



UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS  
FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE PIRACICABA

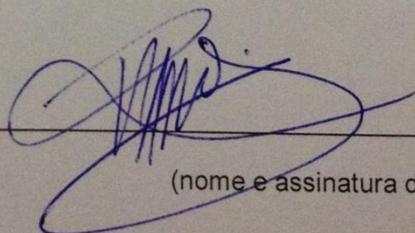


## CONCORDÂNCIA DO ORIENTADOR

Declaro que a aluna **Mariane Paganini Lamari RA 105377** esteve sob minha orientação para a realização do Trabalho de Conclusão de Curso intitulado *Avaliação das propriedades mecânicas, físicas e químicas de sistemas adesivos experimentais contendo dimetilsufóxido*.

Concordo com a submissão do trabalho apresentado à Comissão de Graduação pelo aluno, como requisito para aprovação na disciplina DS833 – Trabalho de Conclusão de Curso.

Piracicaba, 9 de setembro de 2013.

  
\_\_\_\_\_  
(nome e assinatura do orientador)



UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS  
FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE PIRACICABA



# **Avaliação de Propriedades Mecânicas, Físicas e Químicas de Sistemas Adesivos Experimentais contendo Dimetilsulfóxido**

**Aluna: Mariane Paganini Lamari**

**Piracicaba, 2013**

**S.P. - Brasil**

Mariane Paganini Lamari

**Avaliação de propriedades mecânicas, físicas e químicas de sistemas adesivos experimentais contendo dimetilsulfóxido**

**Orientador: Prof. Dr. Luis Roberto Marcondes Martins**

**Piracicaba, 2013**

**S.P. - Brasil**

FICHA CATALOGRÁFICA ELABORADA POR  
MARILENE GIRELLO – CRB8/6159 - BIBLIOTECA DA  
FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE PIRACICABA DA UNICAMP

Lamari, Mariane Paganini, 1990-

L161a      Avaliação de propriedades mecânicas, físicas e químicas de sistemas adesivos experimentais contendo dimetilsulfóxido / Mariane Paganini Lamari. -- Piracicaba, SP: [s.n.], 2013.

Orientador: Luis Roberto Marcondes Martins.

Trabalho de Conclusão de Curso (graduação) – Universidade Estadual de Campinas, Faculdade de Odontologia de Piracicaba.

1. Módulo de elasticidade. 2. Solubilidade. 3. Metaloproteases. 4. Poli-hidroxietil metacrilato. I. Martins, Luis Roberto Marcondes, 1960- II. Universidade Estadual de Campinas. Faculdade de Odontologia de Piracicaba. III. Título.

*Dedico este trabalho à minha mãe Ana Luisa Paganini  
e aos meus avós Benedito e Natalina Paganini,  
por todo amor, apoio, companheirismo e colo dado a  
mim desde meus primeiros momentos de vida, tradução  
sólida do amor incondicional e verdadeiro.*

## **AGRADECIMENTOS**

Agradeço, em primeiro lugar, à Deus, que me contemplou com a oportunidade de cursar Odontologia, e de poder contribuir com a sociedade através dessa profissão tão humana e gratificante, além de sempre me guiar nas horas difíceis.

Agradeço à Faculdade de Odontologia de Piracicaba – UNICAMP, por ser minha segunda casa e me acolher durante quatro anos, por toda oportunidade de aprendizado, não somente voltado à Odontologia, mas também por ter me ensinado sobre o real significado e os verdadeiros valores de vida.

Agradeço à PIBIC - CNPq, por me dar essa oportunidade de trabalho com pesquisa, o qual foi valiosa para meu crescimento intelectual e profissional.

Agradeço ao meu orientador Prof. Dr. Luis Roberto Marcondes Martins, pelo incentivo a este trabalho, e também ao Prof. Dr. Flávio Henrique Baggio Aguiar, pelo apoio no decorrer do ano.

Agradeço imensamente a minha mãe Ana Luisa Paganini, e aos meus avós Benedito e Natalina Paganini, que foram mãe, pai, avós, amigos e confidentes desde meu primeiro momento de vida, por sempre me apoiarem em minhas decisões e acreditarem em mim. Nem todas as formas de agradecimentos seriam suficientes para demonstrar a gratidão que tenho por todos os esforços que nunca pouparam quando o assunto era fazer algo à mim, por tudo que fazem e farão, além por terem me ensinado os corretos valores a serem empregados no decorrer da minha vida.

Agradeço ao meu namorado e amigo Henrique Petcov Nicoletti, por sempre estar ao meu lado, me apoiando, e não poupando esforços em demonstrar todo seu carinho por mim, sua companhia foi valiosa durante essa jornada.

