



Universidad
Nacional
de Córdoba



UNIVERSIDAD NACIONAL DE CÓRDOBA

FACULTAD DE ODONTOLOGÍA

ESCUELA DE POSGRADO

**“CORRELACIÓN ENTRE COMPORTAMIENTO TÉRMICO Y
COMPOSICIÓN DE SISTEMAS ADHESIVOS ODONTOLÓGICOS A
TRAVÉS DEL ANÁLISIS TERMOGRAVIMÉTRICO Y
ESPECTROSCOPIA INFRARROJO”**

TESISTA:

OD. LILIAN NASS KUNSTMANN

DIRECTOR:

PROF. DR. RICARDO JUAN CABRAL

CÓRDOBA, 2014



Esta obra está bajo una [Licencia Creative Commons Atribución-
NoComercial-CompartirIgual 4.0 Internacional](https://creativecommons.org/licenses/by-nc-sa/4.0/).



Programa de Doctorado
en Odontología



Universidad Nacional de Córdoba

Universidad de Concepción

Universidad Nacional de Córdoba

Facultad de Odontología

Escuela de Posgrado

Trabajo de tesis para optar al Título de
DOCTOR EN ODONTOLOGÍA

**CORRELACIÓN ENTRE COMPORTAMIENTO TÉRMICO Y
COMPOSICIÓN DE SISTEMAS ADHESIVOS ODONTOLÓGICOS
A TRAVÉS DEL ANÁLISIS TERMOGRAVIMÉTRICO Y
ESPECTROSCOPIA INFRARROJO**

Doctoranda

Od. Lilian Nass Kunstmann

Director de tesis

Prof.Dr. Ricardo Juan Cabral

Codirector de tesis

Prof. Dr. Nazmy Reyes Velásquez

Asesor Científico

Prof. Dr. Mario Rodríguez Baeza

2014



INDICE

Resumen.....	1
1. Introducción	2
2. Marco teórico	3
3. Hipótesis	17
4. Objetivos OBJETIVO GENERAL	17
OBJETIVOS ESPECÍFICOS	17
5. Materiales y métodos	18
5.1. Tipo de estudio	18
5.2. Muestra	18
5.3. Grupo control	24
5.4. Estudio por espectroscopía infrarrojo FT-IR	24
5.5. Preparación de pastilla para análisis infrarrojo	24
5.6. Estudio por termogravimetría (TGA)	26
5.7. Preparación de saliva artificial (Mendoza M., 2012)	28
5.8. Protocolo para mantención de las muestras en los ambientes	30
6. Resultados	32
6.1. Análisis por espectroscopía infrarrojo (FT-IR)	32
6.2. Análisis de la estabilidad térmica (TGA)	49
6.2.1. Humedad relativa o humedad ambiental o ambiente	50
6.2.2. 100 % humedad	61
6.2.3. Agua acidulada a pH 3	72
6.2.4. Saliva artificial	83
6.3. Tablas y gráficos con sistemas adhesivos en los cuatro ambientes	93



6.4. Efecto de los ambientes agua y pH 3 sobre el adhesivo G-Bond, comparado con su grupo control.....	105
6.5. Comparación de todos los sistemas adhesivos en ambiente 100% humedad.....	106
6.6. Comparación de un mismo sistema adhesivo en los diferentes ambientes.....	107
6.7. Gráficos comparativos de la estabilidad térmica de los sistemas adhesivos convencionales y sistemas adhesivos ambientes.....	108
6.8. Resumen de los sistemas adhesivos convencionales en todos los ambientes.....	121
6.9. Resumen de los sistemas adhesivos autoacondicionantes	122
6.10. Comparación estabilidad térmica. Efecto de los cuatro ambientes.....	123
7. Discusión	124
8. Conclusiones	130
9. Referencias bibliográficas	133



Resumen

Introducción: Se realizó un estudio in vitro de once sistemas adhesivos poliméricos de grabado independiente o convencionales y autoacondicionantes, para establecer si las condiciones de trabajo clínico favorecen su eficiencia. Se plantea que los sistemas adhesivos autoacondicionantes presentan menor estabilidad térmica que los sistemas adhesivos convencionales, y como consecuencia, la necesidad de reemplazar restauraciones estéticas insatisfactorias a corto o mediano plazo.

Objetivos: Determinar el comportamiento térmico de once sistemas adhesivos poliméricos sometidos a diferentes rangos de temperatura en ambientes con 100% de humedad, presencia de agua acidulada a pH 3, humedad relativa o ambiental, saliva artificial y la correlación con su composición. **Métodos:** Se utilizaron adhesivos autograbantes y convencionales. Con cada uno de ellos se prepararon muestras en cápsulas de aluminio pequeñas y se fotopolimerizaron con una lámpara LED. Se les realizó el estudio de espectroscopía infrarrojo con transformada de Fourier (FT-IR), asignando las bandas de absorción de los grupos funcionales orgánicos de cada compuesto, correspondientes a los grupos químicos que poseen. Posteriormente fueron sometidas a examen termogravimétrico en un rango comprendido entre temperatura ambiente y 500°C para establecer un patrón de comportamiento térmico en ambiente inerte y luego de permanecer en agua acidulada, 100% humedad, humedad ambiental y saliva artificial. Los termogramas informaron las temperaturas de descomposición y los porcentajes de pérdida de masa. Se correlacionaron los resultados del estudio de FT-IR infrarrojo con el comportamiento térmico de los sistemas adhesivos poliméricos. **Resultados:** Al analizar los termogramas, se observó la pérdida de masa, eficiencia de la polimerización y cantidad de masa residual. Se observaron dinámicas de degradación diferentes por el diseño de las curvas y por los cambios en la línea base. **Conclusión:** Los sistemas adhesivos de ambos grupos analizados, presentaron elevado grado de polimerización. Sin embargo, el efecto producido por las condiciones a las cuales fueron sometidos, depende del tipo de adhesivo, siendo que, los adhesivos convencionales, a diferencia de los autoacondicionantes, se degradan en menor extensión, reflejado por su mayor estabilidad térmica.



1. Introducción

En el presente trabajo de investigación, se intenta establecer el efecto de cuatro ambientes: agua, pH 3, humedad ambiental y saliva artificial en once sistemas adhesivos poliméricos, autograbantes y convencionales, para establecer la correlación entre la pérdida de masa y su composición.

Con cada uno se prepararon 40 muestras, conformando 11 grupos con 40 muestras cada uno. De los 11 grupos, se procedió a elegir en forma aleatoria 2 muestras a las que se les fraccionó un trozo, obteniéndose un total de 22 muestras, las que se molieron en un mortero de ágata, homogenizando con 100 mg de bromuro de potasio (KBr), como soporte de las muestras para análisis por espectroscopía infrarrojo FT-IR. Se estudió la composición y caracterización cualitativa, asignando a las bandas de absorción de los espectros, los grupos químicos que ellos poseen. Se señalaron los grupos funcionales orgánicos que se presentaron en forma más relevante, para saber con cierta certeza qué tipo de monómeros dieron origen al polímero.

El resto de las muestras fueron mantenidas una semana en los cuatro ambientes a 37°C y luego sometidas a análisis termogravimétrico (TGA) para establecer un patrón de comportamiento térmico en un rango comprendido entre temperatura ambiente y 500°C. Los termogramas informaron las temperaturas de descomposición y los porcentajes de pérdida de masa de los sistemas adhesivos. Posteriormente, se correlacionaron los resultados del estudio por análisis infrarrojo con el comportamiento térmico, para establecer una dinámica de correlación entre pérdida de masa y su composición.

Se realizó un estudio exhaustivo de sistemas adhesivos poliméricos existentes en el mercado para destacar aquellos que presentan mejor comportamiento, entendiendo que ello contribuye al éxito clínico. Un adhesivo muy hidrófilo en contacto con humedad en boca se degrada y pierde masa, favoreciendo la necesidad de reemplazar restauraciones estéticas insatisfactorias a corto o mediano plazo (Leinfelder, 2000).



2. Marco teórico

Los sistemas adhesivos poliméricos pertenecen a la familia de las resinas compuestas, y de acuerdo a la clasificación según su viscosidad, son fluidos (Abate citado en Lanata, 2013). Son los protagonistas de la técnica adhesiva, paso previo de vital importancia en la aplicación de una restauración de resina compuesta o en el procedimiento de cementación de una restauración.

El desarrollo de un nuevo tipo de resina compuesta (Bowen, 1962), cuya principal innovación fue la matriz de resina de Bisfenol-A-Glicidil Metacrilato (Bis-GMA) y un agente de acoplamiento o silano entre la matriz de resina y las partículas de relleno, ha sido testigo de numerosos avances y su futuro es aún más prometedor, ya que se están investigando prototipos que superarían sus principales deficiencias, sobre todo para resolver la contracción de polimerización y el estrés asociado a ésta.

Los materiales compuestos son combinaciones tridimensionales de por lo menos dos materiales químicamente diferentes, con una interface distinta, obteniéndose propiedades superiores a las que presentan sus constituyentes de manera individual (Anusavice, 2004; Macchi, 2007). La introducción de la tecnología de las resinas compuestas dentro de la odontología restauradora, ha sido una de las contribuciones más significativas para la odontología en los últimos veinte años. Las ventajas de las restauraciones adheridas a la estructura dental, incluyen conservación de tejido dental sano, reducción de la microfiltración, prevención de la sensibilidad postoperatoria, refuerzo de la estructura dental, transmisión y distribución de las fuerzas masticatorias a través de la interface adhesiva del diente. A pesar de sus ventajas, las resinas compuestas presentan significativas deficiencias en cuanto a su desempeño, sobre todo lo relacionado con la contracción de polimerización y al estrés que esta produce en la interface diente - restauración. Actualmente, las mejoras en las formulaciones, el desarrollo de nuevas técnicas de colocación y la optimización de sus propiedades físicas y mecánicas, han hecho la restauración de resina compuesta más segura y predecible (Rodríguez y Pereira, 2007).



Igualmente, las técnicas adhesivas se han perfeccionado de tal forma, que la adhesión entre la resina compuesta y la estructura dental es más confiable, reduciendo la filtración marginal y las caries secundarias. Además, las restauraciones de resina, por ser adhesivas a la estructura dental, permiten preparaciones cavitarias más conservadoras, preservando la valiosa estructura dental. Sin embargo, a pesar de todas estas ventajas, su aplicación es una técnica sensible y requiere de mayor tiempo de trabajo, ya que se debe controlar factores como la humedad del campo operatorio y la contracción de polimerización (Cobb et al., 2000).

En la literatura no existen referencias sobre la cantidad de pérdida de masa de los sistemas adhesivos poliméricos en presencia de agua y cambios de temperatura como estímulos, que se expresa en la degradación de estos materiales, ampliamente usados en los tratamientos odontológicos restauradores de las piezas dentarias.

Una buena unión al esmalte dentario es muy importante para preservar la interface diente restauración en términos de permanencia de la restauración en la cavidad bucal en condiciones óptimas, indicándose acondicionar siempre el esmalte con ácido fosfórico para garantizar la adhesión (De Munck et al., 2005). Artículos científicos demuestran que se consigue una excelente adhesión in vitro con sistemas adhesivos poliméricos autoacondicionantes de dos pasos con el esmalte biselado, no intacto, siendo apenas diferente a nivel de la integridad marginal in vivo (Perdigao, 2005; Eminkahyagil, 2005) y mejor cuando se realiza el grabado con ácido fosfórico previo en el esmalte (Fuks, 2002; Hannig, 2004; Peutzfeldt, 2004).

Los sistemas adhesivos poliméricos están compuestos básicamente de resinas hidrófilas tipo 2-hidroxietil metacrilato (HEMA), trietilenglicol dimetacrilato (TEGMA), glicerol fosfato-dimetacrilato (GPDM), dietilenglicoldimetacrilato (DEGMA), BPDM, dipenta eritrol-penta-acrilato-ácido-éster-mono fosforado PENTA), 4 metacriloxi etil trimetil anhídrido (4 META) para unirse a los tejidos dentales, y resinas hidrófugas tipo Bisphenol-A glycidyl dimetacrilato (Bis-GMA), dimetacrilato de uretano (UDMA), etc., para unirse a la resina compuesta,



utilizando como vehículo o solvente acetona, agua y/o etanol. También existen otras resinas acídicas como el Phenil-P o el 10-metacrilóxidecil-fosfato dihidrógeno (MDP) introducidas en los sistemas autograbantes, con una doble función, de ácido grabador y de resina hidrófila.

En los últimos años se ha introducido la principal diferencia técnica, en donde en un solo paso se aplica tanto la resina hidrófila como la hidrófuga desde un mismo frasco, en el cual está excluida, claro está, el complejo amina-peróxido que actúa como catalizador químico, confiando toda la polimerización a los catalizadores lumínicos como la canforoquinona, perdiendo así su capacidad de polimerización dual.

Actualmente se reconoce al químico suizo Oscar Hagger como el pionero en obtener adhesión a los tejidos dentales (McClean, 2000), patentando en 1949 el Sevricon cavity seal de la compañía Amalgamated/DeTray, basado en el dimetacrilato del ácido glicerofosfórico. Posteriormente, a partir de los estudios de Buonocore, se admite que se logra una buena unión a esmalte grabado con ácido fosfórico al 37% durante 15-20 segundos (Buonocore, 1955). La unión más eficaz a dentina se consigue al eliminar el barro dentinario mediante un ácido, también ácido fosfórico (Fusayama, 1990) y los adhesivos embeben el colágeno en 10 a 20 nm de profundidad, conformando lo que Nakabayashi identificó como capa híbrida (Nakabayashi, 1984). La capa híbrida ha sido ampliamente investigada por Van Meerbeek, Pashley, Gwinnett, Perdigão, etc. (Pashley, 2000; Van Meerbeek, 1999). Se recomienda mantener la dentina con cierta humedad durante los procesos clínicos (Kanka, 1992; Santini y Mitchell, 1998), lo que disminuye la sensibilidad postoperatoria y mejora la adhesión. La obtención del grado de humedad óptimo en la superficie de la dentina es un logro difícil de concretar.

Entre los sistemas adhesivos poliméricos, se puede distinguir a los de grabado independiente o convencionales, que requieren un grabado ácido previo de las estructuras dentarias y los autograbantes o autoacondicionantes, que no requieren grabado ácido previo. Los adhesivos autoacondicionantes pueden ser fotopolimerizables o de curado dual, foto y/o autopolimerizables. De éstos



últimos, los que vienen en un solo frasco no pueden tener una polimerización dual, porque es imposible mantener mezclados en un solo frasco las aminas y los peróxidos sin que se desencadene la reacción de polimerización química, siendo la polimerización dual deseable para asegurar el endurecimiento del adhesivo en zonas de difícil acceso para la luz. La estructura química de los adhesivos contiene resinas hidrófugas e hidrófilas, catalizadores como la canforoquinona para la polimerización por luz, o un complejo amina-peróxido para el endurecimiento químico, siendo la combinación de ambos lo que permite el fraguado dual. También contienen estabilizadores, fluoruros, micropartículas o nanopartículas de relleno. Los que contienen relleno o partículas inorgánicas, tienen menor contracción de polimerización y mayor resistencia estructural, pero los que no contienen relleno tienen mejor humectabilidad y fluyen mejor entre las fibras de colágeno. Sin embargo, lo que marca la mayor diferencia es el solvente. Los sistemas adhesivos poliméricos vienen disueltos en agua, etanol, acetona o combinaciones de ellos. La acetona presenta mayor afinidad por la humedad permitiendo trabajar sin desecar la dentina, pero pierden fuerza de adhesión en dentina seca (Jacobsen y Söderholm, 1998; Abdalla y Davidson, 1998), y un exceso de agua produce patrones de adhesión imperfectos (Tay et al., 1996). Además es muy volátil.

Los sistemas adhesivos poliméricos que utilizan como vehículo agua, se comportan bastante bien en dentina seca (Van Meerbeek et al., 1999). El etanol actúa en estos adhesivos como un solvente de características intermedias entre los dos anteriores, pudiendo ser usados sobre dentina húmeda o seca sin que existan diferencias significativas en los resultados. Cuando se emplean sobre dentina húmeda no requieren tanta cantidad de humedad como los adhesivos disueltos en acetona. Son más volátiles que los disueltos en agua pero no tanto como los disueltos en acetona.

Los adhesivos autograbantes están compuestos de un primer ácido, que al ser aplicado sobre la dentina disuelve superficialmente el barro dentinario, y graba la dentina, al mismo tiempo que la impregna de resina, creando una capa híbrida de 2 a 3 micrometros, eliminando así, el problema de decidir entre dejar la dentina seca o húmeda. Estos adhesivos tienen escasa sensibilidad



postoperatoria y son menos vulnerables a errores en la técnica de aplicación. Minimizan el riesgo de contaminación del campo operatorio al no tener que lavar el ácido, pero no se puede controlar la calidad del grabado sobre el esmalte.

La profundidad de penetración de los sistemas adhesivos poliméricos está íntimamente relacionada con la duración de la restauración (Meyer-Lueckel et al., 2006) y la fuerza adhesiva está relacionada estrechamente a los procesos de hidrólisis y dilución de los componentes de la interface en los adhesivos actuales (De Munck, 2005; Donmez, 2005; Tay, 2005). La presencia de agua es necesaria en los adhesivos autograbables para lograr su ionización y una buena adhesión (Hiraishi, 2005; Van Landuyt, 2005), pero la extensa absorción de agua de los actuales resinas dentales hidrófilas es preocupante. Esto puede afectar la estabilidad mecánica de estas resinas y favorecer la rápida y alarmante degradación de los adhesivos dentinarios (Malacarne et al., 2006). Por otra parte, cuanto más ácido sea el pH de los adhesivos, son más hidrófilos (Tay, 2007; Hashimoto, 2004).

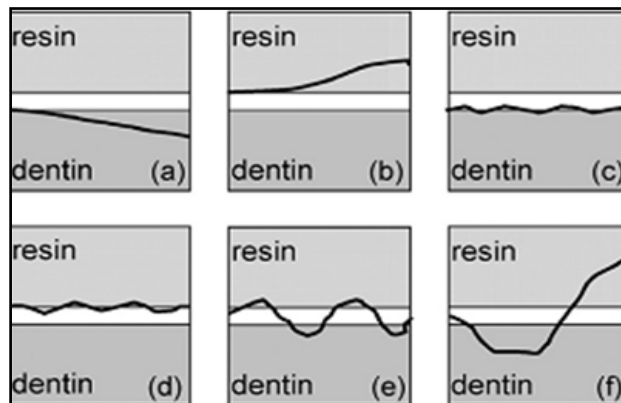
Los sistemas adhesivos poliméricos se pueden clasificar de diferentes maneras para entender su evolución. Sin embargo parece más sensato clasificarlos según su estrategia adhesiva en los que requieren las acciones de grabar y lavar, que pueden ser de tres o dos pasos, y los autoacondicionantes o autograbantes, que son de dos y un paso (Perdigao, 2007). El sistema adhesivo convencional de 3 pasos, de grabado total con primer basado en etanol, presenta un comportamiento clínico y de laboratorio superior, siendo el «Gold estándar» en la adhesión dentina – resina (Demunck et al., 2005).

Los sistemas adhesivos convencionales de 3 pasos y los autograbantes de 2 pasos, dan resultados clínicos confiables. Los sistemas que buscan una técnica de aplicación más simplificada, presentan mayor sensibilidad a la técnica y menor rendimiento clínico, siendo los sistemas adhesivos de 2 pasos con grabado total, los más susceptibles a la degradación (Peumans et al., 2005). Una banda de resina compuesta adherida a esmalte, rodeando a la resina compuesta adherida a dentina, protege efectivamente la degradación de la capa adhesiva y la restauración. La mayor implicancia clínica de este fenómeno se observa en el

margen gingival de restauraciones clase II, donde la presencia de esmalte es lo ideal para el éxito clínico a largo plazo (Gamborgi et al., 2007), por lo que no se recomienda restaurar una clase II en forma directa si no existe esmalte cervical, siendo una restauración indirecta una mejor opción para obtener mejor ajuste cervical y menor contracción de polimerización por volumen de resina, ya que sólo se utiliza en forma directa la resina de fijación.

En relación al comportamiento clínico de sistemas adhesivos con y sin relleno, se concluye que a pesar de que los adhesivos con relleno mejoran levemente la durabilidad, esta no es significativa (Ritter et al., 2009).

En pruebas de cizallamiento y tracción in vitro, es posible identificar fallas adhesivas en la capa híbrida, las que pueden ser a) cohesiva en dentina, b) cohesiva en resina, c) adhesiva en la interface dentina- adhesivo, d) adhesiva entre interface resina- adhesivo, e) mixta involucrando pequeñas porciones de dentina o resina, e) mixta involucrando pequeñas porciones de dentina o resina y f) mixta involucrando grandes porciones de dentina o resina (Scherrer et al., 2010). (Ver Esquema 1)



Esquema 1. Fallas adhesivas en la capa híbrida (Scherrer et al., 2010)

La adhesión dentaria abarca todo el sistema de unión entre diversos materiales dentales y los distintos sustratos dentarios, ya sean esmalte o dentina. Para esto existen múltiples sistemas adhesivos, cada uno con sus ventajas y desventajas



dependiendo del sustrato dentario. Actualmente se busca la simplificación de la técnica, pero esto no ha producido un aumento en la resistencia adhesiva, ya que el estándar de oro de la adhesión sigue siendo a través de múltiples pasos. La degradación combinada de resina y colágeno puede aumentar el agua en la interfaz, lo que lleva a un efecto perjudicial en la longevidad del adhesivo. Los patrones de degradación dentro de la capa híbrida están representados por pérdida de resina de los espacios interfibrilares y desorganización de las fibrillas de colágeno, debido a la hidrólisis de la resina y/o el colágeno (Breschi et al., 2008). Los sistemas adhesivos autograbantes de un paso presentan mayor absorción de agua. La resina hidrófila HEMA aumenta la absorción de agua y disminuye la resistencia a la tracción presentando dominios hidrófilos con solubilidad del sistema adhesivo, esto relacionado a su hidrofiliidad. Al utilizar sistemas adhesivos sin HEMA, se observa nanofiltración en racimos de agua en la capa adhesiva, debido a la fase de separación de los componentes hidrófugos y el agua residual en la superficie de la dentina (Takahashi et al., 2011).

