.

## **Conclusão**

Com base nos valores de RU verificados no presente estudo, pode-se concluir que os sistemas Adper Easy One e XP Bond são sensíveis à alteração do tempo de aplicação de jato de ar e podem ter seus protocolos de uso modificados. O tempo necessário para a evaporação do solvente, correspondente a um melhor desempenho, parece ser material-dependente, não podendo ser considerado único ou impreciso.

## **Agradecimentos**

Esse estudo foi parcialmente suportado pelas instituições CAPES e PROCAD. As empresas Denstsply e 3M ESPE fizeram a doação de parte dos materiais dos respectivos fabricantes utilizados.



Tabela 1. Classificação, composição química e protocolo de uso dos sistemas adesivos testados.

Material (fabricante) Número do Lote	Composição	Protocolo de uso
<b>Sistemas adesivos com condicionamento ácido prévio de dois passos</b>		
Adper Single Bond 2 (3M ESPE, St. Paul, MN, EUA) N169797BR	Bis-GMA, silano tratado com filler de sílica, 2- HEMA, glicerol 1, 3 dimetacrilato, copolímero de ácido acrílico e ácido itaconico e diuretano dimetacrilato, água (<5%) e etanol (25-35%).	1. Condicionamento ácido por 15s, seguido de enxágue por 30s. 2. Aplicar duas camadas consecutivas agitando gentilmente por 15s. Secar gentilmente por 5s. 3. Fotoativar por 10s.
Prime & Bond 2.1 (Dentsply De Trey, Konstanz, Alemanha) L539734D	Resinas dimetacrilatos elastoméricas, PENTA, fotoiniciadores, estabilizadores, hidrofluoreto de cetilamina e acetona (74-81%).	1. Condicionamento ácido por 15s, seguido de enxágue por 30s. 2. Aplicar por 20s. Breve jato de ar. 3. Fotoativar por 10s.
Opti Bond Solo (Kerr, Orange, CA, EUA) 3648795	BIS-GMA, GPDM, GDM, HEMA, sílica, silicato de hexaflúor de bário e sódio, etanol (15-25%)	1. Condicionamento ácido por 15s, seguido de enxágue por 30s. 2. Pincelar levemente por 15s. Secar a ar por 3s. 3. Fotoativar por 20s.
XP Bond (Dentsply De Trey, Konstanz, Alemanha) 1011000650	Resina TCB, PENTA, UDMA, TEGDMA, HEMA, estabilizadores, etil-4- dimetil amino benzoato, CQ, sílica amorfa funcionalizada e t-butanol (24,5%).	1. Condicionador ácido por 15s, seguido de enxágue por 30s. 2. Molhar uniformemente a superfície, sem excessos. Repousar por 20s. Evaporar o solvente com ar por pelo menos 5s. 3. Fotoativar por pelo menos 10s.
<b>Sistema autocondicionante de um passo</b>		
Adper Easy One (3M ESPE, St. Paul, MN EUA) 344579	HEMA, Bis-GMA, ácido fosfórico-6-metacriloxi- hexilésteres, sílica, dimetacrilato 1,6 hexanodiol, copolímero de acrílico e ácido itaconico, metacrilato de dimetilaminoetilo, CQ, difênil (2,4,6-trimetilbenzoi) -óxido de fosfina, água (10- 15%) e etanol(10-15%).	1. Aplicar o adesivo durante 20s. Aplicar leve jato de ar por 5s. 2. Fotoativa por 10s.
Abreviações: BIS-GMA = metacrilato de bisfenol diglicidil; HEMA = metacrilato de 2-hidroxieta; PENTA = Resina acrílica fosfatada modificada; CQ = Canforoquinona; GPDM = dimetacrilato de glicerol fosfato; GDM = Dimetacrilato de glicerol; TEGDMA = dimetacrilato de trietilenoglicol; UDMA = dimetacrilato de uretano.		

Tabela 2. Grau de evaporação (GE%) - média (desvio-padrão) dos sistemas adesivos em relação aos tempos de aplicação de jato de ar.