Agradeço à minha amiga e companheira, Renata Bertato, a qual foi a primeira pessoa que me identifiquei no principio do primeiro ano e somente nos separamos para dormir, convivemos, rimos, choramos e comemoramos cada passo alcançado juntas durante esses quatro anos.

Agradeço as minhas amigas Kamila Loria, Mariana Paglioni, Jade Zanato, Raquel Borghi e Veridiana Françoso, pelos quatro anos de convivência, os quais me mostraram a importância do companheirismo verdadeiro, onde aprendemos a olhar as diferenças e fazer delas um aprendizado. Pelo apoio, ajuda nos momentos

difíceis, risadas e por todos os momentos que passamos juntas na melhor época de nossas vidas, e que será lembrada para sempre.

Agradeço as minhas colegas de projeto Beatriz Capelli e Mariana Sartori, por toda ajuda e companheirismo que demos uma as outras no decorrer do projeto, nos momentos de sufoco onde aprendemos e crescemos com cada dificuldade. E as minhas companheiras de box da clínica integrada, pela nossa união, a qual contribuiu para que os obstáculos encontrados no nosso dia a dia fossem superados com menos árdua.

Por fim, agradeço aos meus pacientes que pude atender durante os anos de clínica integrada, que tiveram paciência e puderam contribuir muito com meu aprendizado e para o início, de grande valia, do meu crescimento profissional.

## RESUMO

Os sistemas adesivos atuais são constituídos por uma mistura de monômeros resinosos hidrófilos e hidrófobos, geralmente dissolvidos em solventes voláteis. O desempenho clínico de sistemas adesivos está diretamente atado com as propriedades químicas e físicas após a polimerização, o que está relacionado com a quantidade e tipo de solventes utilizados. O objetivo deste trabalho foi avaliar o módulo de elasticidade, resistência flexural, sorção e solubilidade e o grau de conversão (n=10) de cinco sistemas adesivos experimentais total-etch composto por monômeros dimetacrilatos BISGMA e HEMA contendo diferentes concentrações do solvente dimetilsulfóxido (DMSO): 0%, 2.5%, 5%, 10% e 20%, através de análises de amostras em forma de barra (7 x 2 x 1 mm) e em forma de disco (5,8 mm de diâmetro, 0,8 mm de espessura) confeccionadas a partir desses adesivos experimentais. Segundo o teste de ANOVA e Test de Tukey ( $\alpha=0.05$ ), a utilização de DMSO nas diferentes concentrações não influenciou módulo de elasticidade, resistência flexural, sorção e solubilidade e grau de conversão ( $p<0.01$ ). A utilização do DMSO como solvente em adesivos odontológicos pode ser viável e trazer benefícios para a odontologia adesiva.

**Palavras-chave:** Módulo de elasticidade; Solubilidade; Metaloproteases; Poli-hidroxietil metacrilato;

## **ABSTRACT**

The adhesive systems today are made of a resin mixture of hydrophilic and hydrophobic monomers usually dissolved in solvents. The clinical performance adhesive systems is directly bound with the chemical and physical properties after curing, which is related to the amount and type of solvents used. The aim of this study was to evaluate the elastic modulus, flexural strength, sorption and solubility and degree of conversion ( $n = 10$ ) from five experimental adhesive systems total-etch composed of monomers dimethacrylate BISGMA and HEMA containing different concentrations of the solvent dimethylsulfoxide (DMSO) 0%, 2.5%, 5%, 10% and 20%, by analyzing samples rod-shaped (7 x 2 x 1 mm) and disc-shaped (5.8 mm diameter, 0.8 mm thick) made from these adhesives experiments. According to the ANOVA test and test Tukey test ( $\alpha = 0.05$ ), the use of DMSO at different concentrations did not affect modulus, flexural strength, sorption and solubility and degree of conversion ( $p < 0.01$ ). The use of DMSO as a solvent in adhesives can be viable and dental benefit for adhesive dentistry.