El uso de sistemas adhesivos poliméricos convencionales, con grabado ácido y lavado en dentina profunda, donde se tiene alta sensibilidad, no es deseable por la alta humedad intrínseca de la dentina. El acondicionamiento ácido de la dentina elimina el barro dentinario, desmineralizándola, aumentando así su permeabilidad y la difusión intratubular (Uribe-Echevarría, Priotto y Lutri, 2003). Este inconveniente ya no existe con los sistemas adhesivos autoacondicionantes, pues conservan los smear plugs y el barro dentinario, reduciendo la permeabilidad y sensibilidad postoperatoria. De esta forma, al grabar previamente el esmalte con ácido fosfórico, se unen los aspectos positivos de los dos tipos de sistemas, ácido fosfórico en esmalte y autoacondicionante en dentina, obteniendo así una restauración bien sellada tanto en dentina como en esmalte. Es importante considerar, que si se desea éxito clínico y duradero con los sistemas adhesivos, existen los caminos, que dependen de su correcta indicación y aplicación.

Con la introducción de resinas compuestas en base a sistemas resinosos que fotopolimerizan por apertura de anillos (oxiranos) y su sistema adhesivo autoacondicionante (Adper-silorano), surgió la interrogante por saber que



ocurriría con los materiales similares, ya que los sistemas convencionales no son compatibles con ellos. Evidentemente este cambio en la constitución de la fase orgánica, necesita también de un cambio de la química del adhesivo, ya que debe ser compatible con el material obturador, por lo tanto el adhesivo también debe ser en base a oxiranos. En este caso se utiliza un adhesivo en base a oxiranos con características de autoacondicionante. A pesar de presentar buena capacidad de penetración en dentina (Cabral y Mazzola, 2008), no existen estudios clínicos de larga duración con estos materiales, pero en teoría eran aceptados ya que eran materiales hidrófugos que se contraían muy poco (Navarra et al., 2009). Estos fueron retirados del comercio por su separación de fases antes de ser utilizados, situación relatada por los clínicos. Un aspecto fundamental en el desarrollo de nuevos materiales, particularmente materiales clínicamente durables, es identificar la separación de fases y las condiciones que la promueven (Ye et al, 2008), ya que esto hace inviable su uso en la práctica clínica.

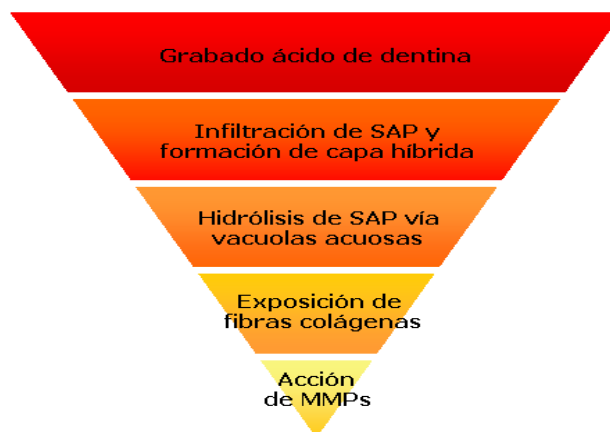
Por el momento se puede afirmar que las resinas a base de metacrilato y sus adhesivos son muy sensibles a la técnica. Además, si el sistema adhesivo no impregna bien la estructura dentaria, la restauración fallará en poco tiempo, debido a la percolación marginal, teniendo como consecuencia sensibilidad postoperatoria, pigmentación de la zona afectada, caries recidivante y pérdida de la obturación, como un proceso cronológico predecible (Sano et al., 1999; Hashimoto et al., 2000; Tay y Pashley ,2003; Donassolo et al., 2005; Spencer et al., 2006; Kostoryz et al., 2009).

En boca, existe un sin número de estímulos a los cuales toda restauración estética basada en el uso de sistemas adhesivos poliméricos está constantemente expuesta, siendo en estos casos de vital relevancia el tipo de unión que logre el sistema adhesivo con la estructura dentaria, el cual debe ser capaz de mantenerse estable frente a cambios de pH, de temperatura, fuerzas mecánicas, como principales ejemplos.

En la actualidad, los sistemas adhesivos poliméricos han tomado un protagonismo indudable en la utilización de materiales de obturación que se

usan mediante técnicas directas cuya retención se obtiene por técnica adhesiva, no depende de un diseño cavitario y es mayor la preservación de la estructura dentaria. A pesar de todas estas propiedades no se debe olvidar que son materiales muy sensibles a la técnica, por lo que la necesidad de controlar aspectos como, una correcta indicación, aislamiento absoluto, la selección de la resina adecuada a cada situación clínica, el uso de un buen protocolo adhesivo y una correcta polimerización, van a ser esenciales para obtener resultados clínicos satisfactorios.

La evidencia científica demuestra citotoxicidad, muerte aséptica y asintomática de la pulpa dentaria cuando se realiza la aplicación de monómeros resinosos en dentina de pared axial y/o pulpar con alta permeabilidad y difusión. La integridad de la capa híbrida no es permanente, se degrada gradualmente después de 1 a 2 años como consecuencia de la hidrólisis que sufre el colágeno, más aún si los adhesivos tienen monómeros hidrófilos y las fibras colágenas se ven expuestas a la acción de metaloproteinasas (MMPs) de la matriz. La secuencia más conocida sobre degradación de la capa híbrida, siguiendo el protocolo de adhesión con los sistemas adhesivos poliméricos, se puede observar en el siguiente esquema:



Esquema 2. Secuencia de degradación de la capa híbrida
SAP: Sistema Adhesivo Polimérico (Nass et al., 2011)



La unión al tejido dentario puede ser comparada a la construcción de una cadena con una serie de eslabones donde ella es apenas tan fuerte como su eslabón más débil (Baratieri et al., 1998). En el caso del esmalte dentario, fue determinado que el eslabón potencialmente débil estaba entre el esmalte y la resina, lo que se soluciona con el grabado ácido preconizado por Buonocuore en 1955. En dentina, el eslabón más débil es la capa híbrida, descrita por Nakabayashi, junto al agente de unión; hoy se sabe que es fundamental mantener esta cadena intacta y fuerte por el mayor tiempo posible o a largo plazo.

Las MMPs en saliva y dentina grabada están involucradas en la degradación de las fibras colágenas de la capa híbrida. Un ambiente ácido activa las MMPs. Las MMPs endógenas tienen una mayor acción en la degradación que las exógenas provenientes de las bacterias, por lo menos en lo que a colagenasas se refiere.

Se ha estudiado la acción de endopeptidasas en la dentina mineralizada en forma inactiva como pro-metaloproteinasas (pro-MMPs), sintetizadas por células conectivas, las que actúan en forma fisiológica durante el desarrollo del diente y se activan en medio ácido, degradando el colágeno de la interfaz adhesiva. Este efecto disminuye con el uso de clorhexidina al 2% durante 1 minuto posterior al grabado ácido. La clorhexidina tiene un efecto inhibitor de las MMPs a corto y mediano plazo cuando se usa monómeros acídicos. (Osorio R, et al, 2011). Se requiere estudios in vivo que evalúen los resultados del uso de clorhexidina a largo plazo (Moon et al., 2010). En un estudio, los sistemas adhesivos Adper Single Bond 2, Clearfil SE Bond, Clearfil tri-S Bond y G-Bond, se mantuvieron en agua con y sin enzimas y se realizaron tests de resistencia a la microtracción, siendo más bajos los resultados en los grupos con enzimas. Se evaluaron los efectos de colagenasa y acetilcolinesterasa, simulando enzimas salivales, para acelerar el proceso de envejecimiento de las interfaces de unión, debido a que la nanofiltración hace vulnerable las obturaciones a degradación por MMPs salivales. Si las MMPs en la dentina desmineralizada y en el ambiente oral pueden afectar la unión de la interface, los pacientes con aumento de los niveles de MMPs en la cavidad bucal por enfermedades como el cáncer, periodontitis o caries dentales severas, requieren especial cuidado para prevenir que las MMPs



induzcan un colapso en las obturaciones que emplean protocolos adhesivos. La nanofiltración es un término que describe la difusión de iones pequeños o moléculas en la capa híbrida en ausencia de la formación de gaps (Sano, 1995). Estos patrones de nanofiltración por MMPs también se han observado en microscopía electrónica de barrido (SEM) en sistemas autograbantes, con la presencia de racimos de agua en la capa de adhesivo después de estar inmersos en agua tres meses y en sistemas de grabar y lavar se observa nanofiltración en la capa híbrida y en el adhesivo (Chiaraputt et al., 2011). Las colagenasas bacterianas no modifican el proceso de degradación de las fibras colágenas descalcificadas como si lo hacen las MMPs endógenas (Toledano et al., 2007).

En otra investigación se preparó una cavidad, se colocó adhesivo, se tomó una impresión y se realizó el vaciado en resina epóxica. Al SEM se revelaron gotas de agua que salían de la superficie del adhesivo. Estas gotas pueden comprometer la unión entre el adhesivo y la resina (Breschi et al., 2008).

Una evaluación de la expresión de MMP-2 en cultivo de fibroblastos de pulpa humana expuestos a sistemas adhesivos, señaló que la expresión/activación de MMP-2 puede representar un mecanismo de defensa expresado por los fibroblastos a la exposición de los monómeros de los sistemas adhesivos dentinarios. El aumento de MMP-2 puede conducir a la destrucción de la matriz dentinaria o puede regular la diferenciación de células mesenquimáticas, ya que se mantiene la formación de dentina reparativa. Entonces la activación de las MMPs pareciera tener dos resultados, degradación de fibras colágenas y formación de dentina reparativa (Orsini et al., 2011).

Se ha observado que debido a la diversidad de compuestos que poseen los sistemas adhesivos, presentan a su vez separación de fases, las que pueden diferenciarse claramente y manifestar diversos efectos adversos como una disminución de la concentración de monómero, infiltración diferencial e incompleta en la matriz desmineralizada, regiones de resina y colágeno desprotegido y disperso, vulnerable al ataque de MMPs endógenas (Osorio et al, 2011). El concepto clínico que se desprende de esto, es que se debe agitar

siempre los frascos en donde vienen dispensados los adhesivos antes de usar y frotarlos con fuerza al ser aplicados en dentina durante 20 segundos como mínimo. Sin ser una solución ideal, se ha visto que el etanol tiene mejor comportamiento que la acetona como solvente en los sistemas adhesivos, *“El agua es reemplazada de los espacios intra e interfibrilares por etanol que soporta la matriz de colágeno desmineralizada en su estado deshidratado pero plenamente extendido”* (Tay citado en Toledano, 2013).

Estudios actuales han demostrado que el uso de zinc en exceso actúa inhibiendo la degradación de la capa híbrida. En presencia de agua o ácido, el Zn sale al mezclarse con los iones negativos y al agregar ZnO en exceso, hace que éste vuelva a su locación original o dominio catalítico en la MMPs. La adición de nanopartículas de ZnO en los adhesivos, muestra la capacidad de inhibir la degradación de la capa híbrida durante un mes y su comportamiento es más efectivo que el uso de ZnCl₂. Se requiere mayor evidencia científica a largo plazo, aunque por años se han observado buenos resultados en obturaciones con amalgamas, fosfato de zinc y eugenato (Osorio et al., 2011).

La doxiciclina inhibe totalmente la degradación de las fibras colágenas en dentina normal y desmineralizada. El zinc en exceso disminuye de manera significativa la degradación de las fibras colágenas, por lo menos durante 3 semanas. La clorhexidina lo hace sólo por 24 horas y con menor intensidad (Osorio, 2013).

El advenimiento de un nuevo material, debe pasar por múltiples etapas hasta llegar a su uso clínico en forma eficaz y eficiente. Se habla de estado del arte (standard of art) del material, luego pasa a un estado de cuidado (standard of care) y desde allí puede derivar en otras buenas ideas o establecerse como un complemento útil para el profesional. En este proceso se invierte 10 años aproximadamente (Ferracane, 2011).

Actualmente el estado del arte de la adhesión a dentina está en encontrar un mecanismo de remineralización dentinaria o biomimética en dentina. Un estudio que examinó la integridad de las interfaces dentina-resina de un adhesivo de



grabado y lavado con nanorelleno después de la aplicación de dos estrategias: en el esquema de la prevención de la degradación de las fibras colágenas desnudas y rodeadas de agua con el uso de inhibidores de MMPs o conjugados con monómeros de resina, representan el estado del arte para la longevidad de la unión resina/dentina. Inhibir la degradación del colágeno sin remover la causa de la degradación (por ejemplo agua), es análogo al rol jugado por la medicina paliativa para aumentar la expectativa de vida. La medicina paliativa es muy valiosa cuando la causa de la enfermedad no es conocida o cuando un tratamiento definitivo no es posible. Prevenir la degradación de la capa híbrida con el uso de inhibidores de MMPs continuará siendo el método predominante para aumentar la longevidad de la unión dentina/resina hasta que soluciones más proactivas sean clínicamente posibles. Igualmente, el uso de esta estrategia es deseable para prevenir la degradación del colágeno antes que la remineralización biomimética pueda progresivamente deshidratar la matriz colágena y reemplazar el agua con apatita intra y extrafibrilar donde sea aplicable (Osorio, 2012).

Otro inhibidor de MMPs útil en la unión a dentina es el ácido polivinilfosfónico (PAVA), uno de los análogos biomiméticos empleados en un acercamiento experimental a la remineralización. Los resultados destacan la crítica barrera para avanzar por los sistemas adhesivos contemporáneos, al menos, con el uso de los sistemas adhesivos de grabado y lavado, describiendo nuevamente que existe una zona rica en agua en la interface dentina-resina que precipita por el aumento de la hidrofiliidad de los sistemas adhesivos actuales. La remineralización intrafibrilar de las fibras colágenas ha sido en la capa híbrida después del envejecimiento in vitro. Este “mecanismo de autocuración”, demanda soluciones creativas, como reemplazar el agua con apatita intra y extrafibrilar, y el uso de los monómeros análogos biomiméticos y potenciales anti-MMPs (Brackett et al, 2011).

Los sistemas adhesivos suaves de dos pasos no son totalmente inmunes a la degradación de esta unión, ya que ellos son hidrófilos, y la hidrólisis enzimática de uniones esteres puede aún ocurrir a través del tiempo. Los factores que comprometen esta durabilidad de los sistemas adhesivos son: 1) degradación

hidrolítica por absorción de agua; 2) infiltración incompleta de los monómeros de resina; 3) colagenolisis por MMPs endógenas y catepsinas (cisteína proteasas); 4) grabado y lavado v/s autograbantes. Frente a este escenario, se han implementado estrategias experimentales como el aumento del grado de conversión y resistencia a esterasas en adhesivos hidrófilos; inhibidores de enzimas colagenolíticas; el uso de agentes entrecruzadores para silenciar la actividad de MMPs y catepsinas; adhesión húmeda con etanol en resinas hidrófugas y remineralización biomimética de la matriz colágena usando análogos de matriz de proteínas para progresivamente reemplazar agua con apatita intra y extrafibrilar (Liu et al, 2011; Almahdy et al., 2012).

Las reacciones químicas ácido-base constituyen la base de los procesos de remineralización. El 4 Meta/MMA/TBB (“Brush and Bond”) es el adhesivo base del “Esmalte Artificial” y el cepillo dental es esencial para evitar la desmineralización. El “Esmalte Artificial” se realiza acondicionando con ácido cítrico al 10%, cloruro férrico al 3% y adhesivo Meta/MMA/TBB (Nakabayashi, 2012).

Todos los sistemas adhesivos del mercado obtienen buenos resultados inmediatos. La complejidad se presenta en el desgaste en el tiempo de la interface adhesiva. Los sistemas adhesivos de menos pasos son más sencillos de usar pero sacrifican la calidad y duración de la adhesión. Se recomienda emplear un sellador superficial hidrófugo, extender los tiempos de polimerización, usar inhibidores de las MMPs, mejorar la impregnación del sistema adhesivo aumentando los tiempos de aplicación y frotarlo enérgicamente.

La adhesión dentaria abarca todo el sistema de unión entre diversos materiales dentales y los distintos sustratos dentarios, ya sean esmalte o dentina. Cada sistema adhesivo tiene sus ventajas y desventajas dependiendo del sustrato dentario. La simplificación de la técnica es lo que se busca actualmente, pero el estándar de oro de la adhesión sigue siendo a través de múltiples pasos.



3. Hipótesis

Los sistemas adhesivos de uso odontológico autoacondicionantes presentan una mayor pérdida de masa que los sistemas adhesivos convencionales al estudiar su comportamiento térmico, bajo diferentes condiciones ambientales.

4. Objetivos OBJETIVO GENERAL

Estudiar el comportamiento térmico de distintos sistemas adhesivos de uso odontológico y la correlación con su composición estudiada por FT-IR.

OBJETIVOS ESPECÍFICOS

1. Estudiar el comportamiento térmico de diferentes sistemas adhesivos en presencia de humedad relativa (medio ambiente).
2. Analizar la estabilidad térmica de diferentes sistemas adhesivos en atmósfera con 100% de humedad.
3. Conocer el comportamiento térmico de diferentes sistemas adhesivos sometidos a diferentes rangos de temperatura en presencia de agua acidulada (pH 3).
4. Analizar la estabilidad térmica de diferentes sistemas adhesivos en saliva artificial.
5. Determinar en qué ambiente se genera una hidrólisis que altere en forma desfavorable la masa de los distintos adhesivos.
6. Comparar los resultados del comportamiento térmico de los sistemas adhesivos en los distintos ambientes con un estudio de espectroscopia FT-IR infrarrojo para analizar los grupos funcionales orgánicos más importantes que ellos presentan.
7. Correlacionar los resultados del estudio de FT-IR infrarrojo con el comportamiento térmico de los sistemas adhesivos.



5. Materiales y métodos

Los once adhesivos fueron polimerizados, con una lámpara LED, de acuerdo a las indicaciones de los fabricantes. Se sometieron a ambientes asociados a su uso clínico, entre ellos; pH 3, degradación hidrolítica, degradación con saliva artificial, y como control, se dejaron muestras en condiciones ambientales. Se mantuvieron en estos ambientes por una semana a temperatura bucal.

5.1. Tipo de estudio

Estudio de tipo descriptivo experimental.