Material	Tempo de aplicação de jato de ar					
	3s	5s	10s	20s	30s	60s
Adper Single Bond 2	5,9 <sup>a</sup> (0,4)	6,9 <sup>a</sup> (1,0)	7,4 <sup>a</sup> (1,0)	12,4 <sup>b,c</sup> (1,4)	11,6 <sup>b</sup> (1,8)	14,3 <sup>c</sup> (1,6)
XP Bond	12,5 <sup>a</sup> (1,6)	13,9 <sup>a</sup> (0,8)	17,7 <sup>b</sup> (0,9)	17,4 <sup>b</sup> (1,3)	21,3 <sup>c</sup> (0,5)	17,5 <sup>b</sup> (2,5)
Prime & Bond 2.1	64,8 <sup>a</sup> (2,1)	68,7 <sup>a,b</sup> (2,9)	68,2 <sup>a,b</sup> (1,3)	68,2 <sup>a,b</sup> (1,5)	71,4 <sup>b,c</sup> (5,0)	75,9 <sup>c</sup> (0,6)
Opti Bond Solo	2,9 <sup>a</sup> (1,2)	4,0 <sup>a,b</sup> (0,4)	4,6 <sup>b,c</sup> (0,4)	5,9 <sup>c</sup> (0,7)	5,8 <sup>c</sup> (0,8)	5,8 <sup>c</sup> (1,0)
Adper Easy One	2,8 <sup>a</sup> (0,4)	2,9 <sup>a</sup> (0,5)	4,6 <sup>a,b</sup> (0,6)	5,6 <sup>b,c</sup> (1,1)	6,4 <sup>b,c</sup> (1,4)	7,2 <sup>c</sup> (2,3)

Letras diferentes representam diferenças estatísticas significantes ( $p < 0.05$ ) na comparação entre colunas (sistema adesivo x tempo de aplicação de jato de ar).

Tabela 3. Resistência de união (RU) para os sistemas adesivos em relação aos protocolos de aplicação de jato de ar.

Material	Protocolo de aplicação de jato de ar		p-valor*
	Convencional	Prolongado	
Adper Single Bond 2	48,27 (10,67) (133/43/0)	39,85 (4,47) (125/42/0)	0,164
XP Bond	47,61 (3,67) (127/41/0)	56,42 (5,72) (137/43/0)	0,027*
Prime & Bond 2.1	25,58 (8,61) (84/28/14)	35,75 (11,64) (94/32/6)	0,283
Opti Bond	52,39 (8,10) (122/39/0)	49,22 (5,04) (111/37/0)	0,486
Adper Easy One	11,28 (5,16) (63/23/33)	23,56 (7,74) (83/27/16)	0,022*

Valores representam média (desvio-padrão) em MPa.  
(Número de espécimes obtidos/testados/PTF)  
\* Diferença estatisticamente significativa na comparação do protocolo de aplicação de jato de ar (p<0.05).

Tabela 4. Grau de conversão (GC%) dos sistemas adesivos de acordo com o protocolo de aplicação de jato de ar.

Material	Protocolo de aplicação de jato de ar		p-valor
	Convencional	Prolongado	
Adper Single Bond 2	59,59 (6,51)	60,48 (1,99)	0,842
XP Bond	43,38 (5,99)	39,80 (8,48)	0,593
Prime & Bond 2.1	68,06 (2,08)	54,72 (5,48)	0,059
Opti Bond Solo	61,95 (4,15)	71,26 (3,16)	0,054
Adper Easy One	51,27 (4,24)	62,15 (5,60)	0,075

Valores representam média % (desvio-padrão).

## REFERÊNCIAS

1. Wang Y, Spencer P, Yao X, Brenda B. Effect of solvent content on resin hybridization in wet dentin bonding. *J Biomed Mater*, 2007;82:975-983.
2. Van Landuyt KL, Snauwaert J, De Munck J, Peumans M, Yoshida Y, Poitevin A, et al. Systematic review of the chemical composition of contemporary dental adhesives. *Biomaterials*, 2007;28:3757-3785.
3. Silva e Souza Jr MH, Carneiro KGK, Lobato MF, Silva e Souza PAR, Goes MF. Adhesive systems: important aspects related to their composition and clinical use. *J Appl Oral Sci*, 2010;18:207-214.
4. Jacobsen T, Söderholm KJ. Some effects of water on dentin bonding. *Dent Mater*, 1995;11:132-136.
5. Loguercio AD, Loeblein F, Cherobin T, Ogliari F, Piva E, Reis A. Effect of solvent removal on adhesive properties of simplified etch-and-rinse system and on bond strengths to dry and wet dentin. *J Adhes Dent*, 2009;11:213-219.
6. Ferreira SQ, Costa TRF, Klein-Jr CA, Accorinte MLR, Meier MM, Loguercio AD, et al. Improvement of exposure times: effects on the adhesive properties and resin-dentin Bond strengths of etch-and-rinse adhesives. *J Adhes Dent*, 2011;13:235-241.