**Keywords:** Elastic Modulus; Solubility; Metalloproteases; Polyhydroxyethyl Methacrylate;

# SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO.....	1
2. PROPOSIÇÃO.....	3
3. MATERIAIS E MÉTODOS.....	4
3.1. <i>Delineamento experimental</i> .....	4
3.2. <i>Preparo dos adesivos</i> .....	4
3.3. <i>Preparo das amostras</i> .....	4
3.4. <i>Sorção e solubilidade</i> .....	6
3.5. <i>Grau de conversão</i> .....	6
3.6. <i>Resistência à flexão e módulo de elasticidade (módulo flexural)</i> .....	7
4. RESULTADOS.....	9
5. DISCUSSÃO.....	11
6. CONCLUSÃO.....	14
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	15

# 1. INTRODUÇÃO

A evolução da odontologia adesiva, com o advento dos sistemas adesivos que proporcionam retenção adequada do material restaurador resinoso à estrutura dental, permitiu um avanço importante na execução de procedimentos clínicos, que eram impossíveis até então. Um dos desafios atuais na hibridização dentinária inclui a utilização de formulações de sistemas adesivos extremamente hidrófilos, que facilitam a percolação de água através da camada híbrida. Tais sistemas adesivos, com alta afinidade por moléculas de água, podem resultar em interfaces de união aparentemente satisfatórias de imediato, mas que com o passar do tempo, se tornam mais susceptíveis à degradação devido à clivagem das ligações poliméricas, contribuindo para o comprometimento de restaurações diretas em resina composta.

Os sistemas adesivos atuais se constituem de uma mistura de monômeros resinosos hidrófilos e hidrófobos, geralmente dissolvidos em solventes voláteis, como acetona e etanol, podendo ainda conter água. Enquanto os monômeros resinosos são responsáveis pela formação da camada híbrida e copolimerização com o compósito restaurador, os solventes respondem pela fluidez da solução e pelo deslocamento da água presente na superfície dentinária desmineralizada, facilitando a infiltração da mistura monomérica nos espaços microscópicos criados na estrutura dental, após seu condicionamento ácido (1). É comum o uso de solventes orgânicos em virtude da necessidade dos adesivos serem aplicados em meio úmido. No entanto, a permanência de tais solventes na mistura monomérica, previamente a sua fotoativação, tem sido apontada como determinante para a formação de áreas de incompleta conversão monomérica (2), responsáveis por uma camada adesiva porosa e, conseqüentemente, ainda mais permeável ao trânsito de fluidos (3-7).

O efeito da água na estrutura dos materiais é usualmente estudado em função de seu reconhecido potencial degradante (8). A água pode participar ativamente na clivagem das ligações poliméricas, como também servir de meio para a ação de enzimas. No caso dos sistemas adesivos, que são constituídos predominantemente por monômeros derivados da esterificação do ácido metacrílico, este efeito se torna ainda mais marcante, devido à suscetibilidade das ligações do tipo éster à clivagem por hidrólise. Assim, qualquer característica da resina adesiva

que favoreça maior interação da mesma com a água pode contribuir para acelerar a degradação do componente resinoso das interfaces de união.

Dentre outros fatores, tanto a afinidade química dos monômeros resinosos com a água como as propriedades químicas e físicas dos solventes utilizados tem papel importante no desempenho clínico de sistemas adesivos, especialmente quando utilizados para hibridização dentinária devido a maior complexidade desse substrato em relação ao esmalte. A queda nos valores de resistência mecânica da interface de união resina/dentina pode ser atribuída à (i) degradação das fibrilas colágenas que a compõem, por enzimas endógenas denominadas metaloproteinases (MMP), (9, 10), e (ii) também devido à instabilidade do componente resinoso quando submetido às condições que simulam o meio bucal (5, 11, 12). Dessa forma, novos solventes com propriedades que facilitem a difusão dos monômeros na estrutura dental, que possivelmente reduzam a afinidade dos monômeros por água e que sinteticamente inibam a ação de MMPs devem ser avaliados.

O dimetilsulfóxido (DMSO) pode ser considerado um inibidor sintético de MMP (13) muito utilizado como solvente aprótico e polar em laboratórios e na indústria completamente miscível em água, com capacidade de dissolver substâncias polares e apolares (14). Possui baixa toxicidade e é aprovado pelo FDA para uso terapêutico em aplicações tópicas e para tratamento de cistites intersticiais através de infusão direta na bexiga. O DMSO penetra facilmente nas membranas biológicas, facilita o transporte químico em tecidos e é bem conhecido pelos seus efeitos crioprotetores em sistemas biológicos (14,15). Em alguns países da Europa, o DMSO é utilizado com agente carregador de princípios ativos tópicos, pois possui a capacidade de penetrar na pele íntegra levando o princípio ativo para camadas teciduais mais profundas sem danificar a epiderme. Em virtude dessas características a proposta desse estudo é avaliar as propriedades mecânicas: (i) módulo de elasticidade, (ii) resistência flexural, (iii) grau de conversão, (iv) sorção e solubilidade de água de um sistema adesivo experimental que contém DMSO em diferentes concentrações na sua composição. A hipótese a ser testada é que a utilização de DMSO como solvente em adesivos *total-etch* com monômeros de dimetacrilato em sua composição não afetará suas propriedades mecânicas.