5.2. Muestra

Para realizar el estudio experimental, se utilizaron 11 sistemas adhesivos, tanto autograbables como adhesivos no autograbantes (monofrascos):

Los adhesivos autograbantes utilizados fueron: Adper Silorano (3M Espe), Futurabond DC (VOCO), Go! (SDI) y AdheSe (Vivadent), entre **los adhesivos monofrasco** que se analizaron estaban: Prime & Bond NT (Dentsply), Adper Single Bond 2 (3M Espe), Solobond M (VOCO), One Coat Bond (Coltene), Optibond Solo Plus (Kerr) y XP Bond (Dentsply). (Ver Figura 1)



Figura 1. Sistemas adhesivos convencionales y autograbantes utilizados

Para cada grupo, se colocaron 10 mg aproximadamente de cada uno de los adhesivos, en cápsulas de aluminio pequeñas, preparando 40 muestras por grupo. El proceso de fotopolimerización se realizó con una lámpara LED Radii Cal de SDI, previamente testada con un radiómetro digital, el cual indicó 2.100 mw/cm^2 para que la lámpara sea utilizada en cada muestra siguiendo los protocolos clínicos. (Ver Figura 2). Se obtuvieron de esta forma 11 grupos de 40 muestras cada uno, obteniéndose un total de 440 muestras. (Ver Figura 3)

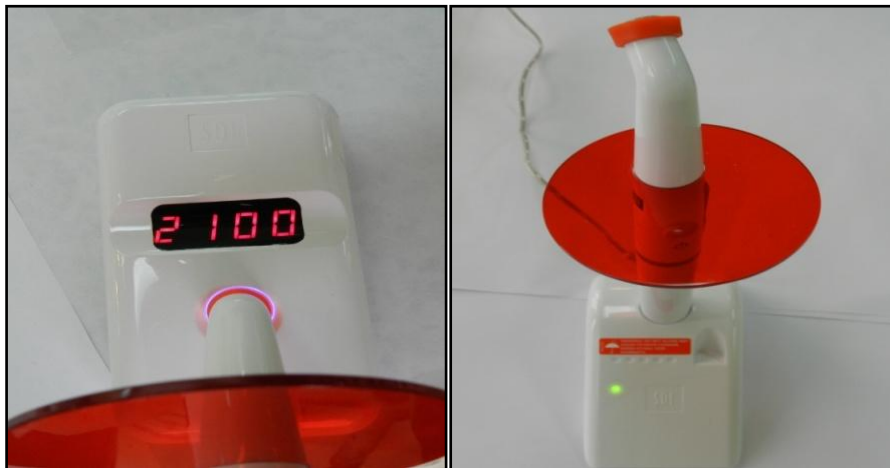
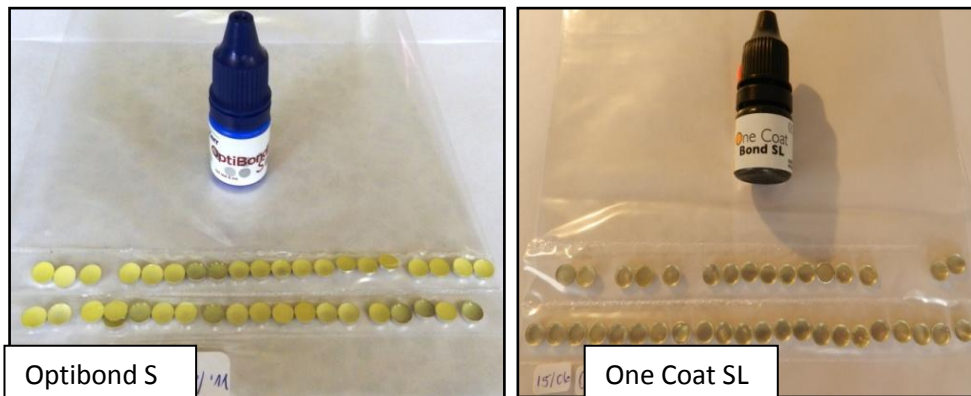


Figura 2. Lámpara LED Radii Cal de SDI

Figura 3. Sistemas adhesivos



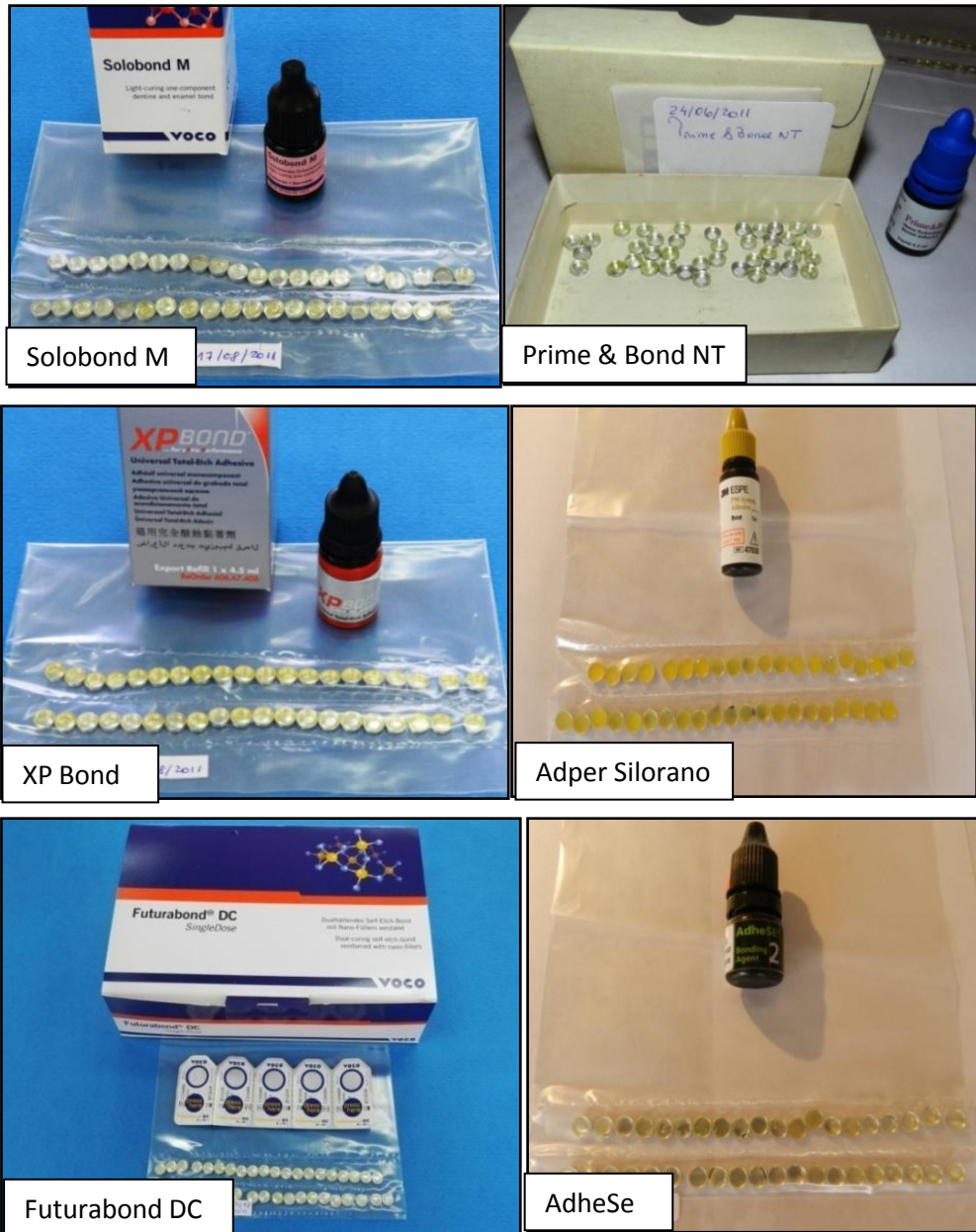
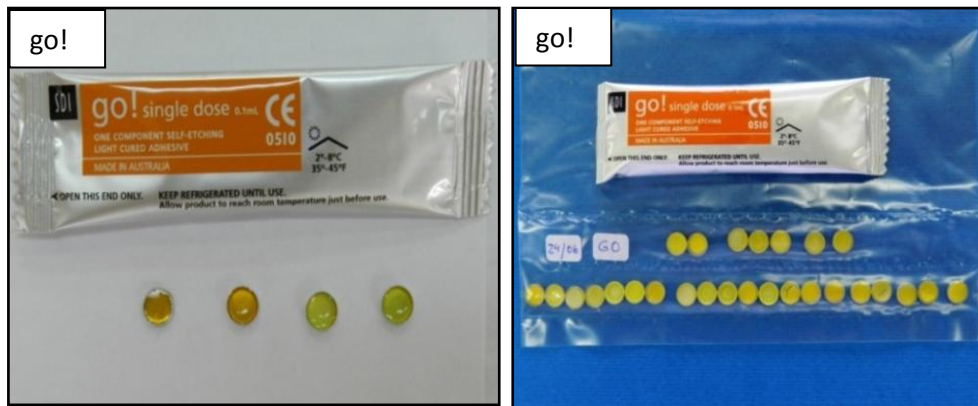
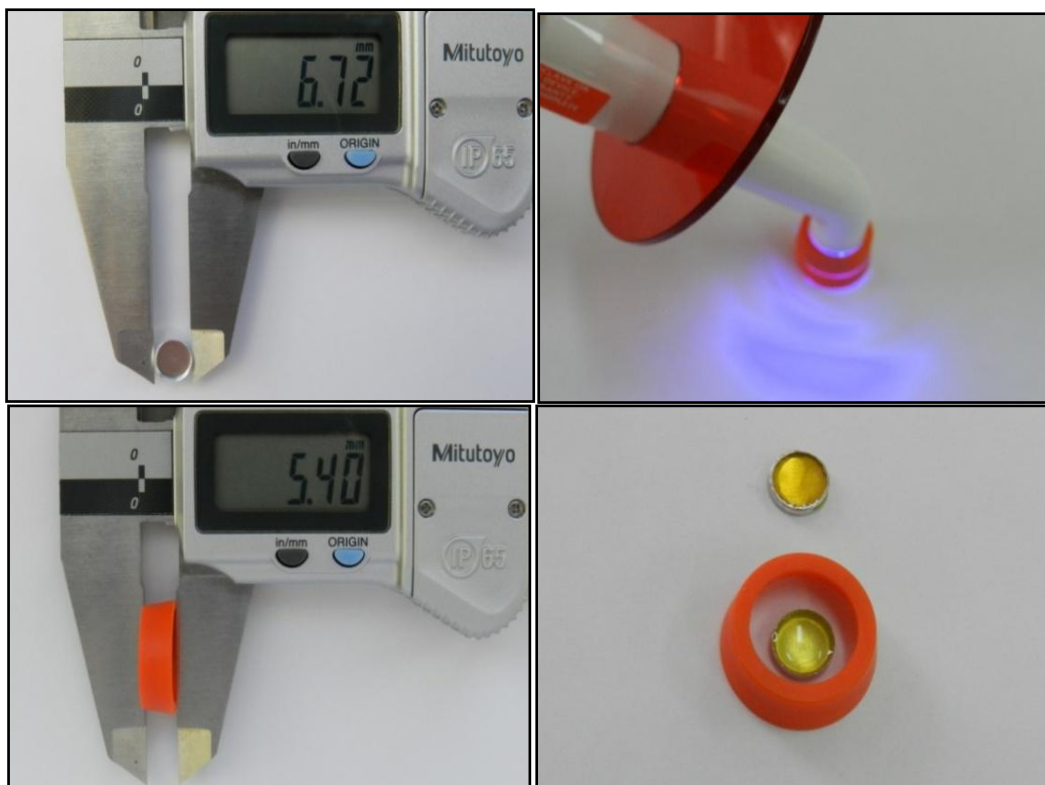


Figura 3. Sistemas adhesivos



Para estandarizar la distancia de fotopolimerización, entre el espécimen y la lámpara LED, se posicionó un protector ocular que se emplea en la punta activa de la boquilla de la lámpara. Este protector se interpuso entre el protector habitual de la lámpara y la muestra. La altura del protector es de 5.4 mm. La altura de la cápsula de aluminio es de 1.6 mm estando la superficie de la boquilla de la lámpara a 4 mm de la superficie del adhesivo aproximadamente. (Ver Figura 4)

Figura 4. Calibrador Mitutoyo y lámpara LED



Se prepararon 40 muestras de 11 sistemas adhesivos disponibles en el comercio local, para ser mantenidas una semana a 37° C en diferentes ambientes:

- 10 muestras de cada adhesivo en humedad relativa o medio ambiente.
- 10 muestras de cada adhesivo en atmósfera con 100% de humedad.
- 10 muestras de cada adhesivo en presencia de agua acidulada (pH 3).
- 10 muestras de cada adhesivo en presencia de saliva artificial.

Total = 440 muestras, de un peso de alrededor de 10 miligramos cada una. (Ver Figura 5)



Figura 5. Cápsulas de aluminio



5.3. Grupo control

Se confeccionaron 10 muestras de cada grupo de sistemas adhesivos para realizar análisis termogravimétrico sin presencia de agua u otro ambiente, registrar su comportamiento térmico desde temperatura ambiental a 500 °C y el análisis por espectroscopía FT-IR. 10 muestras de cada adhesivo sin presencia de agua (grupo control) Total = 110 muestras.

5.4. Estudio por espectroscopía infrarrojo FT-IR

De las 11 muestras obtenidas de cada adhesivo del grupo control, se seleccionaron aleatoriamente 2 de ellas para comprobar que poseen la misma composición y se les fraccionó una muestra para ser sometido a estudio de infrarrojo, dando un total de 22 muestras. La técnica instrumental utilizada para establecer la composición e identificación de grupos funcionales, fue la espectroscopía infrarroja con transformada de Fourier. Adicionalmente, esta técnica se utilizó para evaluar los cambios de grupos funcionales inducidas por la polimerización y que permiten establecer el grado de conversión. Del espectrofotómetro FT-IR se obtiene los espectros de infrarrojo utilizando el método por transformaciones de Fourier, para la determinación de la composición del polímero (Rouessac, 2000).

5.5. Preparación de pastilla para análisis infrarrojo

Para realizar el análisis infrarrojo se confeccionó una pastilla, empleando un 1% o 2% de cada muestra, se molió en un mortero de ágata con 100 mg de bromuro de potasio, que sirve de soporte de la muestra. Luego se llevó la muestra molida a una prensa hidráulica, se mantuvo con una carga de 5 toneladas métricas, con 10.000 libras de presión por 1 minuto para la confección de una pastilla. La pastilla preparada se llevó al equipo FT-IR Nicolet modelo NEXUS, para su estudio con láser Neón Helio y obtención de los gráficos (Ver Figura 6).

Figura 6. Preparación de pastilla

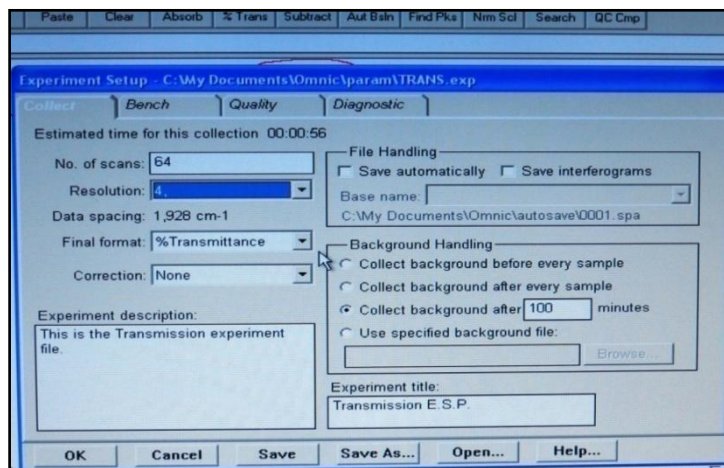
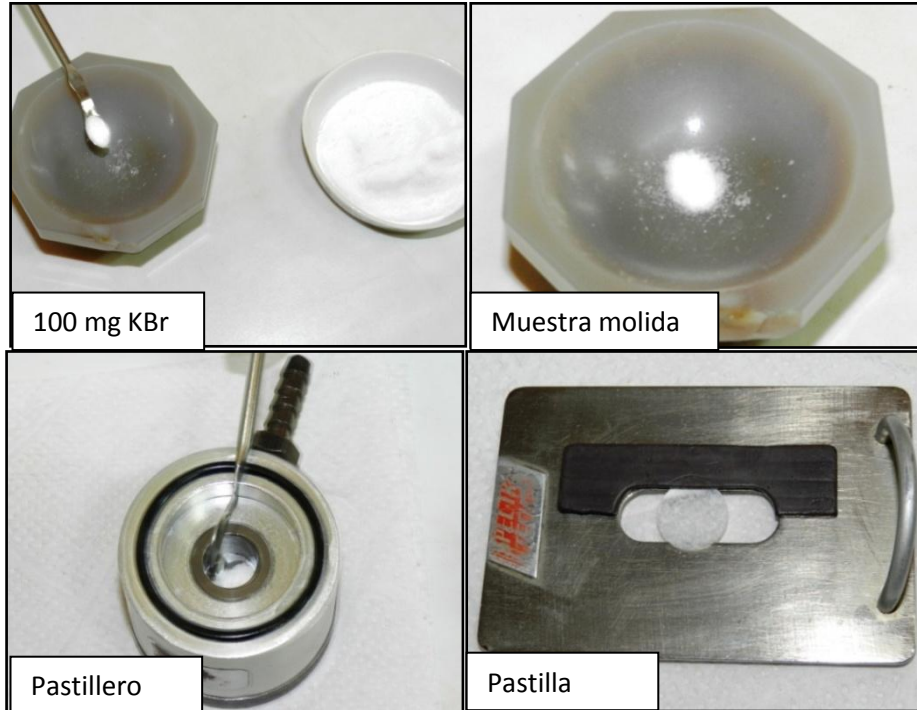


Figura 7. Registro condiciones de trabajo

Condiciones de trabajo del equipo FT-IR infrarrojo

- 64 scan ó 64 barridos (para obtener una buena resolución del espectro)
- Resolución = 4
- Transmitancia
- Detector = DTGS KBr (Sulfato de Triglicina Deuterada y KBr)
- Láser = Helio Neón

5.6. Estudio por termogravimetría (TGA)

Para establecer la eficiencia de la polimerización, todas las muestras fueron analizadas usando Análisis Térmico Gravimétrico (TGA). Esta técnica permite establecer la estabilidad térmica relacionando esta variable con la eficiencia de la polimerización y efecto de las condiciones a que fueron sometidas las muestras. De esta manera, se estableció los efectos degradativos inducidos por los diversos ambientes a que fueron sometidos los sistemas adhesivos. Esta característica se asocia a los diferentes patrones de las curvas de pérdida de masa, que presentan los diferentes adhesivos y se asocian a la degradación inducida por los ambientes.

Para el análisis TGA, se depositó cada sistema adhesivo, previamente molido en un mortero de ágata, en tubos capilares de 5 ml y se prepararon los grupos (Ver Figura 8). El medio con 100 % de humedad se consiguió inundando de agua la muestra de adhesivo ubicada en el tubo capilar y tapándolo con un trozo de parafilm. Las muestras del grupo en humedad relativa se mantuvieron sin tapar. El ambiente de agua acidulada se consiguió adicionando 5 ml de solución buffer a pH 3, y el grupo con saliva artificial se preparó agregando 5 ml de ella a los tubos capilares.



Figura 8. Tubos capilares con muestras en diferentes medios

Se distribuyeron los sistemas adhesivos en los diferentes ambientes y se mantuvieron en una estufa por una semana a 37° C. Posteriormente, se colocaron en una estufa al vacío para eliminar la porción húmeda, a través del siguiente protocolo: inicialmente se mantuvieron 1 hora a 80° C, posteriormente,

1 hora a 70° C, a una presión atmosférica de 0.1 pulgada de Hg. Luego se colocaron las muestras en un desecador con sílica gel para preservarlas de la humedad en el traslado al laboratorio, donde se realizaron los análisis TGA (Ver Figura 9).



Figura 9 Estufa al vacío y desecador con sílica gel

Las muestras fueron sometidas al análisis TGA, de los sistemas adhesivo en cada uno de los cuatro ambientes. Se calentó de 37°C a 500°C y luego se enfriaron hasta llegar a la temperatura ambiente en atmósfera inerte (nitrógeno gaseoso) (Ver Figura 10). El proceso para cada muestra duró una hora aproximadamente, dependiendo de la velocidad de calentamiento. Se determinó el grado de pérdida de masa por descomposición del material al ser sometido a calentamiento y enfriamiento. Los resultados dieron una gráfica de descomposición propia de cada material, entregando información sobre temperaturas de descomposición, porcentajes de pérdida de masa y carga residual. El análisis termogravimétrico estudia la pérdida de masa de un material con la temperatura a una velocidad de calentamiento constante. Además, se puede determinar la variación de masa en el tiempo. Los termogramas o curvas de descomposición térmica informan de las temperaturas de descomposición y los porcentajes de pérdida de masa; los estudios se pueden realizar en atmósferas inertes u oxidantes. La velocidad comúnmente usada es de 10°C por minuto. Se determina así la estabilidad térmica de distintos materiales, ya que los cambios de masa se deben a que los materiales se descomponen a ciertas temperaturas con formación de productos gaseosos, por lo que el material sufre cambios químicos (Vergara, 2013).

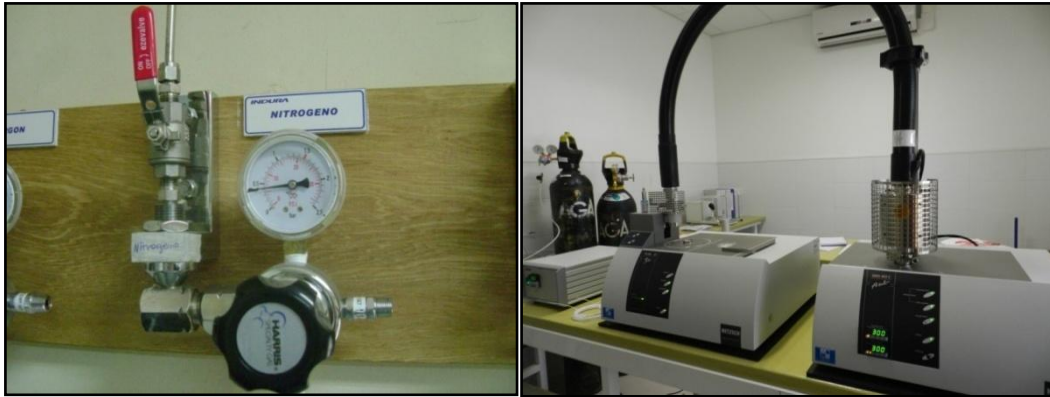


Figura 10. Analizador Termogravimétrico Thermo Microbalance TG 209 F1 IRIS acoplado a Espectrómetro de Masa (QMS), Marca NETZSCH. Atmósfera inerte (nitrógeno gaseoso)

5.7. Preparación de saliva artificial (Mendoza M., 2012)

A 1 litro de agua desionizada se adicionan:

- 0.416 g $\text{NaH}_2\text{PO}_4 \times \text{H}_2\text{O}$ Hidrofosfato de sodio monohidratado
- 1.6796 g NaHCO_3 Hidrógenocarbonato de sodio
- 0.1472 g de $\text{CaCl}_2 \times 2\text{H}_2\text{O}$ Cloruro de calcio dihidrato (Ver Figura 11)

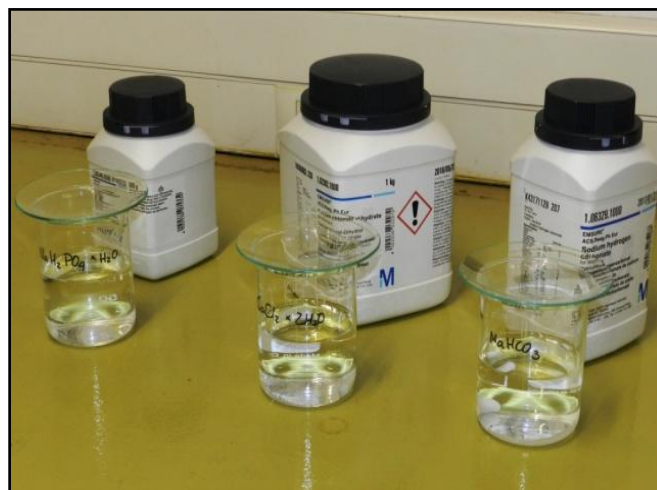


Figura 11. Reactivos

Para preparar la saliva artificial, se dosificaron y diluyeron los reactivos en matraces y se mezclaron sobre un agitador magnético con calefacción y barra magnética lisa de 30 x 7 mm. Luego, con una pipeta calibrada, se adicionaron las soluciones ya preparadas en matraces aforados de 1000 ml, mezclándolas sobre el agitador magnético para obtener la saliva artificial. Se midió el pH de la saliva artificial, el cual correspondió a un pH de 7.27 (Ver Figura 12).