7. Bail M, Malacarne-Zanon J, Silva SMA, Anauate-Netto A, Nascimento FD, Amore R, et al. Effect of air-drying on the solvent evaporation, degree of conversion and water sorption/solubility of dental adhesive models. *J Mater Sci*, 2011.
8. Hashimoto M, Tay FR, Svizero NR, Gee AJ, Feilzer AJ, Sano H, et al. The effect of common errors on sealing ability of total-etch adhesives. *Dent Mater*, 2006;22:560-568.
9. Klein-Jr CA, Zander-Grande C, Amaral R, Stanislawczuk R, Garcia EJ, Baumhardt-Neto R, et al. Evaporating solvents with a warm stream: Effects on adhesive layer properties and resin-dentin bond strengths. *J Dent*, 2008;36:618-625.
10. Reis A, Klein-Jr CA, Souza FHC, Stanislawczuc R, Loguercio AD. The use of warm stream for solvent evaporation: effects on the durability of resin-dentin bonds. *Oper Dent*, 2010;35:29-36.
11. Malacarne-Zanon J, Pashley DH, Agee KA, Foulger S, Alves MC, Breschi L, et al. Effects of ethanol addition on the water sorption/solubility and percent conversion of comonomers in model dental adhesives. *Dent Mater*, 2009;25:1275-1284.

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. Ikeda T, De Munck J, Shirai K, Hikita K, Inoue S, Sano H, et al. Effect of air-drying and solvent evaporation on the strength of HEMA-rich versus HEMA-free one-step adhesives. *Dent Mater*, 2008;24:1316-1323.
14. Jacobsen T, Finger WJ, Kenehira M. Air-drying time of self-etching adhesives vs bonding efficacy. *J Adhes Dent*, 2006;8:387-392.
15. Sadr A, Shimada Y, Tagami J. Effects of solvent drying time on micro-shear Bond strength and mechanical properties of two self-etching adhesive systems. *Dent Mater*, 2007;23:1114-1119.
16. Garcia FCP, Almeida JCF, Osorio R, Carvalho RM, Toledano M. Influence of drying time and temperature on Bond strength of contemporary adhesive to dentine. *J Dent*, 2009;37:315-320.
17. El-Askary FS, Van Noort R. Effect of air-drying pressure and distance on microtensile bond strength of self-etching adhesive. *J Adhes Dent*, 2011;13:147-153.

18. Ferracane JL. Higrscopic and hydrolytic effects in dental polymer networks. *Dent Mater*, 2006;22:211-222.
19. Pashley DH, Tay FR, Breschi L, Tjäderhane L, Carvalho RM, Carrilho M, et al. State of the art etch-and-rinse adhesives. *Dent Mater*, 2011;27:1-16.
20. Hashimoto M, Nagano F, Endo K, Ohno H. Measurements of volatile compound contents in resins using a moisture analyser. *Eur J Oral Sci*, 2010;118:94-99.
21. Ito S, Hoshino T, Iijima M, Tsukamoto N, Pashley DH, Saito T. Water sorption/solubility of self-etching dentin bond agents. *Dent Mater*, 2010;26:617-626.
22. Garcia FP, Wang L, Pereira LCG, Andrade e Silva SM, Júnior LM, Carrilho MRO. Influences of surface and solvent on retention of HEMA/mixture components after evaporation. *J Dent*, 2010;38:44-49.
23. Yiu CKY, 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(34):6863-6872.
24. Shinkai K, Susuki S, Katoh Y. Effect of air-blowing variables on bond strength of all-in-one adhesive to bonive dentin. *Dent Mater J*, 2006;25:664-668.



25. Furuse AY, Peutzfeldt A, Asmussen E. Effect of evaporation of solvents from one-step, self-etching adhesives. *J Adhes Dent*, 2008;10:35-39.
26. Spreafico D, Semeraro S, Mezzanzanica D, Re D, Gagliani M, Tanaka T, et al. The effect of the air-blowing step on the technique sensitivity of four different adhesive systems. *J Dent*, 2006;34:237-244.
27. Margvelashvili M, Goracci C, Beloica M, Papacchini F, Ferrari M. In vitro evaluation of bonding effectiveness to dentin of all-in-one adhesives. *J Dent*, 2010;38:106-112.
28. Cardoso PC, Loguercio AD, Vieira LCC, Baratieri LN, Reis A. Effect of prolonged application times on resin-dentin bond strengths. *J Adhes Dent*, 2005;7:143-149.
29. Gregoire GL, Akon BA, Millas A. Interfacial micromorphological differences in hybrid layer formation between water-and solvent-based dentin bond systems. *J Prosthet Dent*, 2002;87:633-41.
30. Dickens SH, Cho BH. Interpretation of bond failure through conversion and residual solvent measurements and Weibull analyses of flexural and microtensile bond strengths of bonding agents. *Dent Mater*, 2005;21:354-364.