## 2. PROPOSIÇÃO

Os objetivos desse trabalho foram de avaliar o efeito do uso de um novo solvente no âmbito da odontologia, o DMSO, em concentrações de 0%, 5%, 10%, 15% e 20% no: (i) módulo de elasticidade, (ii) resistência flexural, (iii) grau de conversão e (iv) sorção e solubilidade de água de um sistema adesivo experimental *total-etch* composto por monômeros dimetacrilatos BISGMA e HEMA. Dessa forma, foi possível verificar se a utilização do DMSO não trará prejuízos às propriedades mecânicas de sistemas adesivos. Essa análise é importante uma vez que o DMSO possui propriedades interessantes para a odontologia como inibição de MMPs e efeito antiinflamatório o que potencialmente melhoraria o desempenho clínico de sistemas adesivos.

### **3. MATERIAIS E MÉTODOS**

#### **3.1. Delineamento experimental**

Unidades experimentais: amostras em forma de barra (7 x 2 x 1 mm) e em forma de disco (5,8 mm de diâmetro, 0,8 mm de espessura) confeccionadas a partir dos adesivos experimentais;

Fatores em estudo: concentração do DMSO em cinco níveis (0%, 5%, 10%, 15% e 20%) e tempo de armazenamento em dois níveis (imediate e após seis meses);

Variável resposta: Sorção e solubilidade, grau de conversão, módulo de elasticidade e resistência flexural;

#### **3.2. Preparo dos adesivos**

Foi manipulada uma mistura de 60% BISGMA, 40% HEMA, 0,6% canforoquinona, 1,2% EDAB, 0,1% BHT, sendo essas porcentagens calculadas por peso. Cinco adesivos experimentais, similares a adesivos *total-etch* de 1 passo, foram manipulados com quantidades crescentes do solvente DMSO ( $R1 < R2 < R3 < R4 < R5$ ). O adesivo R1 teve apenas o etanol como solvente; o adesivo R2 foi composto por 1% DMSO + 19% etanol; o adesivo R3, 5% DMSO + 15%; o adesivo R4, 10% DMSO + 10% etanol; e o adesivo R5, 20% DMSO sem etanol. Para isso, soluções para solvatação foram preparadas nas concentrações já descritas e serão adicionadas a resina experimental de forma que a quantidade total de solventes foi de 20% (p/p).

#### **3.3. Preparo das amostras**

Dez discos de resina de cada mistura experimental foram produzidos em um molde de silicóna (5,8 mm de diâmetro, 0,8 mm de espessura). Os sistemas adesivos (aproximadamente 50  $\mu$ L) foram diretamente dispensados no molde até seu completo preenchimento. A evaporação do solvente não foi realizada, pois o

objetivo do estudo será avaliar o efeito de concentrações conhecidas de etanol e DMSO na sorção e solubilidade de água, grau de conversão, resistência flexural e módulo de elasticidade de tais resinas experimentais. Uma lâmina de vidro foi então colocada sobre o topo do molde para excluir o oxigênio atmosférico, evitar a evaporação dos solventes e deslocar o excesso de solução. A foto-ativação foi realizada imediatamente utilizando uma fonte de luz halôgena de quartzo-tungstênio com 650 mW/cm<sup>2</sup> por 40s (Elipar TriLight, ESPE, Alemanha). Após a remoção do molde, a parte inferior dos discos de resina foi ainda fotoativada por mais 40s (a seleção do tempo de fotoativação foi determinada em um experimento piloto, avaliando a microdureza da superfície dos discos de resina para permitir que as amostras fossem removidas do molde sem sofrer deformação permanente). As vinte amostras produzidas para cada adesivo experimental foram divididas aleatoriamente em 2 grupos de cinco amostras (n=5) para avaliar a sorção e solubilidade de água em dois períodos diferentes: (i) após 7 dias e (ii) 6 meses de armazenamento em água à 37°C.

Foram confeccionadas 20 amostras retangulares (7 x 2 x 1 mm) em matriz de silicone de adição (Express XT, 3M ESPE, St. Paul, MN, USA) para cada resina adesiva experimental, que foram utilizadas no ensaio de resistência flexural e determinação do módulo de elasticidade e grau de conversão em dois períodos: (i) imediato e (ii) após 6 meses de armazenagem em água à 37°C. Para isso, os sistemas adesivos foram diretamente dispensados na matriz de silicone até seu completo preenchimento. Uma lâmina de vidro foi então colocada sobre o topo do molde para excluir o oxigênio atmosférico, evitar a evaporação dos solventes e deslocar o excesso de solução. A foto-ativação será imediatamente realizada utilizando a mesma fonte de luz utilizada previamente para confecção dos discos de resina. Após a remoção do molde, a parte inferior das amostras de resina foi ainda fotoativadas por mais 40s. Finalmente as amostras de cada grupo foram divididas aleatoriamente em dois grupos (n=10) para realizar a análises sejam realizados nos dois períodos distintos.