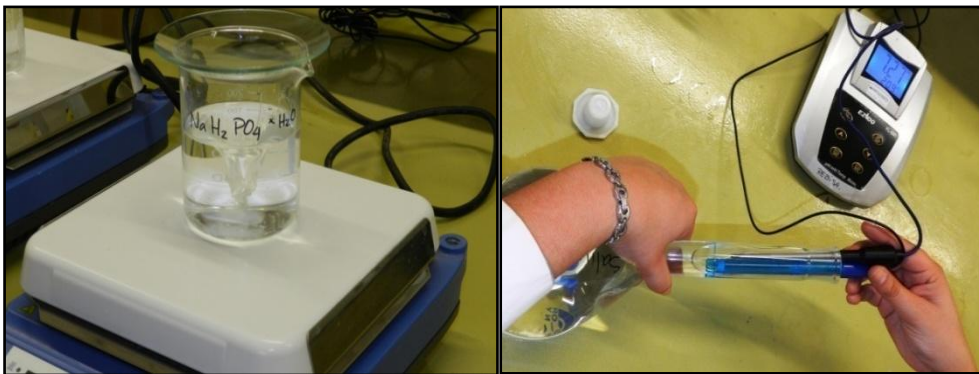


Figura 12. Agitador magnético y saliva artificial pH 7.27

5.8. Protocolo para mantención de las muestras en los ambientes

- 0.1 g de adhesivo fotopolimerizado se sumergen en los ambientes con 100% de humedad, agua acidulada a pH 3, humedad relativa o ambiental y saliva artificial en capilares de 5 ml.
- Los capilares se mantienen durante 1 semana en estufa a 37° C.
- Posteriormente, se colocan en una estufa al vacío para eliminar el agua de los ambientes. Se someten, inicialmente, 1 hora a 80° C,
- Luego se mantienen las muestras en los capilares 1 hora a 70° C, a una presión atmosférica de 0.1 pulgada de Hg.
- Finalmente las muestras se colocan en un desecador con sílica gel para preservar.

5.9. Metodología de recolección de datos

Instrumentos de medición:

- a) Estudio Infrarrojo: equipo Infrarrojo con Transformación de Fourier FT-IR Nicolet modelo NEXUS.
- b) Estudio Térmico: se realizó mediante análisis termogravimétrico (TGA). Las especificaciones del equipo son: Analizador Termogravimétrico Thermo Microbalance TG 209 F1 IRIS acoplado a Espectrómetro de Masa (QMS). Marca NETZSCH. En atmósfera inerte (nitrógeno gaseoso) (Ver Figura 10).

5.10. Metodología de análisis de datos

Análisis Estadístico de Datos:

Se analizaron cualitativamente los datos arrojados en los gráficos de los infrarrojos.

Para el análisis de la estabilidad térmica, se registraron los datos mediante el análisis de los termogramas, realizando una comparación simultánea de las curvas. Además se confeccionó una base de datos común, incluyendo todos los sistemas adhesivos en los distintos medios o ambientes. Esta base de datos fue exportada al programa InfoStat 2013, el que permitió visualizar los gráficos de dispersión de cada uno de los sistemas adhesivos en todos los ambientes estudiados.

Se realizó una estadística descriptiva exploratoria que corresponde a un experimento factorial con tres factores y medidas repetidas en un factor:

- Factor 1: sistemas adhesivos con dos niveles (autograbantes y convencionales).
- Factor 2: Ambientes con cuatro niveles: humedad relativa, saliva artificial, 100% de humedad y agua acidulada a pH 3.
- Factor 3: Temperatura con medidas repetidas.



6. Resultados

6.1. Análisis por espectroscopía infrarrojo (FT-IR)

En el caso de los adhesivos de Adper Single Bond (SB) y Go!, se compararon entre ellos, ya que las curvas de los gráficos resultaron ser muy similares.

Los resultados obtenidos reflejaron la composición de sistemas adhesivos poliméricos en forma cualitativa, de acuerdo a la información entregada por los fabricantes en los instructivos.

6.1.1 Caracterización por FT-IR de Adper Single Bond 2 (3M ESPE) y Go! (SDI) (Ver gráfico 1)

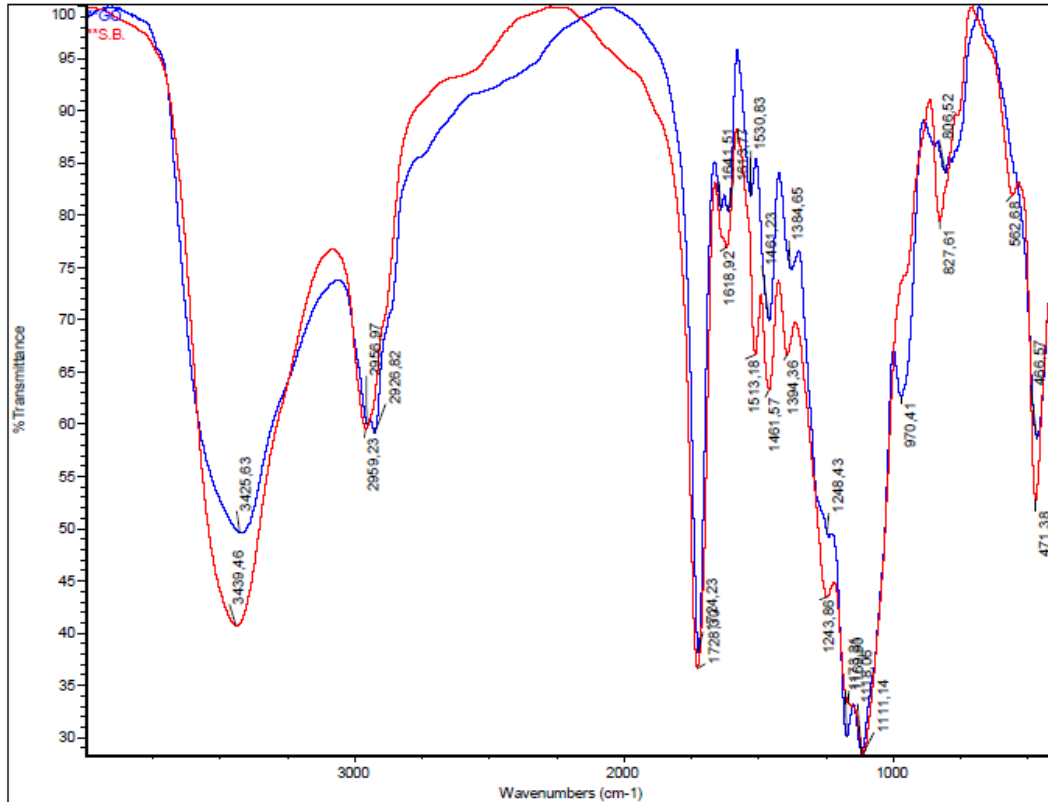
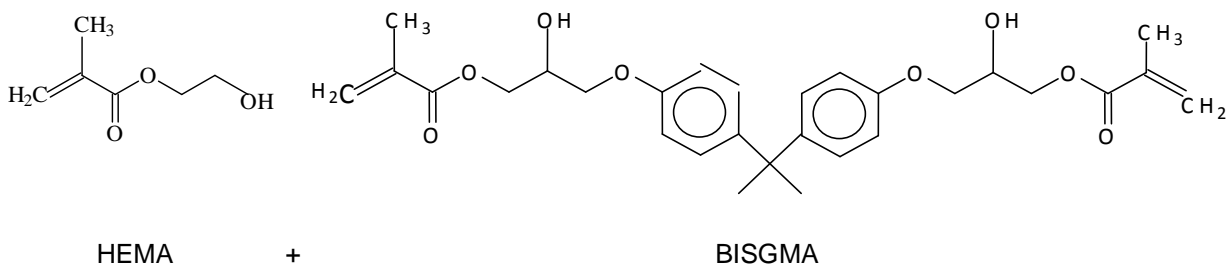


Gráfico 1

Los polímeros obtenidos por polimerización radicalaria desde los adhesivos monoméricos Single Bond 2 (SB) y Go! presentan las siguientes bandas de vibraciones de tensión: ν_{OH} a 3439 cm^{-1} , ν_{C-H} ($-CH_3$) a 2959 cm^{-1} , $\nu_{C=O}$ (éster) a 1728 cm^{-1} , $\nu_{C=C}$ (fenilos) a 1513 y 828 cm^{-1} , ν_{C-CH_3} (metacrilato) a 1462 , $\nu_{C(CH_3)_2}$ y ν_{C-H} a 1394 cm^{-1} , ν_{CO} a 563 cm^{-1} . Estas señales indican que los adhesivos monoméricos están formados principalmente por HEMA y Bis-GMA.



6.1.2 Caracterización por FT-IR de Adper Silorano de Filtek P 90 (3M ESPE) (Ver gráfico 2)

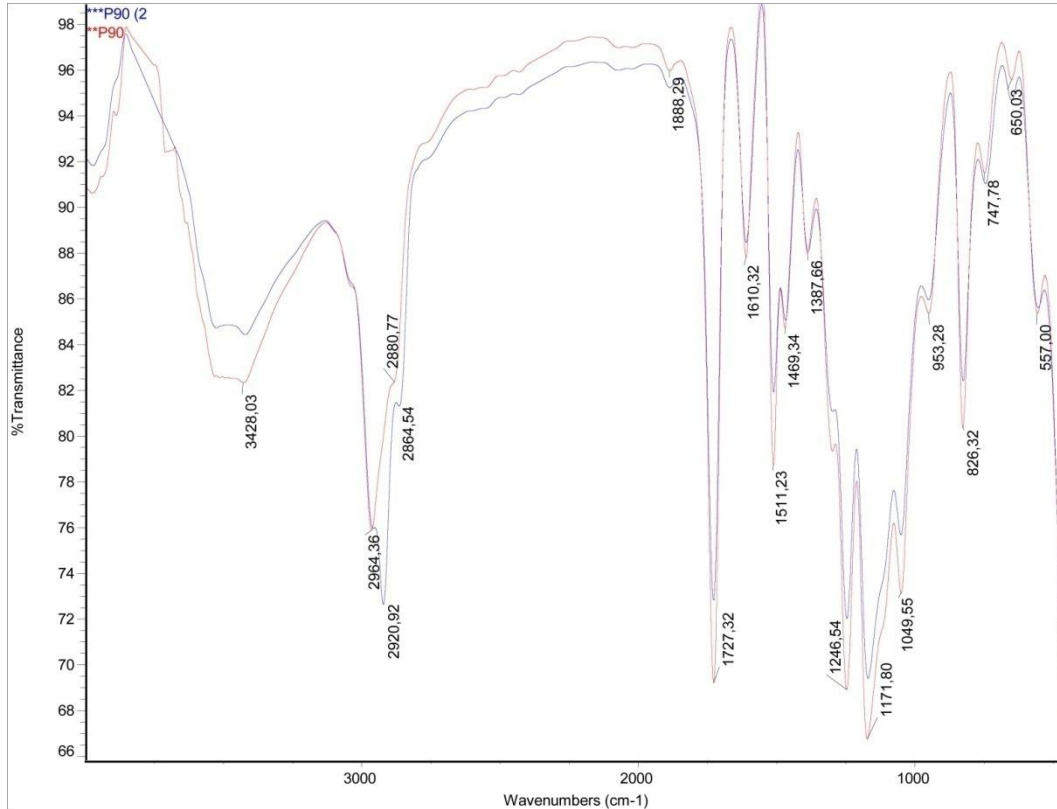
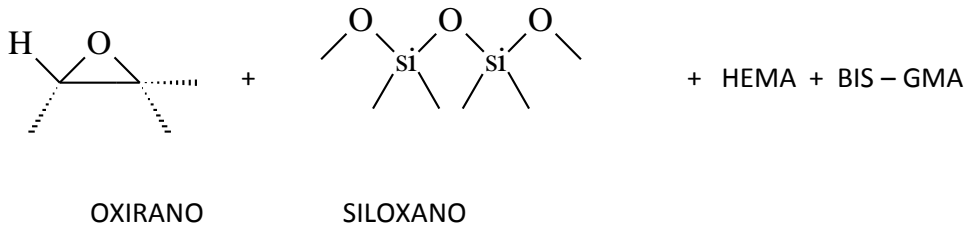


Gráfico 2

El polímero obtenido desde adhesivo monómero Adper Silorano (P 90) presentó las siguientes señales: ν_{OH} a 3440 cm^{-1} , ν_{C-H} ($-CH_3$) a 2964 cm^{-1} , $\nu_{C=O}$ (éster) a 1727 cm^{-1} , $\nu_{C=C}$ (fenilos) a 1511 y 826 cm^{-1} , ν_{C-CH_3} (metacrilato) a 1469 cm^{-1} , $\nu_{C(CH_3)_2}$ y ν_{C-H} a 1387 cm^{-1} , ν_{Si-CH_3} y $\nu_{Si-(CH_3)_2}$ a 1247 y 826 cm^{-1} , $\nu_{Si-O-Si}$ a 1172 y 1050 cm^{-1} , la vibración de tensión a 748 cm^{-1} corresponde al enlace Si-CH₃, y la vibración de ν_{CO} es a 563 cm^{-1} . Estas señales del adhesivo monómero P 90 indican que está formado por silorano, HEMA y Bis-GMA, caracterizándose por poseer derivados de siloxano. La banda de Bis-GMA es $\nu_{C(CH_3)_2}$ a 1394 cm^{-1} y la banda de silorano es $\nu_{Si-O-Si}$ 1172 y 1050 cm^{-1} .

SILORANO



6.1.3 Caracterización por FT-IR de AdheSE (Ivoclar Vivadent) (Ver gráfico 3)

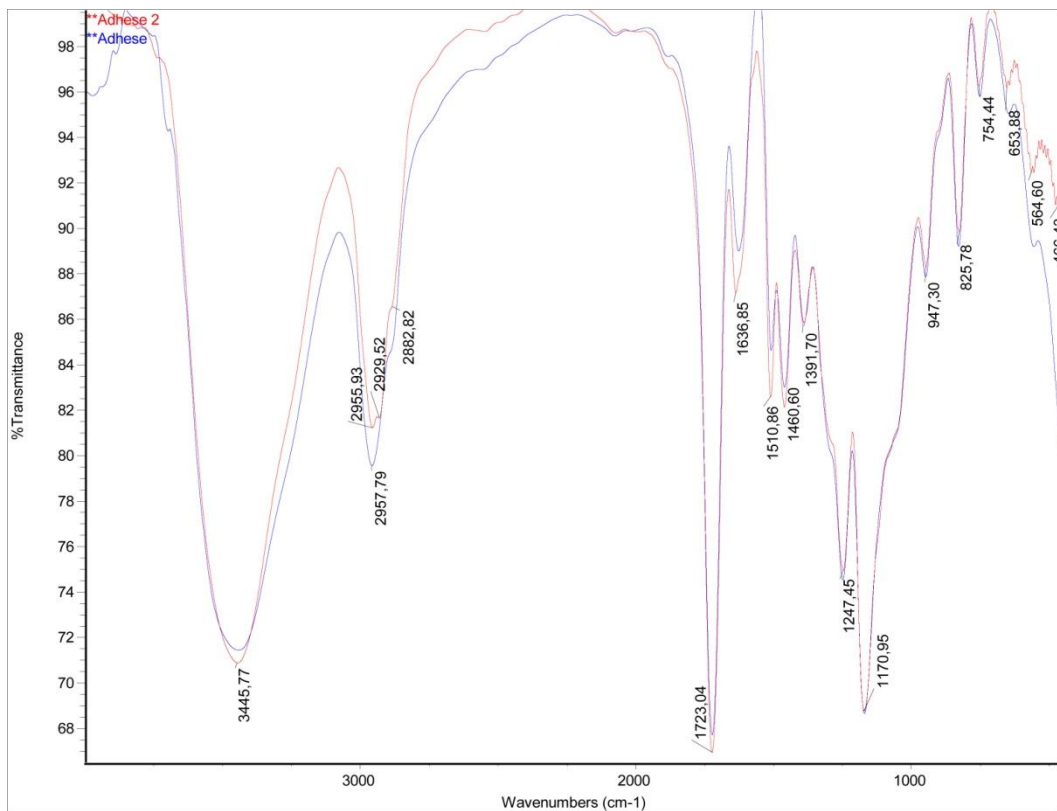
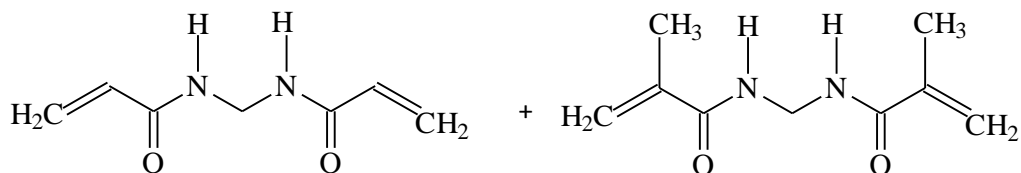


Gráfico 3

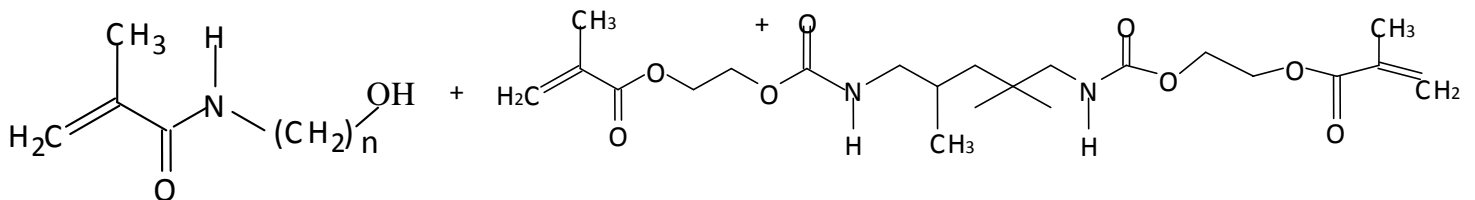
El polímero obtenido desde el adhesivo monómero AdheSE mostró las siguientes bandas de absorción: ν_{OH} y ν_{NH} a 3439 cm^{-1} , ν_{C-H} ($-CH_3$) a 2958 cm^{-1} , $\nu_{C=O}$ (éster y amida uretano $-OCONH-$) a 1723 cm^{-1} , $\nu_{uretano:-OCONH-}$ a 1627 cm^{-1} , $\nu_{C=C}$ (fenilos) a 1509 y 828 cm^{-1} , ν_{C-CH_3} (metacrilato) a 1461 cm^{-1} , $\nu_{C(CH_3)_2}$ y ν_{C-H} a 1389 cm^{-1} y 751 cm^{-1} corresponde a la vibración de tensión de N-H. Estas señales indican que AdheSE está compuesto por Bis-acrilamida, Bis- meta e hidroxialquilacrilamida, Bis-MA y UDMA (derivado de uretano) que lo caracteriza al poseer grupos amida. La banda de de UDMA ν (grupo uretano) es a 1723 cm^{-1} .