31. Nunes TG, Garcia FCP, Osorio R, Carvalho R, Toledano M.  
Polymerization efficacy of simplified adhesive systems studied by NMR and MRI techniques. *Dent Mater*, 2006;22:963-972.
  
32. Giannini M, Arrais CAG, Vermelho PM, Reis RS, Santos LPS, Leite ER.  
Effects of the solvent technique on the degree of conversion of one-bottle adhesive systems. *Oper Dent*, 2008;32:149-154.
  
33. Nunes TG, Ceallos L, Osorio R, Toledano. Spatially resolved photopolymerization kinetics and oxygen inhibition in dental adhesives. *Biomaterials*, 2005;26:1809-1817.
  
34. Cadenaro M, Breschi L, Rueggeberg FA, Suchko M, Grodin E, Agee K, et al. Effects of residual ethanol on rate and degree of conversion of five experimental resins. *Dent Mater*, 2009;25:621-628.

## CONCLUSÃO

O tempo necessário para a evaporação do solvente, correspondente a um melhor desempenho, parece ser material-dependente, não podendo ser considerado único ou impreciso. Os sistemas adesivos Adper Easy One e XP Bond podem ter seus protocolos de uso modificados.

## REFERÊNCIAS

BAIL, M. et al. Effect of air-drying on the solvent evaporation, degree of conversion and water sorption/solubility of dental adhesive models. **J Mater Sci**, Dec. 2011.

EL-ASKARY, F.S.; VAN NOORT, R. Effect of air-drying pressure and distance on microtensile bond strength of self-etching adhesive. **J Adhes Dent**, v.13, n. 2, p.147-153, Apr. 2011.

FERRACANE, J.L. Higrscopic and hydrolytic effects in dental polymer networks. **Dent Mater**, v. 22, n. 3, p. 211-222, Mar. 2006.

FURUSE, A.Y.; PEUTZFELDT, A.; ASMUSSEN, E. Effect of evaporation of solvents from one-step, self-etching adhesives. **J Adhes Dent**, v.10, n.1, p.35-39, Feb. 2008.

FUSAYAMA, T. New concepts in operative dentistry. Tokyo: **Quintessence Publishing Co.**, Inc., pp. 61-156, 1980.

GARCIA, F.C.P. et al. Influence of drying time and temperature on Bond strength of contemporary adhesive to dentine. **J Dent**, v.37, n.4, p.315-320, Apr. 2009.

HASHIMOTO, M. et al. The effects of common errors on sealing ability of total-etch adhesives. **Dent Mater**, v. 22, n. 6, p. 560-568, Jun. 2006.

HASHIMOTO, M. et al. Measurements of volatile compound contents in resins using a moisture analyzer. **Eur J Oral Sci**, v. 118, n. 1, p. 94-99, Feb. 2010.

IKEDA, T. et al. Effect of evaporation of primer components on ultimate tensile strengths of primer-adhesive mixture. **Dent Mater**, v. 21, n. 11, p. 1051-1058, Nov. 2005.

IKEDA, T. et al. Effect of air-drying and solvent evaporation on the strength of HEMA-rich versus HEMA-free one-step adhesives. **Dent Mater**, v. 24, n. 10, p. 1316-1323, Apr. 2008.

ITO, S et al. Water sorption/solubility of self-etching dentin bond agents. **Dent Mater**, v. 26, n. 7, p. 617-626, Apr. 2010.

JACOBSEN, T; SÖDERHOLM, K.J. Some effects of water on dentin bonding. **Dent Mater**, v.11, n. 2, p. 132-136, Mar. 1995.

KANCA J. Improved bond strength through acid-etching of dentin and bonding to wet dentin surface. **J Am Dent Assoc**, v. 123, p. 35-43, 1992.

KLEIN-JR, C.A. et al. Evaporating solvents with a warm stream: Effects on adhesive layer properties and resin-dentin bond strengths. **J Dent**, v. 36, n. 8, p. 618-625, Jun. 2008.