### **3.4. Sorção e solubilidade**

A sorção de água e a solubilidade foram determinadas utilizando as seguintes modificações da norma ISO 4049, que inclui dimensões menores do espécime (5,8 mm de diâmetro, em vez de 15 mm) e períodos mais longos de ganho de água/medições da perda, isto é, além da análise após o sétimo dia de armazenamento em água, eles foram também testados após 6 meses de armazenamento em água. Após a preparação, os discos de resina foram previamente secos num dessecador selado contendo gel de sílica (37° C) e repetidamente pesados em intervalos de 24 h, até que uma massa constante (M1) seja obtida (variação inferior a 0,02 mg em 24 h). Em seguida, os discos de resina foram individualmente imersos em água deionizada a 37 °C para absorção de água e avaliação da solubilidade. Após intervalos de tempo de 7 dias e 6 meses, os discos foram lavados em água destilada, suavemente limpos com papel absorvente, e pesados numa balança analítica para a determinação da M2. Os discos foram então secos num dessecador, como descrito previamente, e pesados diariamente até uma massa seca constante (M3) seja obtida. A sorção de água (WS) e solubilidade (SL) foram calculadas após 7 dias ou 6 meses de imersão em água, utilizando as seguintes fórmulas:

$$WS = \frac{(M2 - M3)}{V}$$

$$SL = \frac{(M1 - M3)}{V}$$

$V$  := volume de cada disco de resina em mm<sup>3</sup>

### **3.5. Grau de conversão**

Os espécimes em forma de barra foram divididos em dois grupos (n=10) para a determinação do grau de conversão (CG) imediatamente e após seis meses. As mensurações do grau de conversão das resinas adesivas experimentais foram realizadas em Espectroscopia de infravermelho por transformada de Fourier - FTIR

(Spectrum 100 Optica; PerkinElmer, MA, USA), com um elemento de refletância total atenuada acoplado - ATR, o qual possui um cristal horizontal de Seleneto de Zinco (Pike Technologies, Madison, WI, USA) no centro que funciona como substrato ativo para os raios infravermelhos. Para a mensuração do grau de conversão, o espécime em formato de barra (7mm x 2mm x 1mm, n=5) foi posicionado sobre o cristal e a mensuração dos picos foi realizada com resolução de 4 cm<sup>-1</sup> e os espectros sendo coletados no intervalo de 1665 a 1580 cm<sup>-1</sup>. O cálculo do grau de conversão será realizado baseado na proporção entre as duplas ligações de carbono alifáticas e aromáticas, usadas como padrão interno, nos estados polimerizados e não polimerizados. Durante a reação de polimerização, a absorvância das duplas ligações de carbono aromáticas permanece constante, enquanto que há redução da quantidade de duplas ligações alifáticas (- C = C -). A dupla ligação de carbono alifática absorve a energia no comprimento de onda de 1638 cm<sup>-1</sup>, enquanto que a aromática no comprimento de 1608 cm<sup>-1</sup>. Para o cálculo, será utilizada a técnica de baseline (Rueegeberg et al., 1990), traçado pelo próprio “software” Spectrum. A partir desta, foram mensurados alguns parâmetros pelo próprio *software*. A intensidade corrigida dos picos observados nos comprimentos de onda 1638 e 1608 cm<sup>-1</sup> foi utilizada na seguinte fórmula: R = intensidade em 1638cm<sup>-1</sup> / intensidade em 1608cm<sup>-1</sup>, sendo o grau de conversão (%) calculado da seguinte forma:

$$GC (\%) = 100 - \left[ \frac{\left( \frac{1638\text{cm}^{-1} \text{ polimerizado}}{1608\text{cm}^{-1}} \right)}{\left( \frac{1638\text{cm}^{-1} \text{ não polimerizado}}{1608\text{cm}^{-1}} \right)} \right] \times 100$$

$$GC (\%) = 100 - \text{Ligações duplas residuais (\%)}$$

### 3.6. Resistência à flexão e módulo de elasticidade (módulo flexural)

As mesmas amostras utilizadas para o grau de conversão nos dois períodos foram levadas à máquina de ensaio universal (Instron) para a realização do teste de flexão de 3 pontos, com distância entre os alicerces de 5 mm e a força foi aplicada no centro dessa distância sobre a superfície dos corpos-de-prova, a uma velocidade

de 0.5 mm/min. Durante o teste de resistência à flexão, um software presente na máquina de ensaios universal calculou módulo de elasticidade das amostras. O módulo de elasticidade foi calculado a partir da porção elástica do gráfico tensão/deformação.