ADHESE



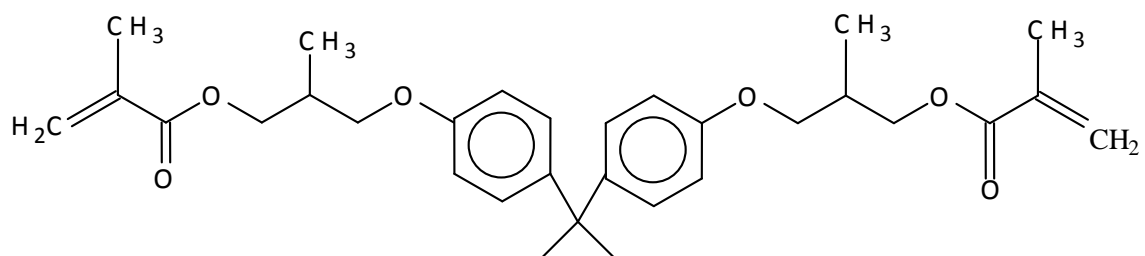
BIS-ACRILAMIDA

BIS-METACRILAMIDA



HIDROXIALQUIL METACRILAMIDA

UDMA



BIS-MA

6.1.4 Caracterización por FT-IR de Prime & Bond NT (Dentsply) (Ver gráfico 4)

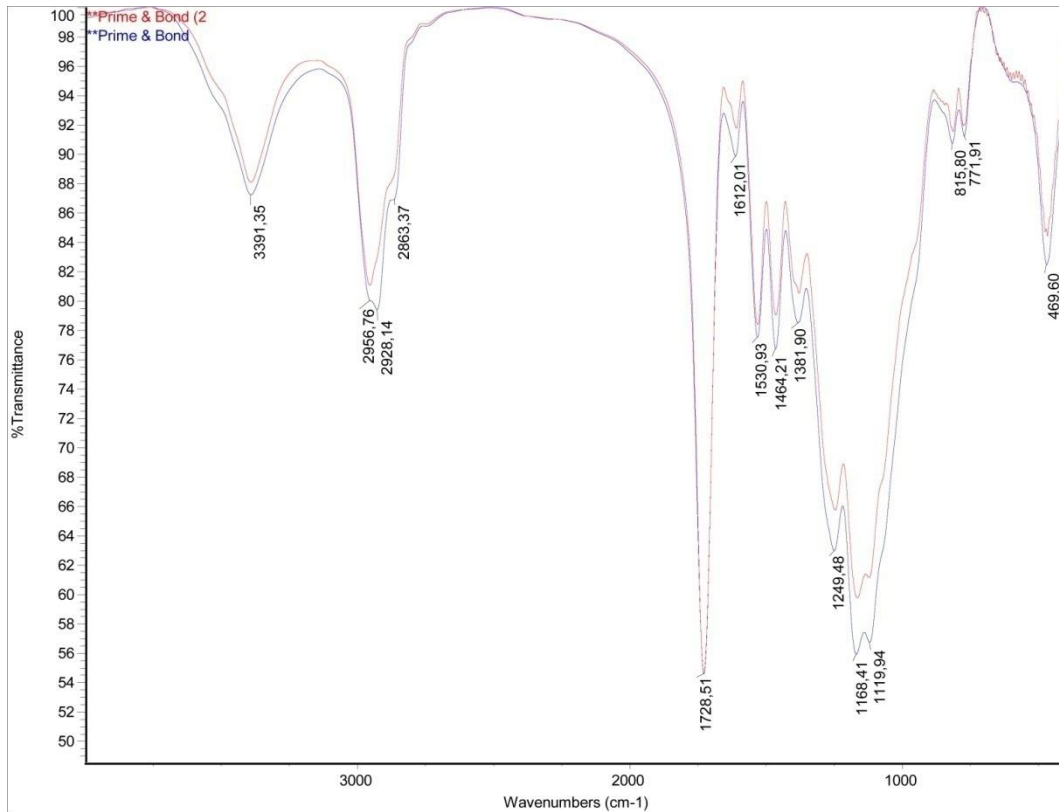
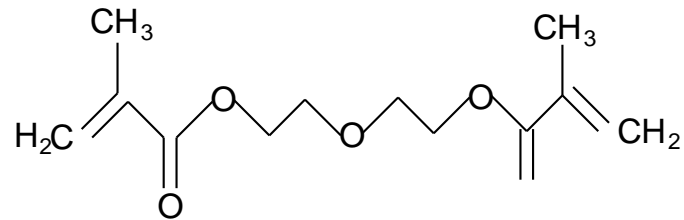
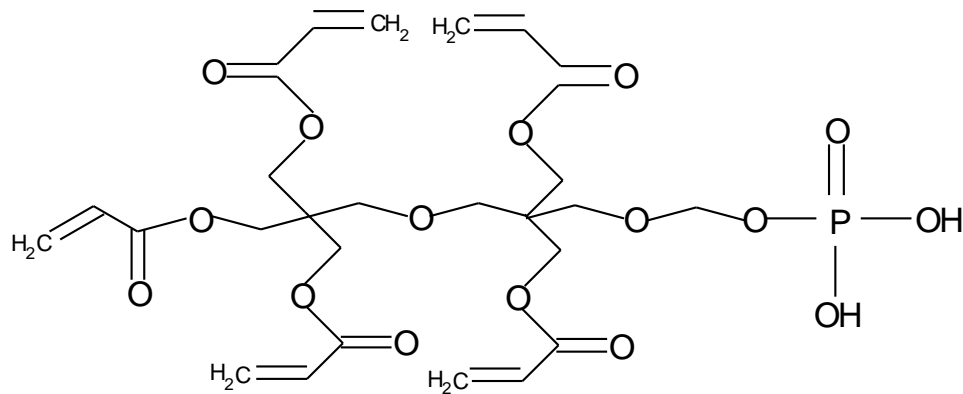


Gráfico 4

El polímero obtenido por polimerización radical del adhesivo monomérico nombrado como Prime & Bond presenta las siguientes bandas de vibración de tensión: ν -C=O a 1727 cm^{-1} ; ν 2957 y 1464 de grupos $-\text{CH}_3$ y $-\text{CH}_2-$, los grupos fosfatos P=O se presentan a 1249 y 1168 cm^{-1} . Los adhesivos monoméricos pueden estar formados por Bis-GMA, UDMA, DEGMA (dietilenglicol dimetacrilato) y PENTA (dipentaeritrol-penta-acrilato-ácido-ester-mono fosforado).



DEGDMA (Dietilglicol dimetacrilato)



PENTA

(Dipentaeritrol – penta – acrilato – ácido éster – monofosforado)

6.1.5 Caracterización por FT-IR de XP Bond (Dentsply) (Ver gráfico 5)

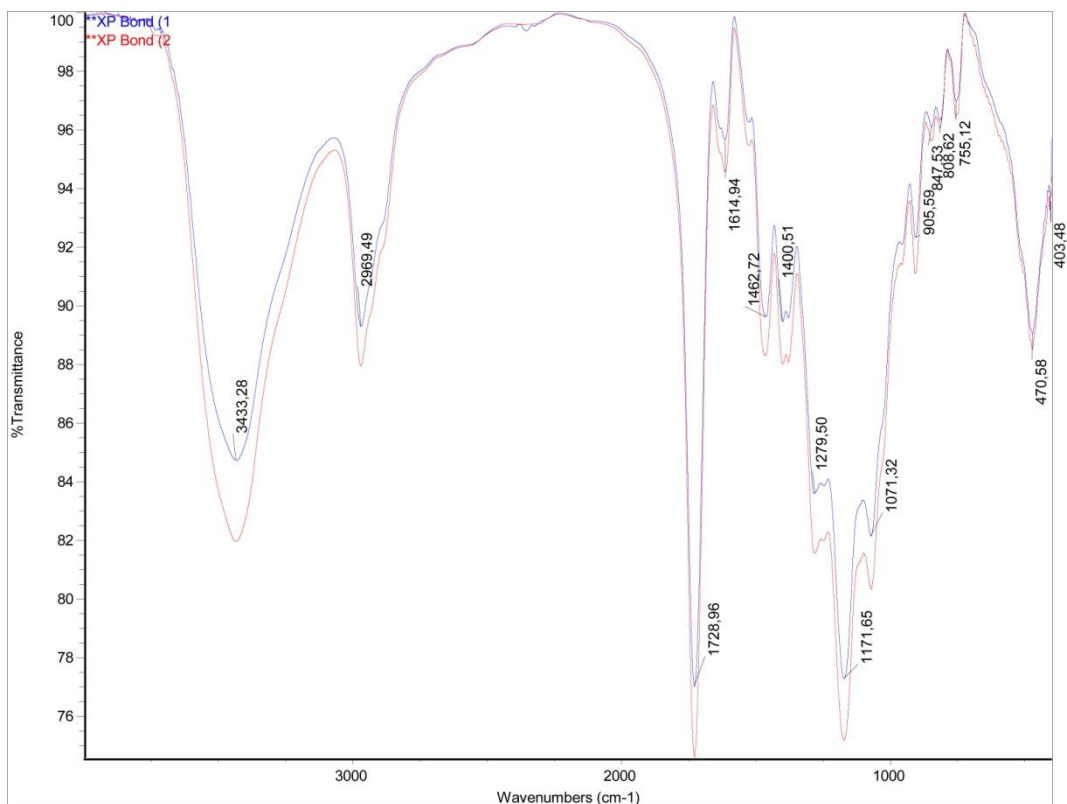
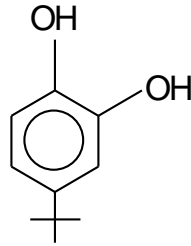


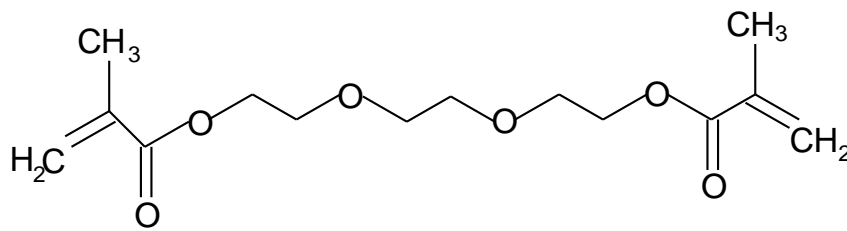
Gráfico 5

El polímero obtenido por polimerización radical del adhesivo monomérico XP Bond presentó las siguientes bandas de vibración de tensión: a 3433 cm⁻¹ de grupos N-H, a 1729 cm⁻¹ correspondiente a grupos acetato –COO- y grupos uretano –NHCOO-. A 1615 cm⁻¹ vibran también los grupos uretanos. Los grupos fosfatos (P=O) se presentan a 1279 y 1071 cm⁻¹. A 1172 y 848 cm⁻¹ vibran los grupos –C (CH₃)₂. Estas señales indican que el polímero puede estar formado por los monómeros PENTA (dipentaeritrol-penta-acrilato-ácido-éster-mono fosforado) y TEGDMA (trietilenglicoldimetacrilato), UDMA y TBC que es inhibidor de la polimerización.

TBC: Terbutilcatecol



(Inhibidor de polimerización)



TEGDMA

(Trietilglicoldimetacrilato)

6.1.6 Caracterización por FT-IR de Futurabond DC (VOCO) (Ver gráfico 6)

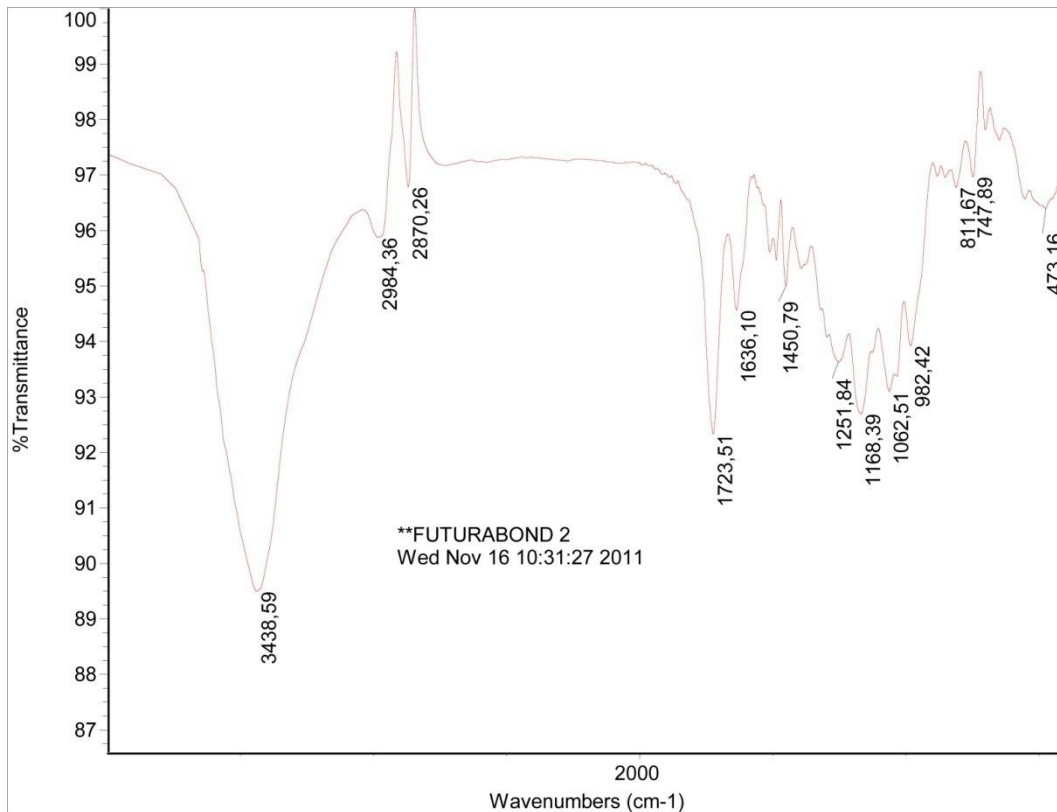
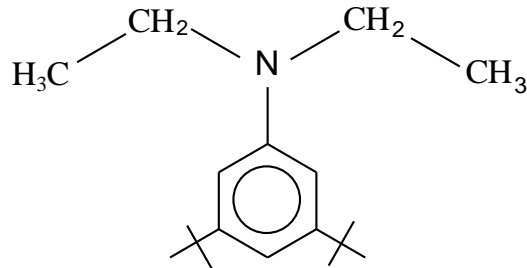


Gráfico 6

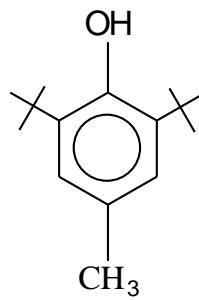
El polímero obtenido desde Futura Bond mostró señales a 3489 cm⁻¹ de OH-, a 1724 cm⁻¹ correspondiente a grupos ésteres-COO-, a 1636 cm⁻¹ de la función -C=C- de grupos fenilos. Las señales a 1380, 1168 y 811 cm⁻¹ corresponden a -C(CH₃)₂. Estas señales permiten asumir que los monómeros ser Bis-GMA, HEMA, TMPTMA (trimetilolpropano trimetacrilato), DABA, que es un agente reductor que facilita la formación de especies radicales, BHT, que es inhibidor de la polimerización, y fluoruros.

DABA (amina): N,N – dietil – 3,5 – diterbutil – amina



(Agente reductor que facilita la formación de especies radicales)

BHT : 2,6 – diterbutil – 4 – metilfenol



(Inhibidor de Polimerización)

6.1.7 Caracterización por FT-IR de Solobond M (VOCO) (Ver gráfico 7)

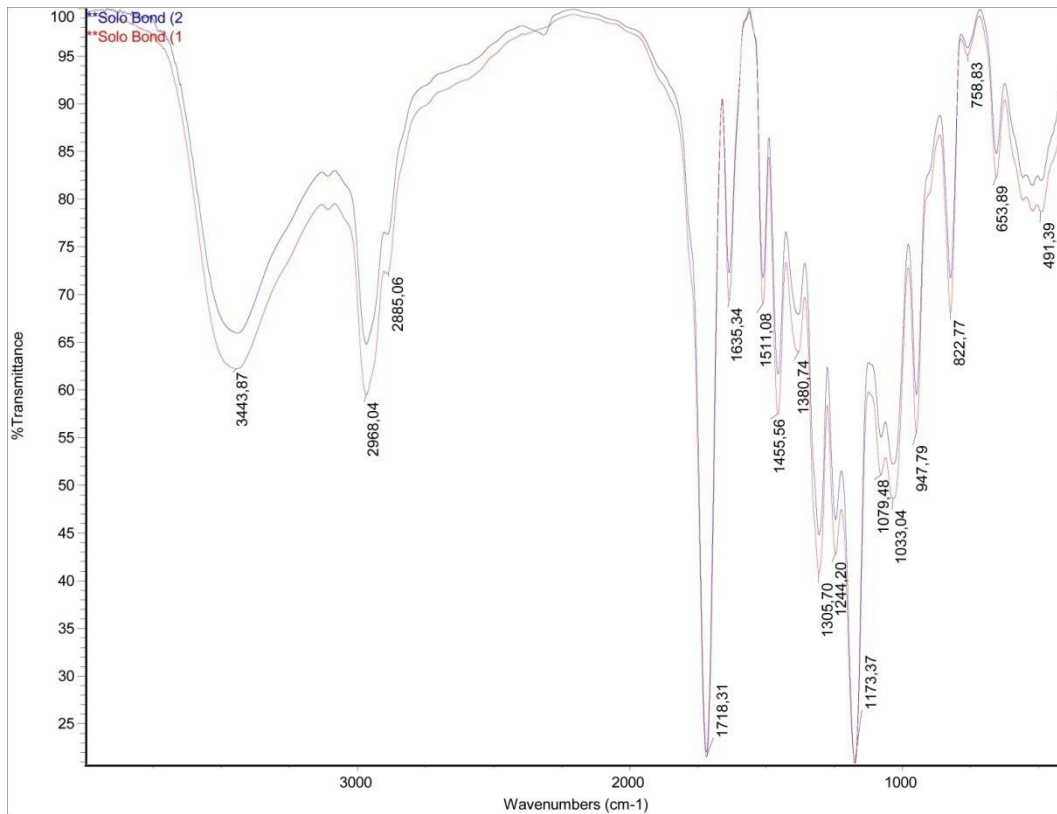


Gráfico 7

El copolímeros obtenido por polimerización radical del adhesivo nombrado como SOLO BOND presenta las siguientes bandas de vibraciones de tensión: ν_{OH} a 3444 cm^{-1} ; ν_{C-H} ($-CH_3$) a 2968 cm^{-1} ; ν_{C-H} 2886 cm^{-1} ; $\nu_{C=O}$ (éster) a 1718 cm^{-1} ; $\nu_{C=C}$ (fenilos) a 1635 cm^{-1} ; ν_{C-H} (fenilos) a 1511 y 823 cm^{-1} ; ν_{C-CH_3} (metacrilato) y ν_{C-CH_2} a 1456 ; $\nu_{C(CH_3)_2}$, $\nu_{C(CH_3)_3}$ y ν_{C-H} a 1381 y 1173 cm^{-1} ; ν_{OH} (secundario) a 1079 cm^{-1} . Estas señales del copolímero indican que el adhesivo monomérico está formado principalmente por HEMA (2-hidroxi-etil-metacrilato), Bis-GMA (Bisfenol A-glicidil metacrilato) y que contiene BHT (2,6-diterbutil-4-metilfenol) como inhibidor de la polimerización. Este último compuesto lo hace diferente de los adhesivos denominados SB y GO.

6.1.8 Caracterización por FT-IR de Optibond Solo (Kerr) (Ver gráfico 8)

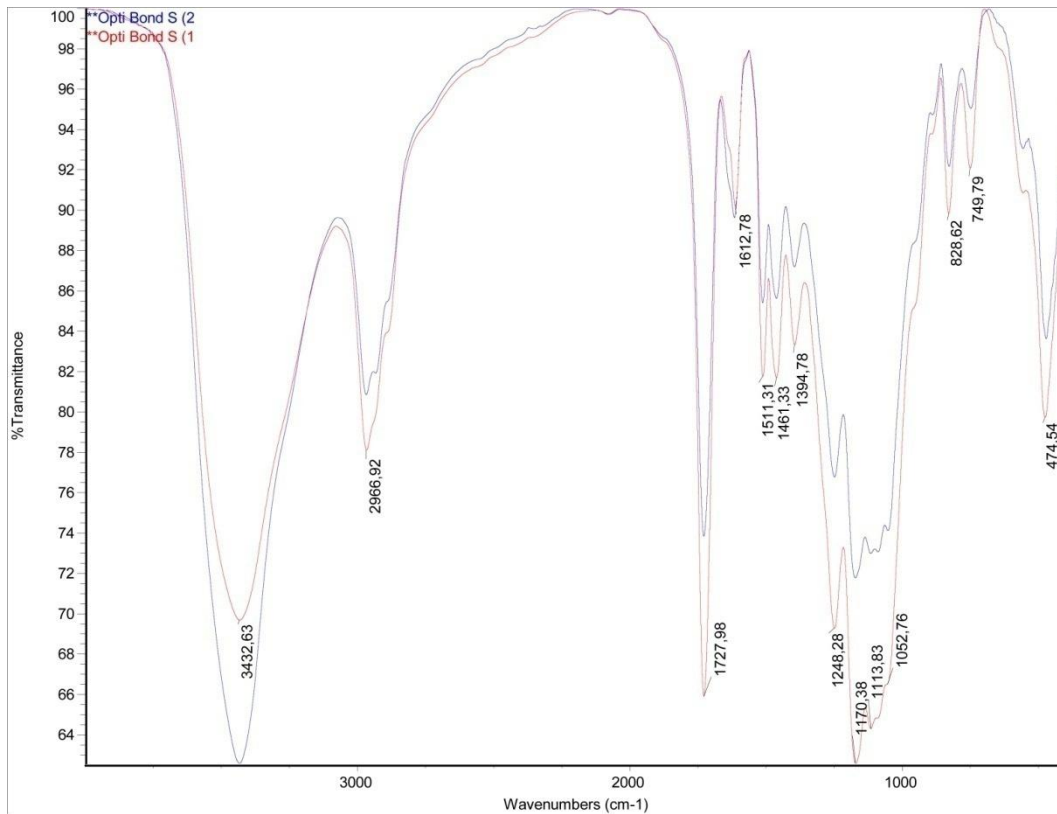
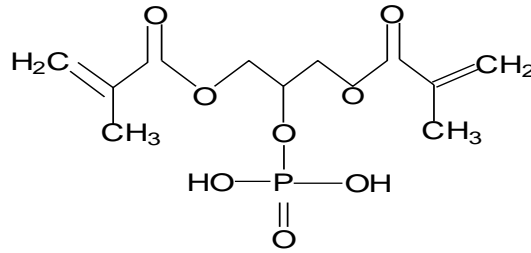


Gráfico 8

El copolímero obtenido vía radical desde el adhesivo que contiene varios monómeros denominado OPTIBOND SOLO mostró las siguientes bandas de absorción: ν_{OH} y ν_{NH} a 3433 cm^{-1} ; ν_{C-H} ($-CH_3$) a 2967 y 1170 cm^{-1} ; $\nu_{C=O}$ (éster y amida uretano $-OCONH-$) a 1728 cm^{-1} ; $\nu_{uretano: -OCONH-}$ a 1613 cm^{-1} ; ν_{C-N} a 1511 cm^{-1} y ν_{N-H} a 1511 y 750 cm^{-1} ; ν_{C-CH_3} (metacrilato) y ν_{-CH_2-} a 1461 cm^{-1} ; $\nu_{C(CH_3)_2}$ y ν_{C-H} a 1395 cm^{-1} ; $\nu_{P=O}$ a 1248 cm^{-1} ; ν_{P-O} a 1170 y a 1053 cm^{-1} . Estas señales indican que OPTIBOND SOLO está compuesto principalmente por HEMA (2-hidroxi-etil-metacrilato), TEGDMA (triethylglicol-dimetacrilato), GPDM (glicerol fosfato-dimetacrilato) que caracteriza a este adhesivo OPTIBOND SOLO al contener grupos fosfatos ($-O-P(OH)_2=O$) y UDMA (derivado de uretano) que lo caracteriza también al poseer grupos amida ($-O-CO-NH-$) (Ver página 38).