NAKABAYASHI, N.; PASHLEY, D.H. Hibridization of dental hard tissues. Chicago: **Quintessence Publishing**, pp. 65-67, 1998.

NUNES, T.G. et al. Polymerization efficacy of simplified adhesive systems studied by NMR and MRI techniques. **Dent Mater**, v. 22, n.10, p. 963-972, Jan. 2006.

PASHLEY, D.H et al. State of the art etch-and-rinse adhesives. **Dent Mater**, v. 27, n. 1, p. 1-16, Nov. 2011.

REIS, A. et al. The use of warm stream for solvent evaporation: effects on the durability of resin-dentin bonds. **Oper Dent**, v. 35, n. 1, p. 29-36, Jan-Feb. 2010.

SADR, A.; SHIMADA, Y.; TAGAMI, J. Effects of solvent drying time on micro-shear Bond strength and mechanical properties of two self-etching adhesive systems. **Dent Mater**, v.23, n.9, p.1114-1119, Nov. 2007.



SHINKAI, K.; SUSUKI, S.; KATOH, Y. Effect of air-blowing variables on bond strength of all-in-one adhesive to bonive dentin. **Dent Mater J**, v. 25, n. 4, p. 664-668, Dec. 2006.

SILVA E SOUZA JR, M.H. et al. Adhesive systems: important aspects related to their composition and clinical use. **J Appl Oral Sci**, v.18, n. 3, p. 207-214, May-Jun. 2010.

VAN LANDUYT, K.L. et al. Systematic review of the chemical composition of contemporary dental adhesives. **Biomaterials**, v. 28, n. 26, p. 3757-3785, May. 2007.

VAN MEERBEEK, B. et al. Buonocore memorial lecture. Adhesion to enamel and dentin: current status and future challenges. **Oper Dent**, v. 28, n. 3, p. 215–3, May-Jun. 2003.

## Anexo A - Carta de aprovação no Comitê de Ética em Pesquisa

 <p>MINISTÉRIO DA SAÚDE Conselho Nacional de Saúde Comissão Nacional de Ética em Pesquisa (CONEP)</p>	<p>UNIVERSIDADE FEDERAL DE SANTA MARIA Pró-Reitoria de Pós-Graduação e Pesquisa Comitê de Ética em Pesquisa - CEP- UFSM REGISTRO CONEP: 243</p> 
--	---

### CARTA DE APROVAÇÃO

O Comitê de Ética em Pesquisa – UFSM, reconhecido pela Comissão Nacional de Ética em Pesquisa – (CONEP/MS) analisou o protocolo de pesquisa:

**Título:** Avaliação da evaporação dos solventes de sistemas adesivos contemporâneos.  
**Número do processo:** 23081.004043/2011-78  
**CAAE (Certificado de Apresentação para Apreciação Ética):** 0036.0.243.000-11  
**Pesquisador Responsável:** Rachel de Oliveira Rocha

Este projeto foi **APROVADO** em seus aspectos éticos e metodológicos de acordo com as Diretrizes estabelecidas na Resolução 196/96 e complementares do Conselho Nacional de Saúde. Toda e qualquer alteração do Projeto, assim como os eventos adversos graves, deverão ser comunicados imediatamente a este Comitê. O pesquisador deve apresentar ao CEP:

**Janeiro/ 2012- Relatório final**

Os membros do CEP-UFSM não participaram do processo de avaliação dos projetos onde constam como pesquisadores.

**DATA DA REUNIÃO DE APROVAÇÃO:** 09/05/2011

Santa Maria, 09 de Maio de 2011



Félix A. Antunes Soares  
 Coordenador do Comitê de Ética em Pesquisa-UFSM  
 Registro CONEP N. 243.

## **Anexo B – Normas para publicação no periódico *Dental Materials*.**

Guide for Authors

### **Manuscripts**

The journal is principally for publication of ***Original Research Reports***, which should preferably investigate a defined hypothesis. Maximum length 6 journal pages (approximately 20 double-spaced typescript pages) including illustrations and tables.

### **Format**

#### *General*

- number all pages consecutively.
- type double-spaced on A4 or 8.5 x 11-inch bond paper, with margins of 30 mm.
- double-space references.
- indent or space paragraphs.
- arrange article in the following order: Title, Abstract, Introduction, Materials and Methods, Results, Discussion, Conclusion, Acknowledgements, References, Tables, Figures, Captions.
- start each section on a separate page.