## 4. RESULTADOS

Teste de Anova revelou que não houve diferença estatística entre os grupos para todas as metodologias.

Os testes de módulo de elasticidade, resistência flexural, grau de conversão, solubilidade e sorção estão resumidos nas tabelas 1, 2, 3, 4 e 5 respectivamente.

**Tabela 1 - Módulo de elasticidade (GPa)**

<b>DMSO</b>	<b>Média</b>	<b>(Desvio padrão)</b>
<b>0 %</b>	1,451	A
<b>2,5 %</b>	1,425	A
<b>5 %</b>	1,025	A
<b>10 %</b>	1,138	A
<b>20 %</b>	1,119	A

Valores médios em GPa e desvio padrão. Grupos identificados por letras diferentes na vertical representam diferenças estatisticamente significantes ( $p < 0,5$ ).

**Tabela 2 – Resistência Flexural (MPa)**

<b>DMSO</b>	<b>Média</b>	<b>(Desvio padrão)</b>
<b>0 %</b>	78,857	A
<b>2,5 %</b>	78,258	A
<b>5 %</b>	70,964	A
<b>10 %</b>	69,76	A
<b>20 %</b>	69,687	A

Valores médios em Mpa e desvio padrão. Grupos identificados por letras diferentes na vertical representam diferenças estatisticamente significantes ( $p < 0,5$ ).

**Tabela 3 – Grau de conversão (%)**

<b>DMSO</b>	<b>Média</b>	<b>(Desvio padrão)</b>
<b>0 %</b>	62,168	A
<b>2,5 %</b>	62,426	A
<b>5 %</b>	62,060	A
<b>10 %</b>	62,950	A
<b>20 %</b>	62,683	A

Os valores médios em porcentagem e desvio padrão. Grupos identificados por letras diferentes na vertical representam diferenças estatisticamente significantes ( $p < 0,5$ ).

**Tabela 4 – Solubilidade ( $\mu\text{g}/\text{mm}^3$ )**

<b>DMSO</b>	<b>Média</b>	<b>(Desvio padrão)</b>
<b>0 %</b>	3,470	A
<b>2,5 %</b>	3,719	A
<b>5 %</b>	3,717	A
<b>10 %</b>	3,651	A
<b>20 %</b>	3,725	A

Os valores médios em  $\mu\text{g}/\text{mm}^3$  e desvio padrão. Grupos identificados por letras diferentes na vertical representam diferenças estatisticamente significantes ( $p < 0,5$ ).

**Tabela 5 – Sorção ( $\mu\text{g}/\text{mm}^3$ )**

<b>DMSO</b>	<b>Média</b>	<b>(Desvio padrão)</b>
<b>0 %</b>	8,46	A
<b>2,5 %</b>	8,20	A
<b>5 %</b>	8,53	A
<b>10 %</b>	8,22	A
<b>20 %</b>	8,15	A

Os valores médios em  $\mu\text{g}/\text{mm}^3$  e desvio padrão. Grupos identificados por letras diferentes na vertical representam diferenças estatisticamente significantes ( $p < 0,5$ ).

## 5. DISCUSSÃO

Para início de discussão, uma vez que o estudo avaliou as propriedades físicas e químicas de sistemas adesivos experimentais contendo DMSO, é relevante que se disponha informações sobre o dimetilsulfóxido, o qual vem sendo assunto de vários estudos. Tem ação anti-inflamatória e pode ser considerado um inibidor de metaloproteinases (enzimas endógenas que tem o potencial de hidrolisar colágeno) (13), de grande relevância como uso de solvente aprótico e polar no cenário laboratorial. Possui baixa toxicidade e tem alto poder de penetração em membranas biológicas, facilitando o transporte químico em tecidos. Portanto, o DMSO é um solvente que apresenta características bem interessantes para o uso clínico odontológico.

Os sistemas adesivos são constituídos por substâncias hidrófilas e hidrófobas adicionadas de solventes orgânicos, devido à necessidade de serem aplicados em meio úmido. Porém, a permanência desses solventes orgânicos na mistura monomérica, previamente a sua fotoativação, tem sido relacionada diretamente com os responsáveis pela formação de uma camada adesiva porosa e conseqüentemente ainda mais permeável ao trânsito de fluidos.