GPDM (glicerol fosfato-dimetacrilato)

6.1.9 Caracterización por FT-IR de One Coat Bond (Coltène/Whaledent) (Ver gráfico 9)

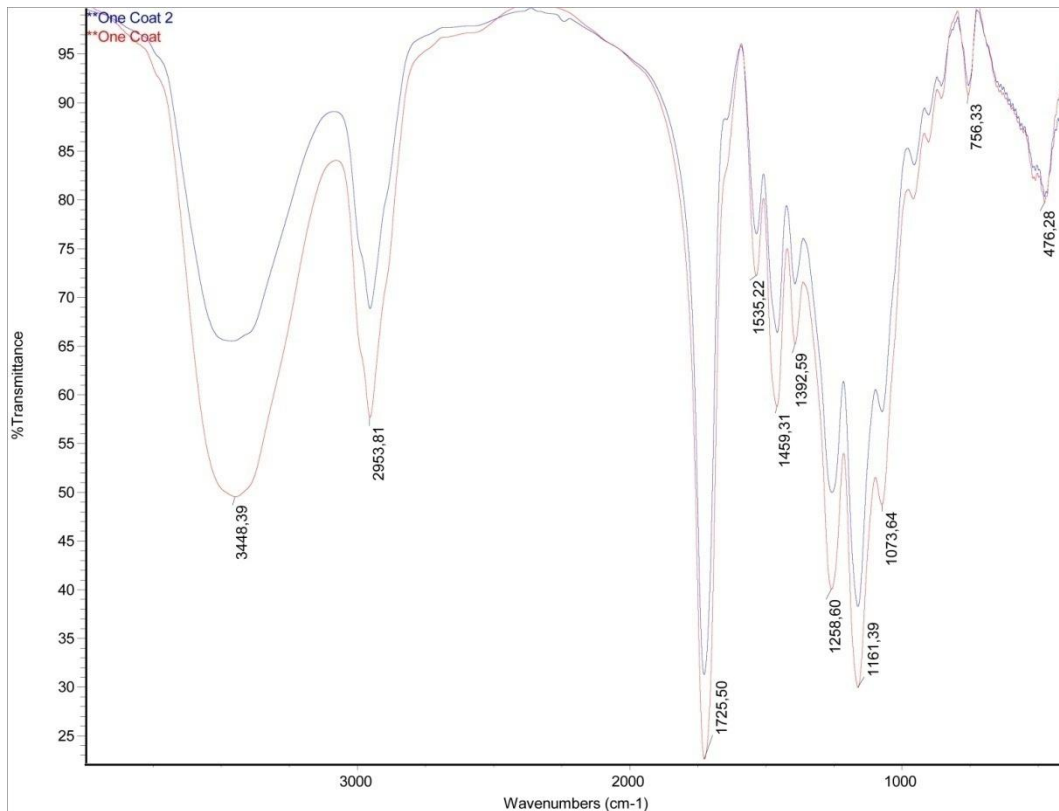


Gráfico 9

El copolímero que se obtiene por polimerización del adhesivo ONE COAT BOND que contiene varios monómeros, en el análisis realizado por FT-IR presentó las siguientes bandas de absorción: ν_{OH} y ν_{NH} a 3448 cm^{-1} ; ν_{C-H} ($-CH_3$) a 2954 cm^{-1} ; $\nu_{C=O}$ (éster y amida uretano $-OCONH-$) a 1726 cm^{-1} ; ν_{C-N} a 1535 cm^{-1} y ν_{N-H} a 1535 y 756 cm^{-1} ; ν_{C-CH_3} (metacrilato) y ν_{-CH_2-} a 1459 cm^{-1} ; $\nu_{C(CH_3)_2}$ y ν_{C-H} a 1393 cm^{-1} . Las señales encontradas permiten indicar que ONE COAT BOND está formado en principio y principalmente por HEMA (2.hidroxiethyl metacrilato) y UDMA (derivado de uretano) que lo caracteriza al poseer grupos amida ($-O-CO-NH-$). Sin embargo la caracterización no pudo ser completa debido a que posiblemente uno de los componentes no pudo identificarse.

6.1.10 Caracterización por FT-IR de G Bond (GC Bond) (Ver gráfico 10)

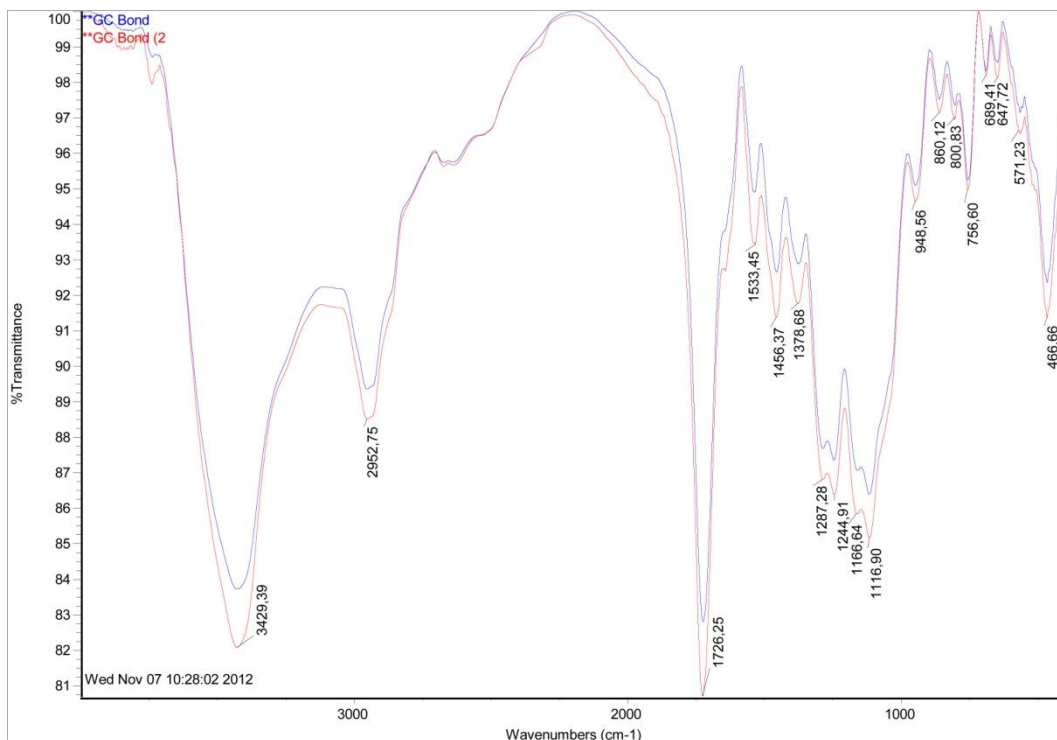


Gráfico 10



La fórmula del GC Bond contiene monómeros de fósforo de ester y monómeros de 4-META (4 Metacriloxi etil trimetil anhídrido). Bis-GMA, por las bandas típicas de -OH ($3428,96 \text{ cm}^{-1}$), del benceno ($538,08$; $1455,61$; $1245,69$; $1166,64 \text{ cm}^{-1}$); $\text{-C(CH}_3)_2$ ($1377,55$; $860,99 \text{ cm}^{-1}$); grupo ester ($1724,43$; $1166,64 \text{ cm}^{-1}$); C-CH_3 ($2952,96$; $1377,55 \text{ cm}^{-1}$). No contiene HEMA, por lo que tiene propiedades de adhesión fuertes y de larga duración, de acuerdo al fabricante.

En los cuadros 1 y 2 se indica los monómeros que contienen los sistemas adhesivos convencionales y autoacondicionantes, sus marcas comerciales y sus respectivos solventes.

Cuadro 1: Adhesivos Convencionales

NOMBRE	MARCA COMERCIAL/SOLVENTE	MONÓMEROS
Optibond 5	Kerr Etanol	HEMA/GDPM/TEGDMA/UDMA
XP Bond	Dentsply Butanol	PENTA/TEGDMA/UDMA/TBC
Adper Single Bond 2	3M ESPE Etanol-Agua	BisGMA/HEMA
Prime & Bond NT	Dentsply Acetona-Etanol	DEGMA/PENTA/BisGMA/UDMA
Solobond M	VOCO Acetona	BisGMA/HEMA/BHT
One Coat Bond SL	Coltène/Whaledent Agua	HEMA*HEPMA/UDMA

*HEPMA no se pudo identificar.

Cuadro 2: Adhesivos Autoacondicionantes

NOMBRE	MARCA COMERCIAL/SOLVENTE	MONÓMEROS
AdheSE	Ivoclar/Vivadent Agua	Bis-acrilamida/ Bis-meta e hidroxialquilacrilamida/Bis-MA y UDMA
Futurabond DC	VOCO Etanol	BisGMA/HEMA/TMPTMA/BHT DABA
Adper Silorano	3M ESPE Agua-Etanol	BisGMA/HEMA/Silorano
Go!	SDI Agua-Acetona	BisGMA/HEMA

6.2. Análisis de la estabilidad térmica (TGA)

En los gráficos TGA, se observan dos curvas: las curvas de % de pérdida de masa versus temperatura (% pérdida de masa vs T°), que corresponden a las curvas integrales, y las curvas de % de pérdida de masa dividido por temperatura vs temperatura, correspondientes a las curvas diferenciales o primeras derivadas.

A partir del análisis de los termogramas de los once sistemas adhesivos poliméricos, en los cuatro ambientes a los cuales fueron expuestos, se obtuvieron los gráficos con la curva integral y la curva correspondiente a la primera derivada o diferencial termogravimetría (DTG), entregados por el software Proteus NETZSCH del equipo TGA.

La primera derivada corresponde a la temperatura donde ocurre la máxima velocidad de pérdida de masa (T_D) y muestra con mayor detalle los procesos de descomposición.

La línea horizontal que se observa en todos los gráficos de los TGA, es el flujo de nitrógeno, que es constante para todas las muestras. El nitrógeno gaseoso se usa para purgar y para mantener una atmósfera inerte. Las muestras son todas homogéneas, es decir, cada una de ellas presenta una única composición química, con uno o más productos de descomposición. En algunos sistemas adhesivos poliméricos se pudo apreciar, desde las curvas diferencial (primera derivada), picos de descomposición pequeños antes de los que presentaban mayor intensidad, correspondientes a pequeñas y grandes pérdidas de masa.

6.2.1. Humedad relativa o humedad ambiental o ambiente

AdheSe Humedad (Ver gráfico 11)

Muestra 1 AMBIENTE
Tamaño 5.87 mg
Modo TG/muestra
Identidad Lilian Nass

Operador B. Salinas
Fecha/Hora 1/17/2013 1:58:58 PM
Laboratorio Lab. Polímeros
Crisol Al
Atmósfera N2 / N2

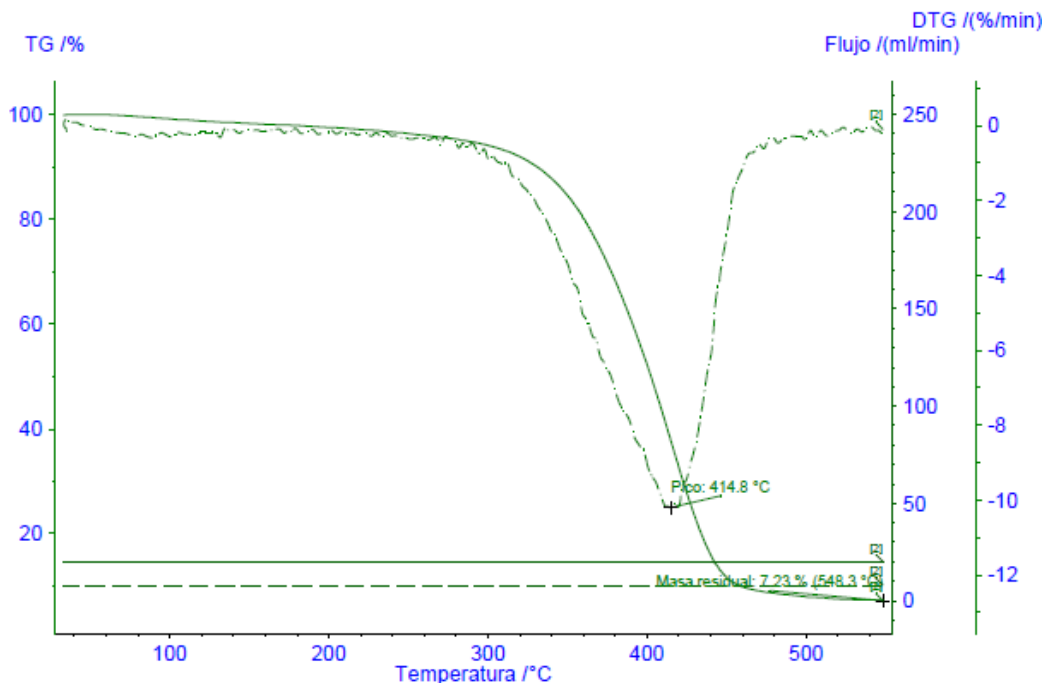


Gráfico 11. Termogravimetría de AdheSe

- La primera derivada identifica un proceso degradativo, el cual ocurre a 414.8°C y se pierde 63% de masa.

One Coat Humedad (Ver gráfico 12)

Muestra 2 AMBIENTE
Tamaño 3.54 mg
Modo TG/muestra
Identidad Lilian Nass

Operador B. Salinas
Fecha/Hora 1/18/2013 10:04:11 AM
Laboratorio Lab. Polímeros
Crisol Al
Atmósfera N2 / N2

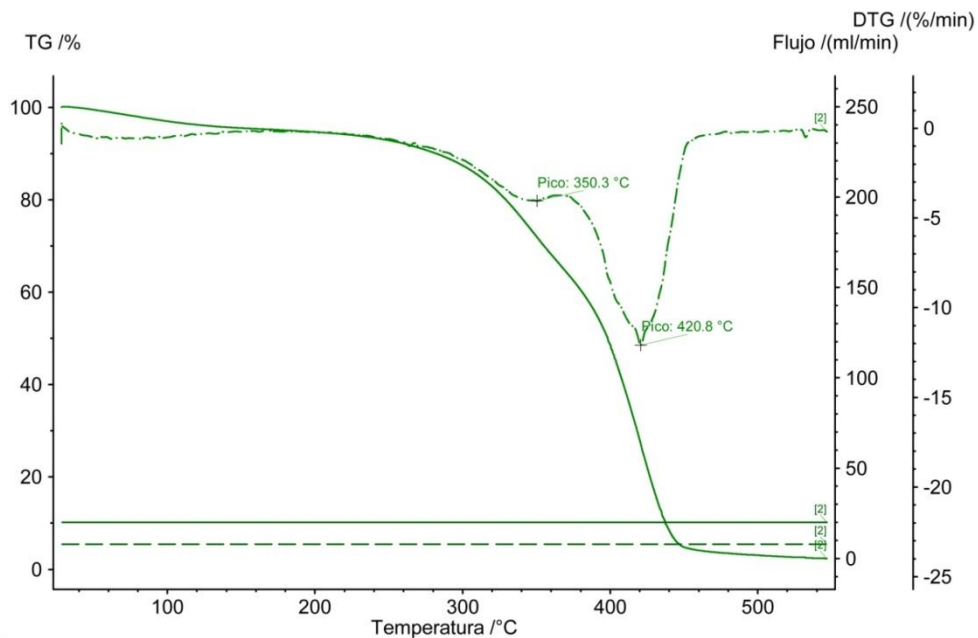


Gráfico 12. Termogravimetría de One Coat

- La primera derivada identifica dos procesos degradativos. El primero ocurre a 350°C y el segundo a 420.8°C. En el primer proceso se pierde 28.3% de masa y en el segundo 73% de masa. La primera etapa de descomposición es insignificante en comparación a la segunda etapa, e indica que a los 420.8°C se pierda la mayor cantidad de masa de One Coat.

XP Bond Humedad (Ver gráfico 13)

Muestra 3 AMBIENTE
Tamaño 3.57mg
Modo TG/muestra
Identidad Lilian Nass

Operador B. Salinas
Fecha/Hora 1/17/2013 12:23:57 PM
Laboratorio Lab. Polímeros
Crisol Al
Atmósfera N2 / N2

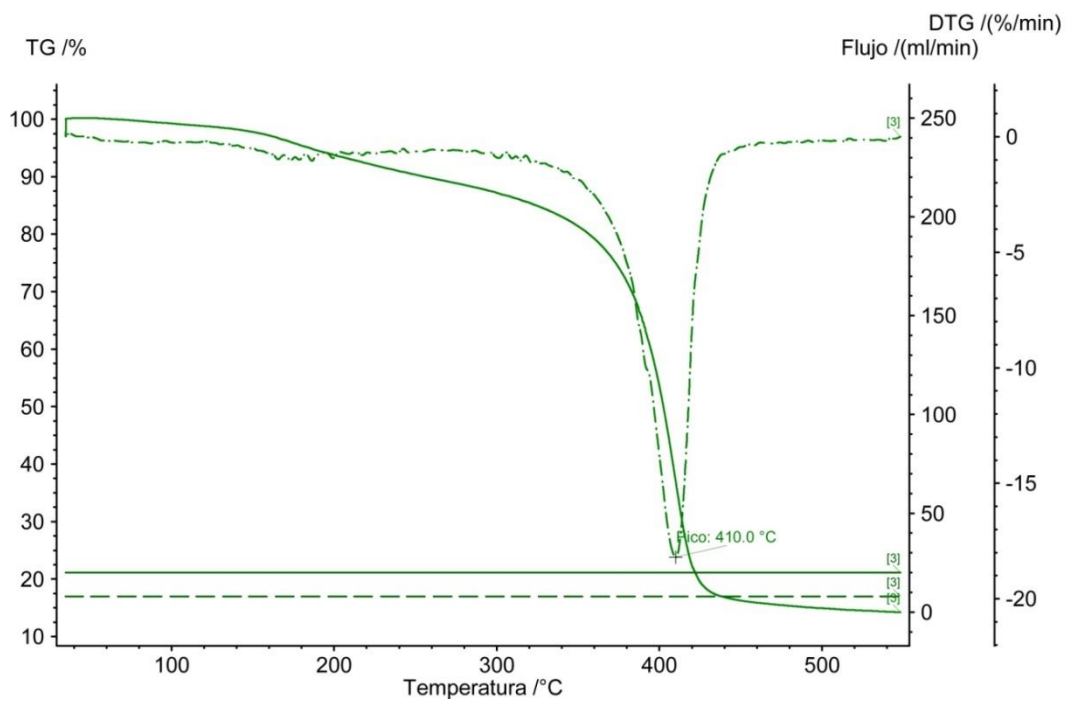


Gráfico 13. Termogravimetría de XP Bond

- La primera derivada identifica un proceso degradativo, el cual ocurre a 410°C y se pierde 62.7% de masa.