#### *Title page*

- Title (capitalize the first letter of the first word) e.g. Comparison of the color stability of ten new composites.
- Authors (first name, middle initial, surname) e.g. Kenneth J. Anusavice 1, Victoria Marker 2
- Authors' addresses (abbreviated) e.g.  
1 Department of Biomaterials, University of Florida, Gainesville, Florida, USA  
2 Department of Biomaterials Science, Baylor College of Dentistry, Dallas, Texas, USA
- Short Title (45 characters) e.g. Color stability of composites
- **Corresponding Author details (essential): Name, complete address, phone, fax, and E-mail numbers**

#### *Abstract* (structured format)

- 250 words or less.
- subheadings should appear in the text of the abstract as follows: Objectives, Methods, Results, Significance. (For Systematic Reviews: Objectives, Data, Sources, Study selection, Conclusions). The Results section may incorporate small tabulations of data, normally 3 rows maximum.

#### *Keywords*

Up to 10 keywords should be supplied e.g. dental material, composite resin, adhesion.

#### *Introduction*



This must be presented in a structured format, covering the following subjects, although actual subheadings should not be included:

- succinct statements of the issue in question;
- the essence of existing knowledge and understanding pertinent to the issue (reference);
- the aims and objectives of the research being reported relating the research to dentistry, where not obvious.

#### *Materials and methods*

- describe the procedures and analytical techniques.
- only cite references to published methods.
- include at least general composition details and batch numbers for all materials.
- identify names and sources of all commercial products e.g. "The composite (Silar, 3M Co., St. Paul, MN, USA)..."
- "... an Au-Pd alloy (Estheticor Opal, Cendres et Metaux, Switzerland)."
- specify statistical significance test methods.

#### *Results*

- refer to appropriate tables and figures.
- refrain from subjective comments.
- make no reference to previous literature.
- report statistical findings.

#### *Discussion*

- explain and interpret data.
- state implications of the results, relate to composition.
- indicate limitations of findings.
- relate to other relevant research.
- suggest directions for future research.

#### *Conclusion* (if included)

- must NOT repeat Results or Discussion
- must concisely state inference, significance, or consequences

#### *Acknowledgements*

As appropriate, e.g.:

"Based on a thesis submitted to the graduate faculty, University of Virginia, in partial fulfilment of the requirements for the M.S. degree."

"This investigation was supported in part by Research Grant DE 00000 from the National Institute of Dental Research, Bethesda, MD 20892."

#### *References* - must now be given **according to the following numeric system**:

Cite references in text in numerical order. Use square brackets: in-line, not superscript e.g. [23]. All references must be listed at the end of the paper, double-

spaced, without indents. For example:

1. Moulin P, Picard B and Degrange M. Water resistance of resin-bonded joints with time related to alloy surface treatments. *J Dent*, 1999; 27:79-87.
2. Taylor DF, Bayne SC, Sturdevant JR and Wilder AD. Comparison of direct and indirect methods for analyzing wear of posterior composite restorations. *Dent Mater*, 1989; 5:157-160.

Avoid referencing abstracts if possible. If unavoidable, reference as follows:

3. Demarest VA and Greener EH . Storage moduli and interaction parameters of experimental dental composites. *J Dent Res*, 1996; 67:221, Abstr. No. 868.

### **Tables and figures**

All tables and figures must be thoroughly discussed in the text of the manuscript.

#### *Tables*

- one table to a page, each with a title.
- number tables in order of mention using Arabic numerals.
- must be able to "stand alone" apart from text.
- when appropriate, standard deviations of values should be indicated in parentheses; (do NOT use  $\pm$  notation).
- results of statistical analysis must be included, use superscript letters to indicate significant differences.
- for explanatory footnotes, use symbols (\*, #, \*\*, ##).

### **General Notes on Text**

*Abbreviations and acronyms:* terms and names to be referred to in the form of abbreviations or acronyms must be given in full when first mentioned.

#### *Correct Usage*

- use S.I. units (International System of Units). If non-SI units must be quoted, the SI equivalent must immediately follow in parentheses.
- use correct symbols for  $\mu$ , L (as in  $\mu\text{m}$ , mL, etc.)
- put leading zeros in all numbers less than 1.0
- write out number of ten or fewer (ten rats) except when indicating inanimate quantities (10 mL)
- always use digits for dates, dimensions, degrees, doses, time, percentages, ratios, statistical results, measurements, culture cells, and teeth.
- the complete names of individual teeth must be given in the text.