A completa evaporação da mistura solvente/água presente na formulação dos adesivos passou a ser extensamente recomendada. Contudo, dois fenômenos parecem se contrapor: a maior interação química entre monômeros e solventes a medida que mais monômeros hidrófilos são adicionados a mistura (Yiu et al., 2006); e a redução da pressão de vapor dos solventes, causada pelo aumento da concentração de monômeros na mistura a medida que parte desse solvente se volatiliza (Pashley et al., 1998; Perdigão et al., 2001; Carvalho et al., 2003). Assim, apesar de requerida, a completa evaporação de solventes e água de formulações adesivas tem se mostrado difícil ou impossível de ser obtida (Yiu et al., 2005; Ikeda et al., 2005; Nunes et al., 2006). Dessa forma optamos por avaliar os adesivos sem a evaporação do solvente mantendo a mesma concentração total de solventes para todos os adesivos com o intuito de avaliar a ação de diferentes concentrações de DMSO nas propriedades que foram avaliadas. Dessa forma optamos por avaliar os adesivos experimentais contendo diferentes concentrações de DMSO sem a evaporação prévia do solvente, mantendo a mesma concentração total de solventes

para todos os adesivos, com o intuito de avaliar a ação de diferentes concentrações de DMSO nas propriedades químicas e físicas que foram avaliadas no decorrer da execução do projeto.

Apesar de vários estudos a respeito de sorção e solubilidade em adesivos terem sido conduzidos ao longo de muitos anos, esse assunto ainda tem recebido atenção especial, pois esses fenômenos mostram-se estritamente relacionados com a curta durabilidade das interfaces resina-dentina. O efeito da água na estrutura dos materiais é usualmente estudado em função de seu reconhecido potencial degradante, assim estudos demonstraram que de forma semelhante à observada para os compósitos a base de metacrilato, a difusão de água em adesivos dentários é também dependente da sua hidrofiliabilidade (polaridade) e a topologia da rede, e da quantidade e tipos de solventes utilizados. Assim, a água pode difundir-se livremente através das nanoporosidades dos polímeros como a água "não ligada", ou firmemente ligada quimicamente aos domínios polares através de ligações de hidrogênio. A quantidade de solvente incorporada em resinas é um passo crítico na formulação de adesivos dentários, portanto a quantidade de solvente deverá ser suficiente para diminuir a viscosidade dos comonomeros e facilitar o deslocamento da água a partir da dentina, sendo que não é aceitável o aumento na sorção e solubilidade desses adesivos, que está diretamente relacionada a durabilidade das interfaces resina-dentina, estritamente importante para um desempenho clínico satisfatório. Não houve diferença estatística entre os adesivos experimentais contendo diferentes concentrações de DMSO e o adesivo controle contendo apenas etanol.

A diminuição nos valores de resistência mecânica da interface de união resina/dentina pode ser relacionada a degradação das fibrilas colágenas que a compõem, por enzimas endógenas denominadas metaloproteinases (MMP), (9, 10), e também devido à instabilidade do componente resinoso quando submetido às condições que simulam o meio bucal, alguns estudos relatam que a polimerização incompleta (como dito no início, optamos pela não evaporação do solvente dos adesivos experimentais) associada a hidrólise das fibras colágenas foi concedida como um dos motivos para a ocorrência de nanoinfiltração em sistemas adesivos, sendo que a retenção residual de água na interface adesivo-dentina causa o

comprometimento no grau de conversão dos monômeros. Podemos conduzir que a correlação existente entre o grau de conversão dos sistemas adesivos e a resistência adesiva dos mesmos, pode ser considerada um importante guia da performance do adesivo além da confiança dada à interface do mesmo. Dado que a presença de solvente residual influencia a conversão de monômeros no polímero, e substituindo o etanol gradativamente por um solvente apolar aprótico, houve a expectativa de que haveria um aumento no grau de conversão no entanto isso não ocorreu. Não houve diferenças estatisticamente significantes entre os grupos com e sem DMSO na composição independentemente da quantidade de DMSO utilizada no estudo.

Partindo da definição inicial, o módulo de elasticidade descreve a relativa rigidez ou dureza de um material, tendo em vista do princípio de quanto mais baixo for a deformação para um determinado valor de tensão, maior o valor do módulo de elasticidade, estudos dizem que quanto maior o módulo de elasticidade da camada híbrida apresentado por um sistema adesivo, maior será sua resistência adesiva, e menor será o módulo de elasticidade apresentado pela camada do sistema adesivo. A resistência flexural representa a resistência máxima ao dobramento de um determinado material antes que ocorra a fratura, e no âmbito clínico a propriedade citada se condiz, principalmente, durante a mastigação que geram esforços mastigatórios distintos que induzem variadas tensões. Tendo em vista da importância das propriedades citadas acima, em relação a prevenção da microinfiltração, é necessário que um sistema adesivo apresente todas essas condições favoráveis de uso clínico. Essas propriedades não foram alteradas pela adição de DMSO nos adesivos experimentais.