G Bond Humedad (Ver gráfico 14)

Muestra 4 AMBIENTE
Tamaño 4.22mg
Modo TG/muestra
Identidad Lilian Nass

Operador B. Salinas
Fecha/Hora 1/18/2013 11:33:37 AM
Laboratorio Lab. Polímeros
Crisol Al
Atmósfera N2 / N2

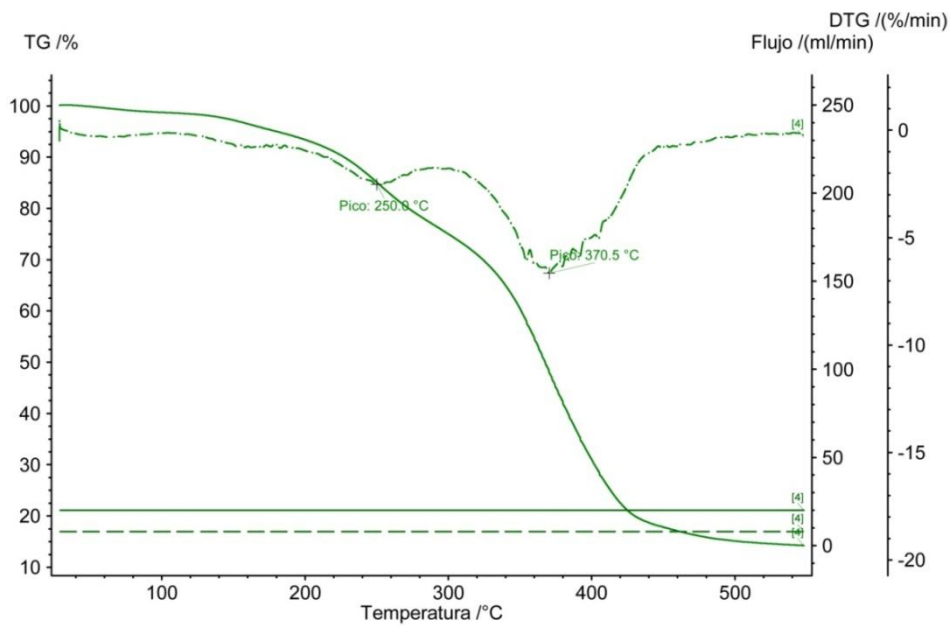


Gráfico 14. Termogravimetría de G Bond

- Durante la pérdida de masa se observa tres procesos de descomposición de la curva pérdida de masa v/s temperatura.
- El primer proceso degradativo sucede a 150°C, el segundo, a 250°C perdiéndose un 15.2% de masa y un tercero, a 370.5°C donde se pierde un 52.4% de masa. Por lo tanto, bajo los 150°C se pierde 24% de masa.

FuturaBond DC Humedad (Ver gráfico 15)

Muestra 5 AMBIENTE
Tamaño 2.33mg
Modo TG/muestra
Identidad Lilian Nass

Operador B. Salinas
Fecha/Hora 1/17/2013 11:08:18 AM
Laboratorio Lab. Polímeros
Crisol Al
Atmósfera N2 / N2

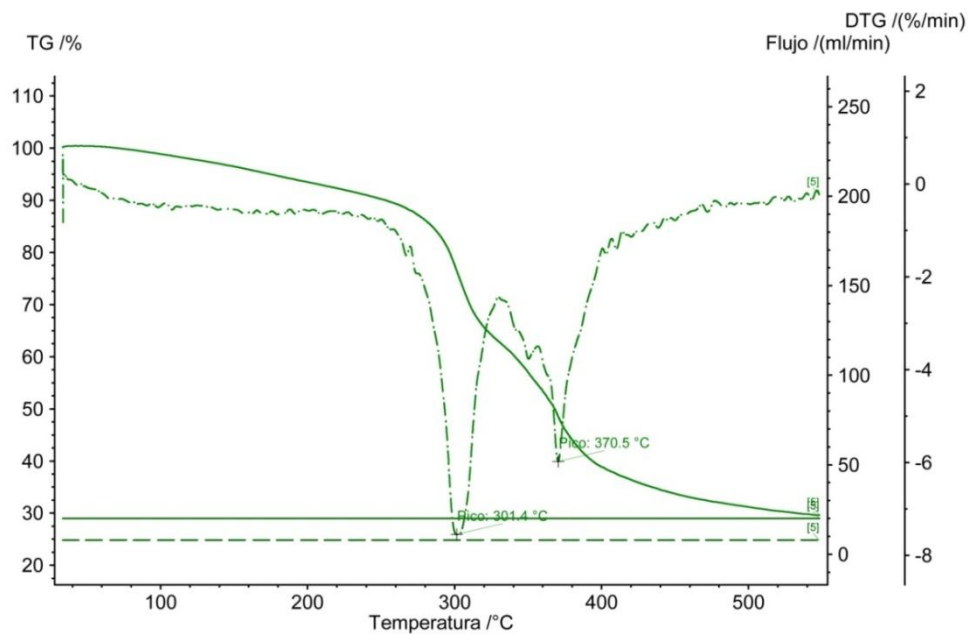


Gráfico 15. Termogravimetría de Futurabond DC

- Es posible identificar tres procesos de descomposición o degradación térmica del material. La cantidad de material residual asignado a carga o componentes inorgánicos es 29.61 %. Desde la curva segmentada se puede observar la temperatura a las cuales suceden estos procesos degradativos. El primero a 301.4°C, el segundo a 350°C y el tercero a 370.5°C. En el primer proceso degradativo se pierde un 23.2% de masa. Bajo los 300°C se pierde 10% de masa. A 350°C se pierde 20% de masa. A 370.5°C se pierden 51.8% de masa.

Go! Humedad (Ver gráfico 16)

Muestra 6 AMBIENTE
Tamaño 3.81mg
Modo TG/muestra
Identidad Lilian Nass

Operador B. Salinas
Fecha/Hora 1/16/2013 10:39:31 AM
Laboratorio Lab. Polímeros
Crisol Al
Atmósfera N2 / N2

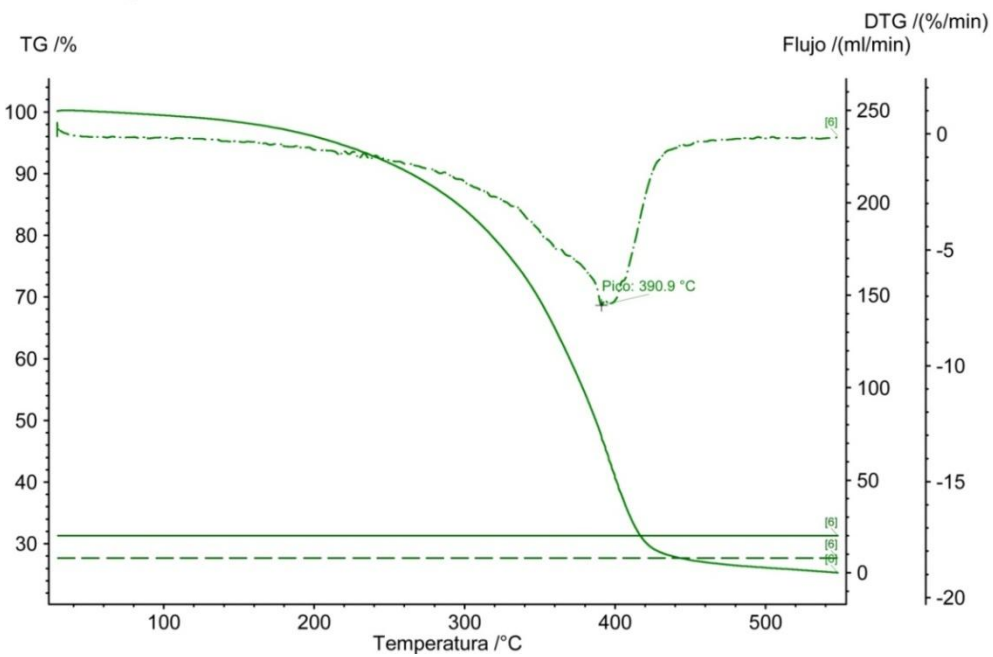


Gráfico 16. Termogravimetría de Go!

- La primera derivada identifica un proceso degradativo, el cual ocurre a 390.9°C y se pierde 51.3% de masa.

Adper Silorano Humedad (Ver gráfico 17)

Muestra 7 AMBIENTE
Tamaño 7.8mg
Modo TG/muestra
Identidad Lilian Nass

Operador B. Salinas
Fecha/Hora 1/16/2013 3:39:26 PM
Laboratorio Lab. Polímeros
Crisol Al
Atmósfera N2 / N2

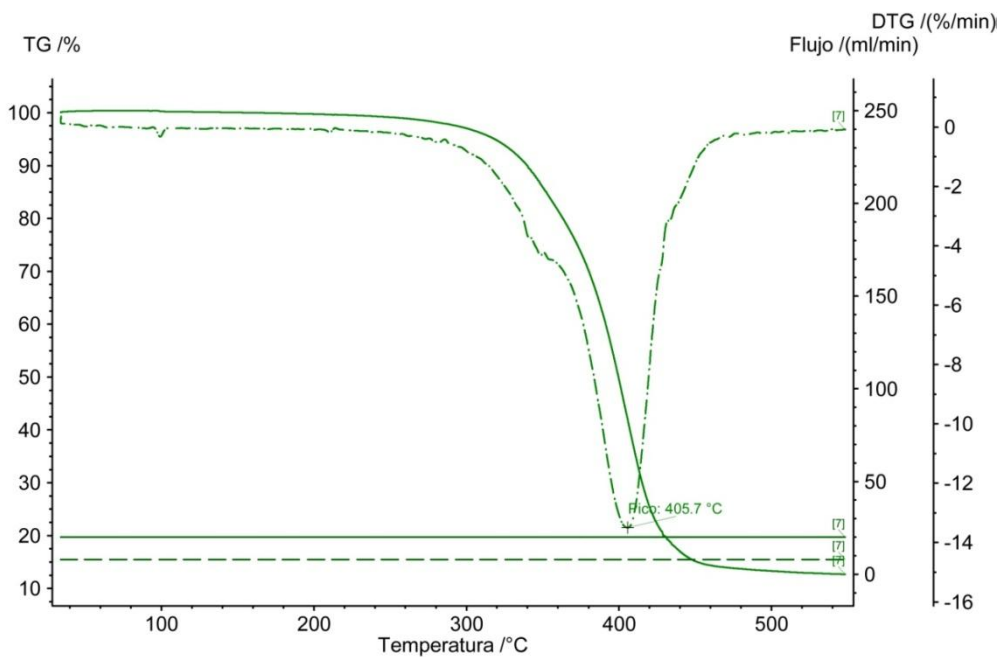


Gráfico 17. Termogravimetría de Adper Silorano

- La primera derivada identifica un proceso degradativo, el cual ocurre a 405.7°C y se pierde 55.9% de masa.

Optibond Humedad (Ver gráfico 18)

Muestra 8 AMBIENTE
Tamaño 3.14mg
Modo TG/muestra
Identidad Lilian Nass

Operador B. Salinas
Fecha/Hora 1/16/2013 2:22:53 PM
Laboratorio Lab. Polímeros
Crisol Al
Atmósfera N2 / N2

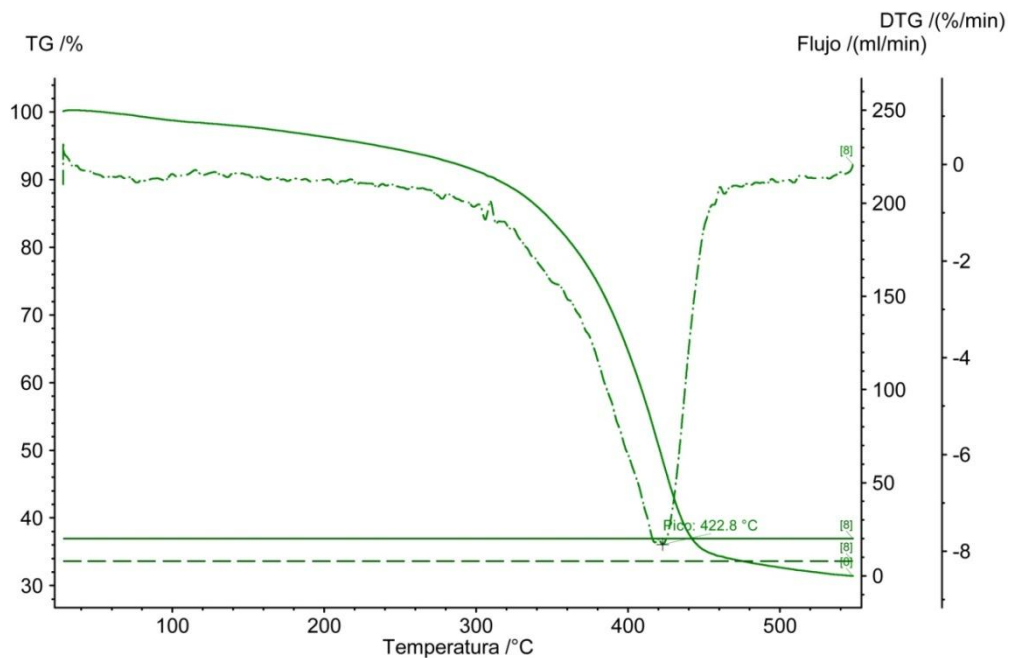


Gráfico 18. Termogravimetría de Optibond

- La primera derivada identifica un proceso degradativo, el cual ocurre a 422.8°C y se pierde 51.6% de masa.

Prime & Bond NT Humedad (Ver gráfico 19)

Muestra 9 AMBIENTE
Tamaño 5.13mg
Modo TG/muestra
Identidad Lilian Nass

Operador B. Salinas
Fecha/Hora 1/17/2013 8:34:28 AM
Laboratorio Lab. Polímeros
Crisol Al
Atmósfera N2 / N2

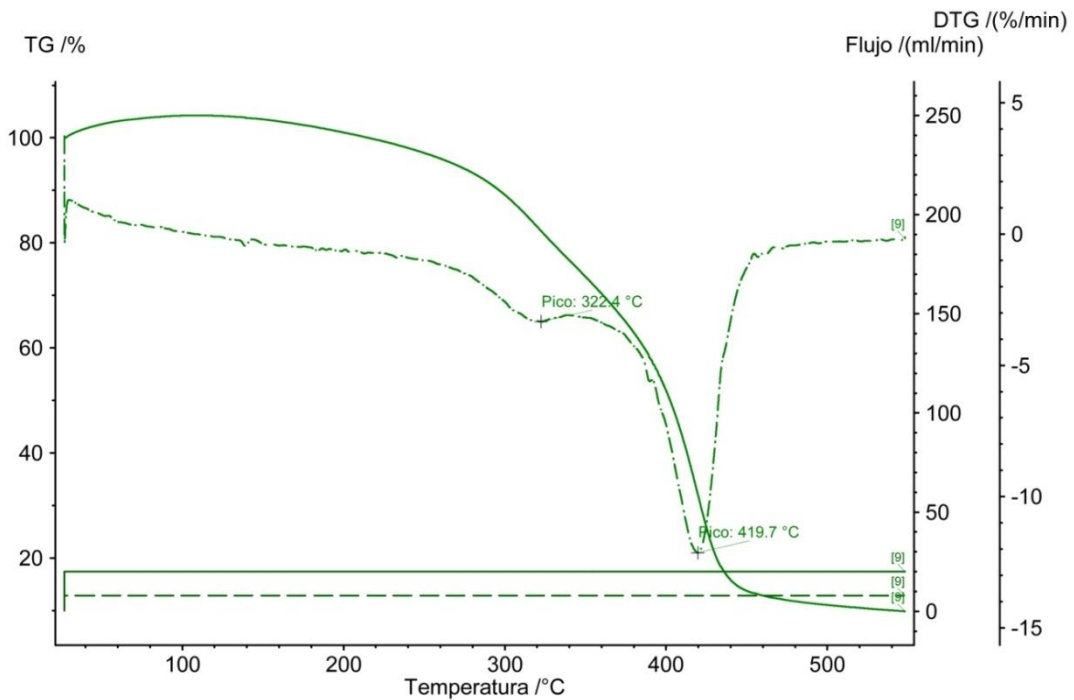


Gráfico 19. Termogravimetría Prime & Bond NT

- La primera derivada identifica dos procesos degradativos. El primero ocurre a 250°C y el segundo a 370.5°C. En el primer proceso se pierde 15.2% de masa y en el segundo 52.4% de masa.

Solobond M Humedad (Ver gráfico 20)

Muestra 10 AMBIENTE
Tamaño 4.29mg
Modo TG/muestra
Identidad Lilian Nass

Operador B. Salinas
Fecha/Hora 1/16/2013 4:54:15 PM
Laboratorio Lab. Polímeros
Crisol Al
Atmósfera N2 / N2

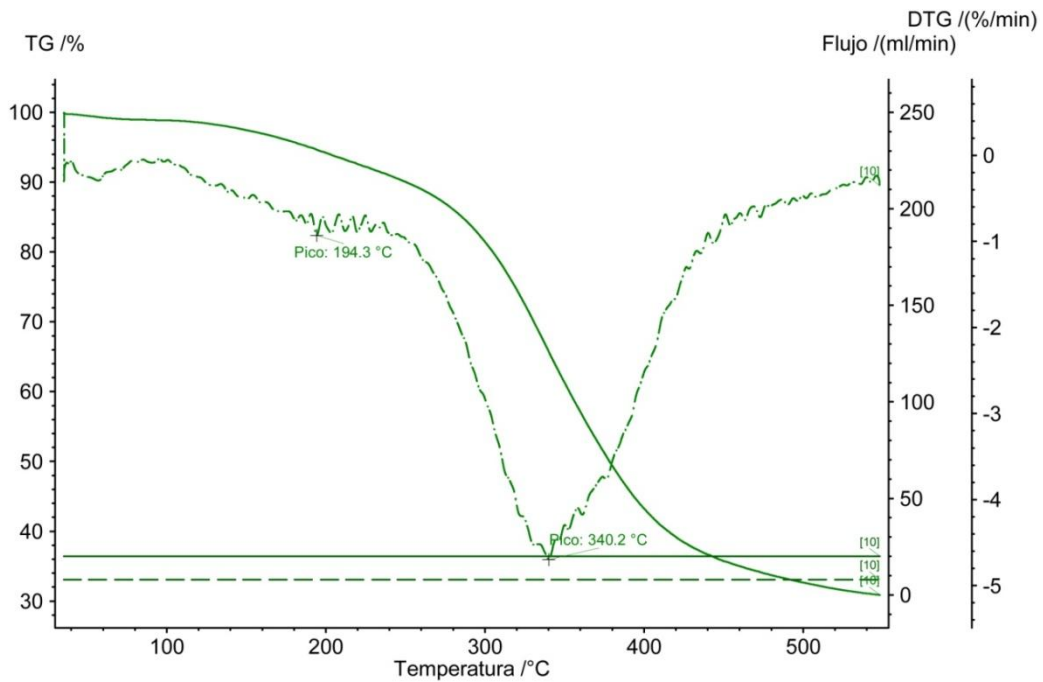


Gráfico 20. Termogravimetría de Solobond M

- La primera derivada identifica dos procesos degradativos. El primero ocurre a 194.3°C y el segundo a 340.2°C. En el primer proceso se pierde 5.5% de masa y en el segundo 34.4% de masa.

Single Bond Humedad (Ver gráfico 21)

Muestra 11 AMBIENTE
Tamaño 6.56mg
Modo TG/muestra
Identidad Lilian Nass

Operador B. Salinas
Fecha/Hora 1/16/2013 11:54:38 AM
Laboratorio Lab. Polímeros
Crisol Al
Atmósfera N2 / N2

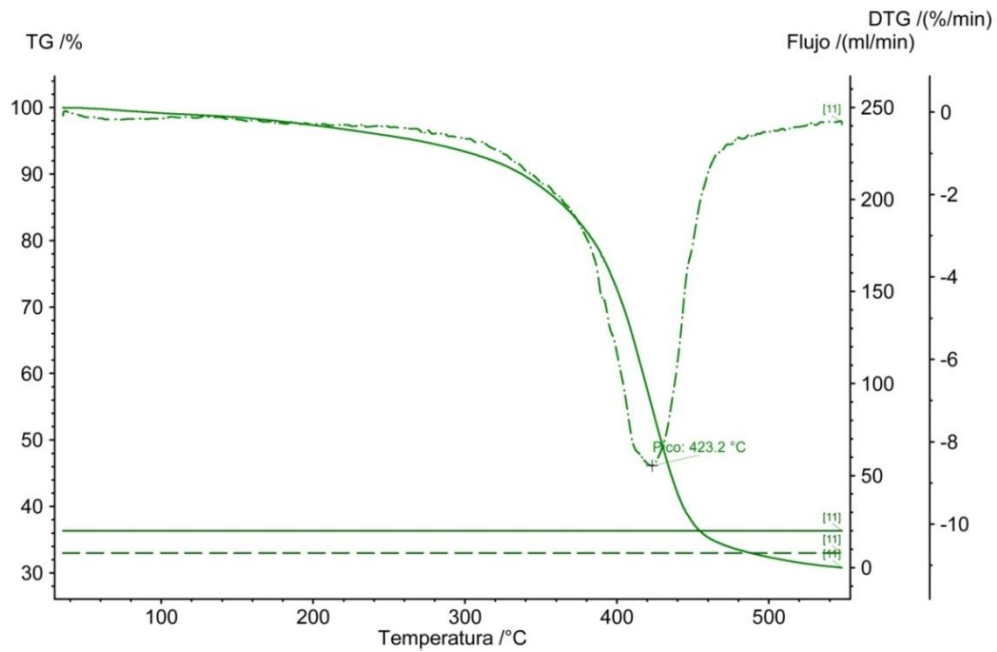


Gráfico 21. Termogravimetría de Single Bond

- La primera derivada identifica un proceso degradativo, el cual ocurre a 423.2°C y se pierde 44.8% de masa. Este comportamiento de descomposición señala que la muestra es muy homogénea.