## **6. CONCLUSÃO**

A partir dos resultados obtidos pode-se avaliar que não houve diferenças estatisticamente significantes entre os adesivos experimentais contendo diferentes concentrações de DMSO, independente de sua quantidade, e o adesivo controle, nos estudos que avaliaram sorção e solubilidade, grau de conversão, módulo de elasticidade e resistência flexural.

Com base nos dados apresentados e considerando as limitações das metodologias aplicadas pode-se concluir que o DMSO utilizado nas concentrações de 2,5%, 5%, 10% e 20% do total de solvente presente por peso, não alterou adversamente as propriedades avaliadas no estudo de sistemas adesivos. Portanto, conclui-se que a inclusão desse novo solvente não trará prejuízos as propriedades mecânicas de sistemas adesivos, podendo então contribuir de maneira satisfatória para o desempenho clínico dos mesmos.

## REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

---

1. Carvalho RM, Pegoraro TA, Tay FR, Pegoraro LF, Silva NR, Pashley DH. Adhesive permeability affects coupling of resin cements that utilise self-etching primers to dentine. *J Dent*. 2004 Jan;32(1):55-65.
2. Paul SJ, Leach M, Rueggeberg FA, Pashley DH. Effect of water content on the physical properties of model dentine primer and bonding resins. *J Dent*. 1999 Mar;27(3):209-14.
3. Tay FR, Pashley DH. Water treeing--a potential mechanism for degradation of dentin adhesives. *Am J Dent*. 2003 Feb;16(1):6-12.
4. Tay FR, Frankenberger R, Krejci I, Bouillaguet S, Pashley DH, Carvalho RM, et al. Single-bottle adhesives behave as permeable membranes after polymerization. I. In vivo evidence. *J Dent*. 2004 Nov;32(8):611-21.
5. Tay FR, Hashimoto M, Pashley DH, Peters MC, Lai SC, Yiu CK, et al. Aging affects two modes of nanoleakage expression in bonded dentin. *J Dent Res*. 2003 Jul;82(7):537-41.
6. Chersoni S, Suppa P, Breschi L, Ferrari M, Tay FR, Pashley DH, et al. Water movement in the hybrid layer after different dentin treatments. *Dent Mater*. 2004 Nov;20(9):796-803.
7. Chersoni S, Suppa P, Grandini S, Goracci C, Monticelli F, Yiu C, et al. In vivo and in vitro permeability of one-step self-etch adhesives. *J Dent Res*. 2004 Jun;83(6):459-64.
8. Santerre JP, Shajii L, Leung BW. Relation of dental composite formulations to their degradation and the release of hydrolyzed polymeric-resin-derived products. *Crit Rev Oral Biol Med*. 2001;12(2):136-51.
9. Hashimoto M, Ohno H, Sano H, Kaga M, Oguchi H. Degradation patterns of different adhesives and bonding procedures. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater*. 2003 Jul 15;66(1):324-30.
10. Hashimoto M, Ohno H, Sano H, Kaga M, Oguchi H. In vitro degradation of resin-dentin bonds analyzed by microtensile bond test, scanning and transmission electron microscopy. *Biomaterials*. 2003 Sep;24(21):3795-803.
11. Burrow MF, Satoh M, Tagami J. Dentin bond durability after three years using a dentin bonding agent with and without priming. *Dent Mater*. 1996 Sep;12(5):302-7.

12. Carrilho MR, Carvalho RM, Tay FR, Yiu C, Pashley DH. Durability of resin-dentin bonds related to water and oil storage. *Am J Dent*. 2005 Dec;18(6):315-9.
13. Majtan J, Majtan V. Dimethyl sulfoxide attenuates TNF-alpha-induced production of MMP-9 in human keratinocytes. *J Toxicol Environ Health A*. 2011 Oct 15;74(20):1319-22.
14. Jacob S.W., Herschler R.J., Rosenbaum E.E., "Dimethyl sulfoxide (DMSO): laboratory and clinical evaluation". *J Am Vet Med Assoc*. 1965 Dec 15;147(12):1350-9.
15. Scaduto RC, Jr. Oxidation of DMSO and methanesulfinic acid by the hydroxyl radical. *Free Radic Biol Med*. 1995 Feb;18(2):271-7.