6.2.2. 100 % humedad

AdheSe 100% Humedad (Ver gráfico 22)

Muestra 1 AGUA
Tamaño 6.81 mg
Modo TG/muestra
Identidad Lilian Nass

Operador B. Salinas
Fecha/Hora 101/21/2013 11:53:21 AM
Laboratorio Lab. Polímeros
Crisol Al
Atmósfera N2 / N2

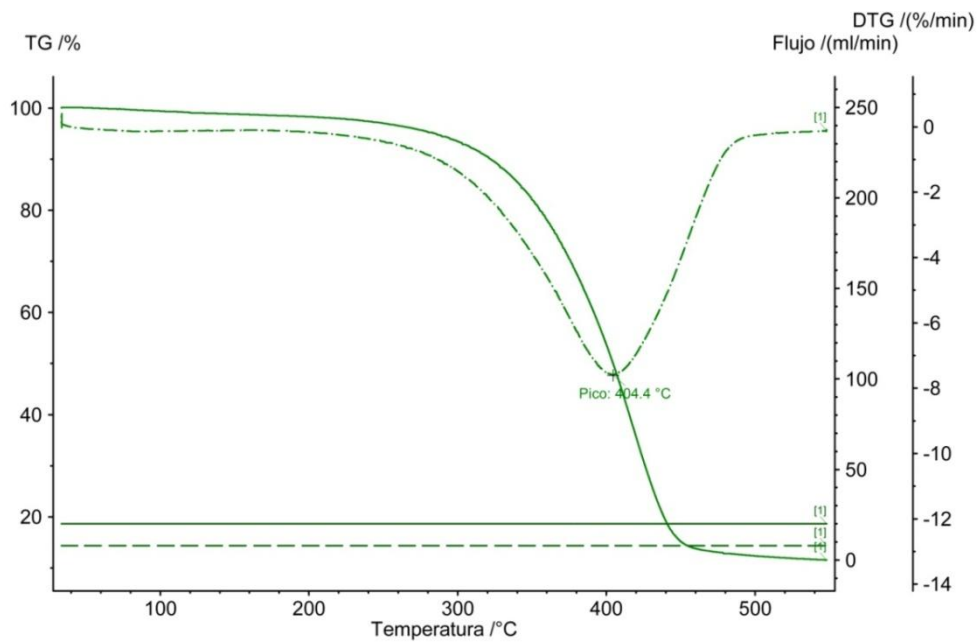


Gráfico 22. Termogravimetría de AdheSe

- La primera derivada identifica un proceso degradativo, el cual ocurre a 404.4°C y se pierde 49.2% de masa.

One Coat 100% Humedad (Ver gráfico 23)

Muestra 2 AGUA
Tamaño 7.33 mg
Modo TG/muestra
Identidad Lilian Nass

Operador B. Salinas
Fecha/Hora 1/21/2013 3:26:10 PM
Laboratorio Lab. Polímeros
Crisol Al
Atmósfera N2 / N2

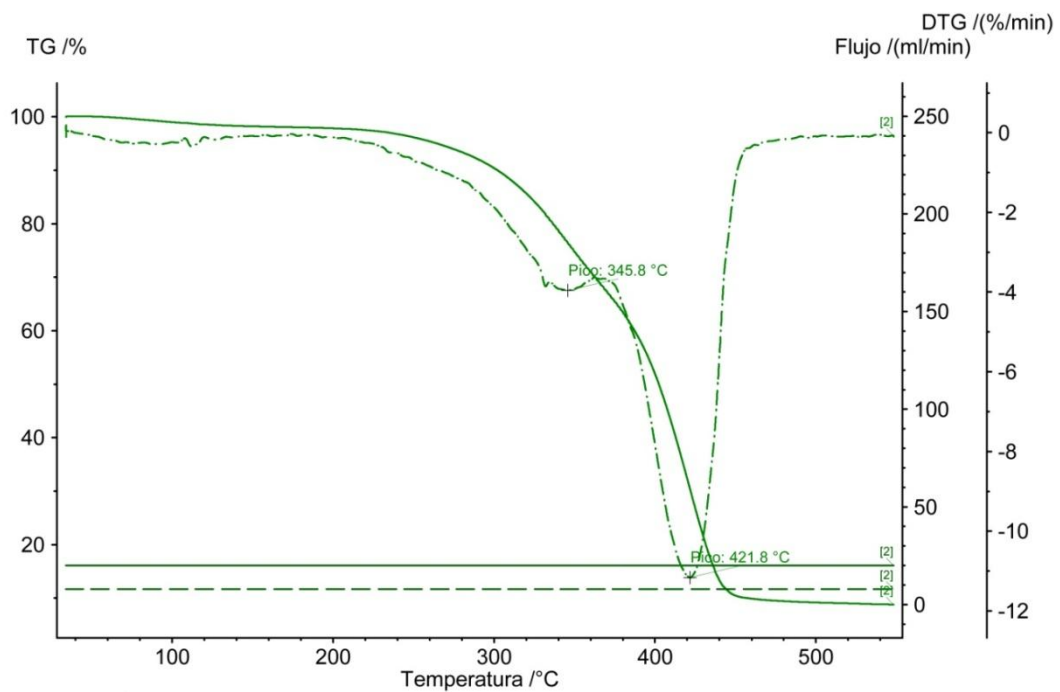


Gráfico 23. Termogravimetría One Coat

- La primera derivada identifica dos procesos degradativos. El primero ocurre a 345.8°C y el segundo a 421.8°C. En el primer proceso se pierde 23.9% de masa y en el segundo 69.3% de masa.

XP Bond 100% Humedad (Ver gráfico 24)

Muestra 3 AGUA
Tamaño 7.35 mg
Modo TG/muestra
Identidad Lilian Nass

Operador B. Salinas
Fecha/Hora 1/21/2013 10:36:57 AM
Laboratorio Lab. Polímeros
Crisol Al
Atmósfera N2 / N2

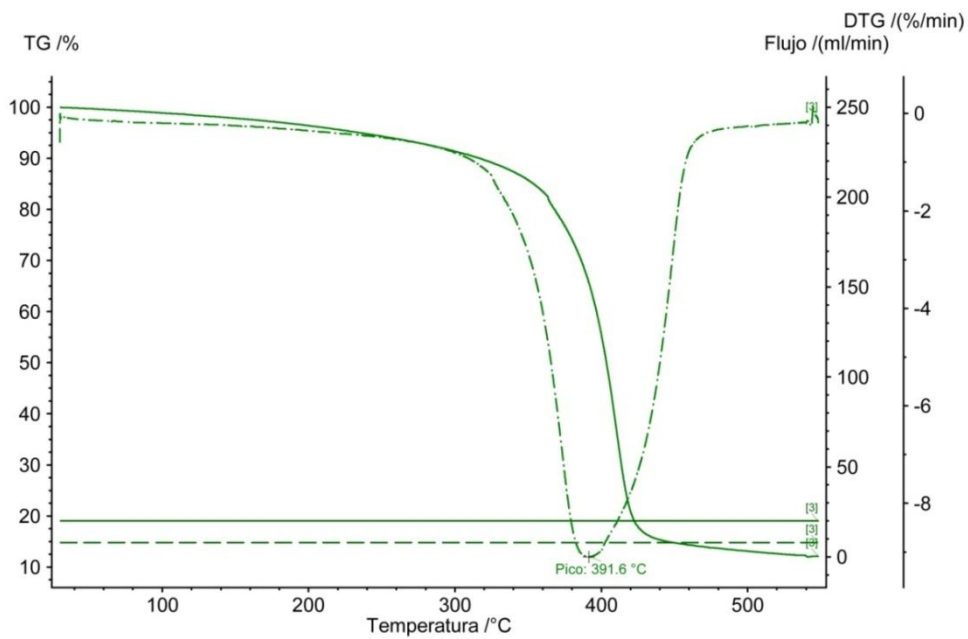


Gráfico 24. Termogravimetría de XP Bond

- La primera derivada identifica un proceso degradativo, el cual ocurre a 391.6°C y se pierde 35.3% de masa.

G Bond 100% Humedad (Ver gráfico 25)

Muestra 4 AGUA
Tamaño 3.87 mg
Modo TG/muestra
Identidad Lilian Nass

Operador B. Salinas
Fecha/Hora 1/22/2013 5:08:14 PM
Laboratorio Lab. Polímeros
Crisol Al
Atmósfera N2 / N2

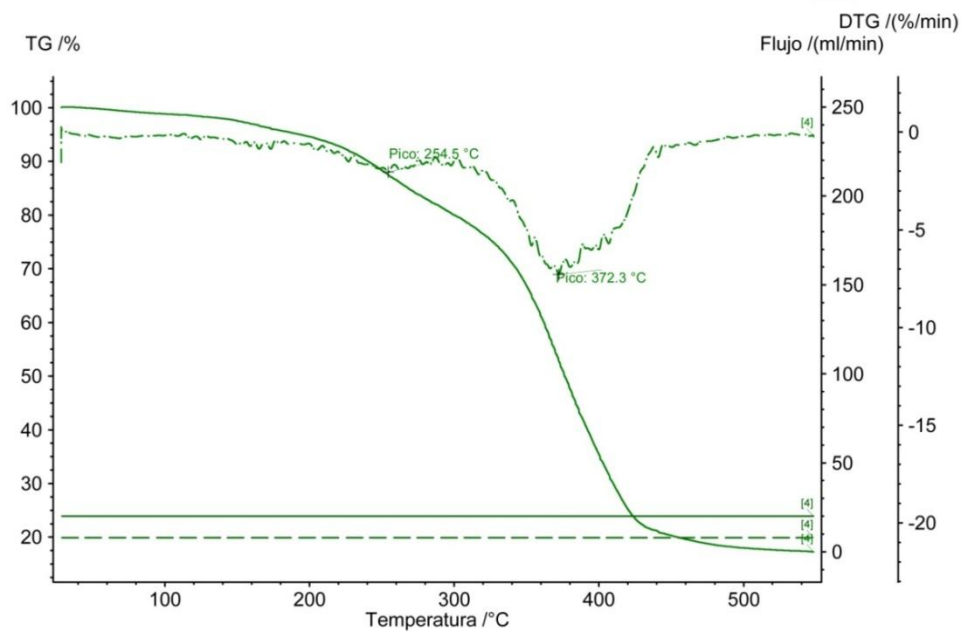


Gráfico 25. Termogravimetría de G Bond

- La primera derivada identifica dos procesos degradativos. El primero ocurre a 254°C y el segundo a 372.3°C. En el primer proceso se pierde 12.3% de masa y en el segundo 48.2% de masa.

Futurabond DC 100% Humedad (Ver gráfico 26)

Muestra 5 AGUA
Tamaño 6.76 mg
Modo TG/muestra
Identidad Lilian Nass

Operador B. Salinas
Fecha/Hora 1/22/2013 10:02:34 AM
Laboratorio Lab. Polímeros
Crisol Al
Atmósfera N2 / N2

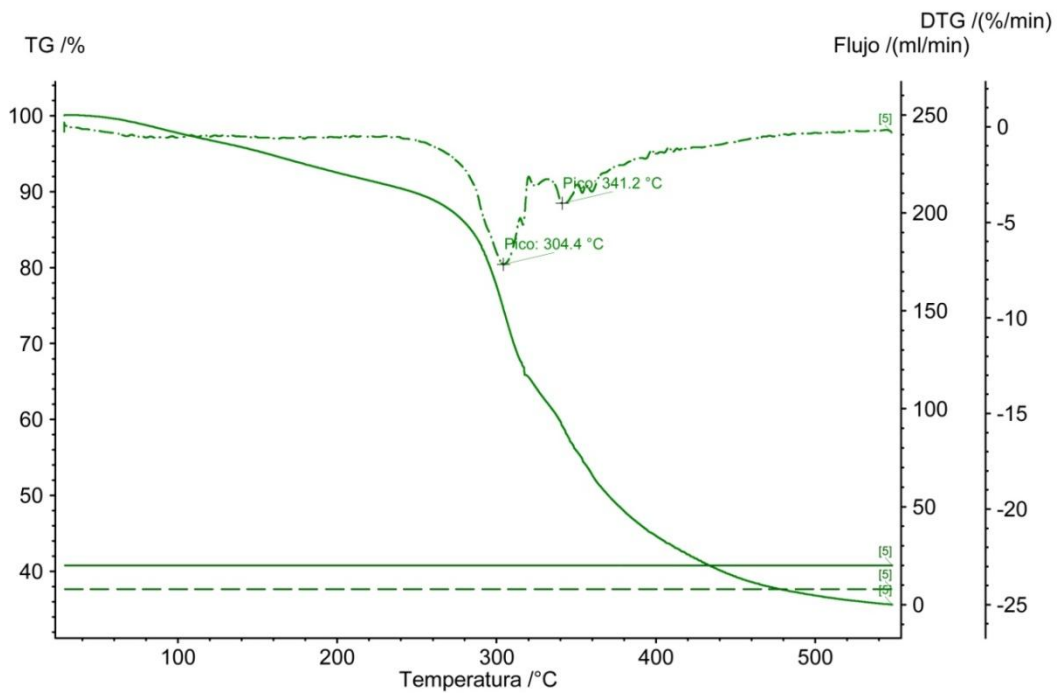


Gráfico 26. Termogravimetría de Futurabond DC

- La primera derivada identifica dos procesos degradativos. El primero ocurre a 304.4°C y el segundo a 341.2°C. En el primer proceso se pierde 25% de masa y en el segundo 40.8% de masa.

Go! 100% Humedad (Ver gráfico 27)

Muestra 6 AGUA
Tamaño 5.81 mg
Modo TG/muestra
Identidad Lilian Nass

Operador B. Salinas
Fecha/Hora 1/21/2013 4:46:15 PM
Laboratorio Lab. Polímeros
Crisol Al
Atmósfera N2 / N2

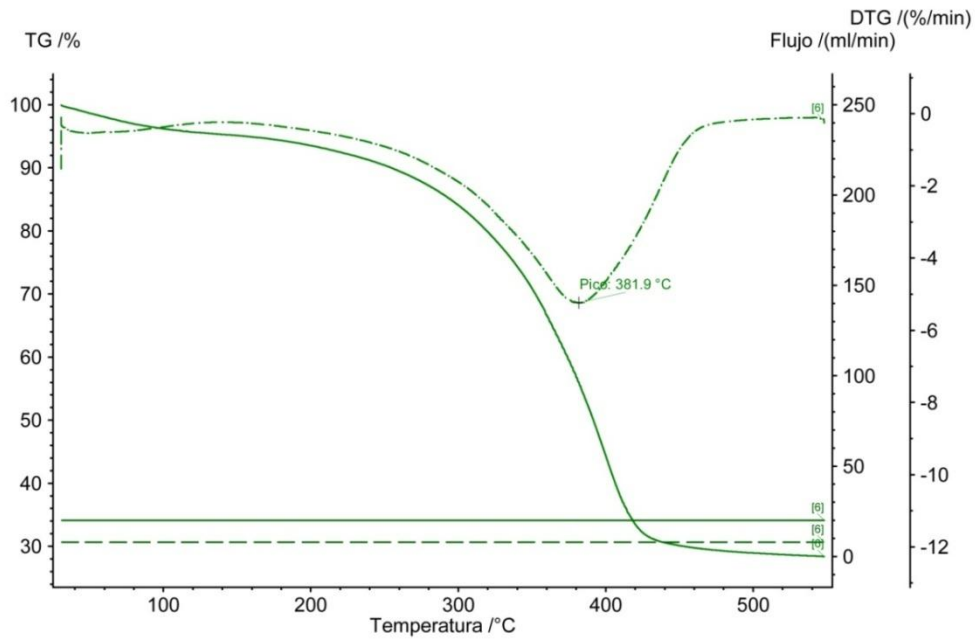


Gráfico 27. Termogravimetría de Go!

- La primera derivada identifica un proceso degradativo, el cual ocurre a 381.9°C y se pierde 43.4% de masa. Esta muestra es muy homogénea.

Adper Silorano 100% Humedad (Ver gráfico 28)

Muestra 7 AGUA
Tamaño 5.35 mg
Modo TG/muestra
Identidad Lilian Nass

Operador B. Salinas
Fecha/Hora 1/22/2013 11:22:07 AM
Laboratorio Lab. Polímeros
Crisol Al
Atmósfera N2 / N2

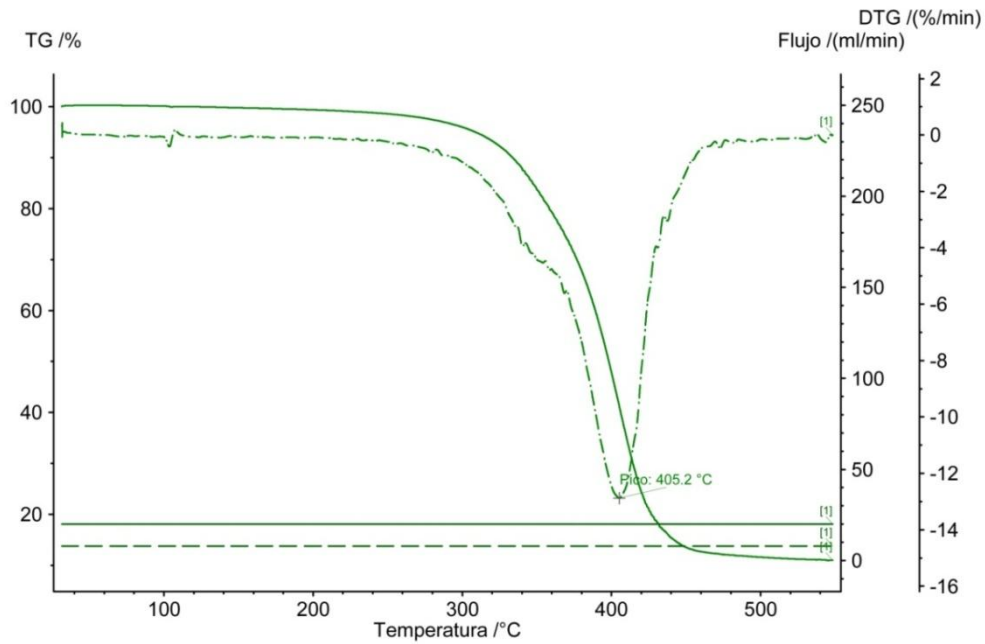


Gráfico 28. Termogravimetría de Adper Silorano

- La primera derivada identifica un proceso degradativo, el cual ocurre a 405.2°C y se pierde 57.4% de masa.

Optibond 100% Humedad (Ver gráfico 29)

Muestra 8 AGUA
Tamaño 7 mg
Modo TG/muestra
Identidad Lilian Nass

Operador B. Salinas
Fecha/Hora 1/22/2013 8:34:04 AM
Laboratorio Lab. Polímeros
Crisol Al
Atmósfera N2 / N2

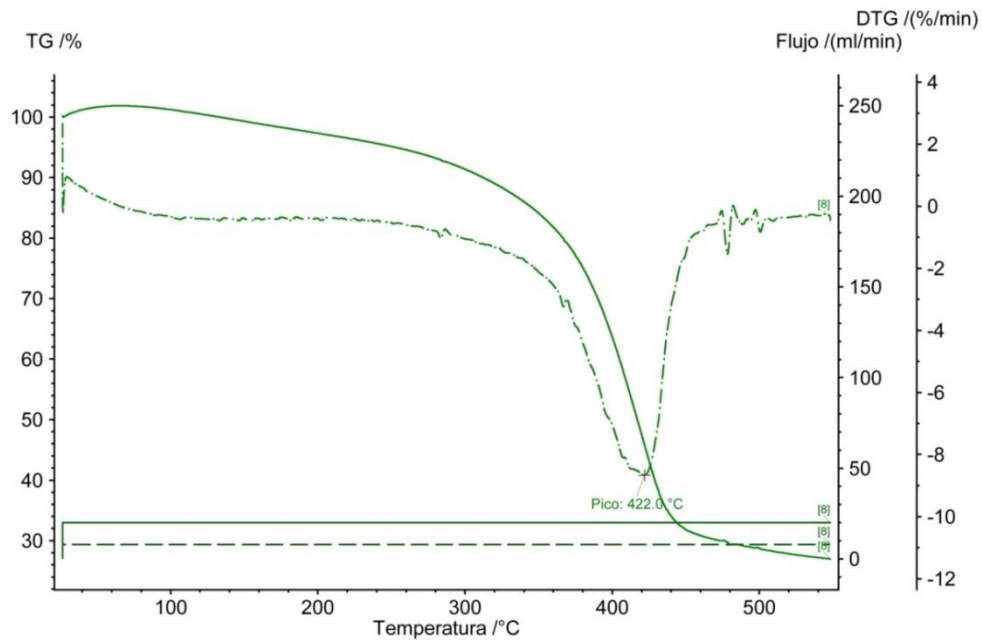


Gráfico 29. Termogravimetría de Optibond

- La primera derivada identifica un proceso degradativo, el cual ocurre a 422°C y se pierde 53.9% de masa. Esta muestra es muy homogénea.

Prime & Bond NT 100% Humedad (Ver gráfico 30)

Muestra 9 AGUA
Tamaño 2.70 mg
Modo TG/muestra
Identidad Lilian Nass

Operador B. Salinas
Fecha/Hora 1/23/2013 10:20:57 AM
Laboratorio Lab. Polímeros
Crisol Al
Atmósfera N2 / N2

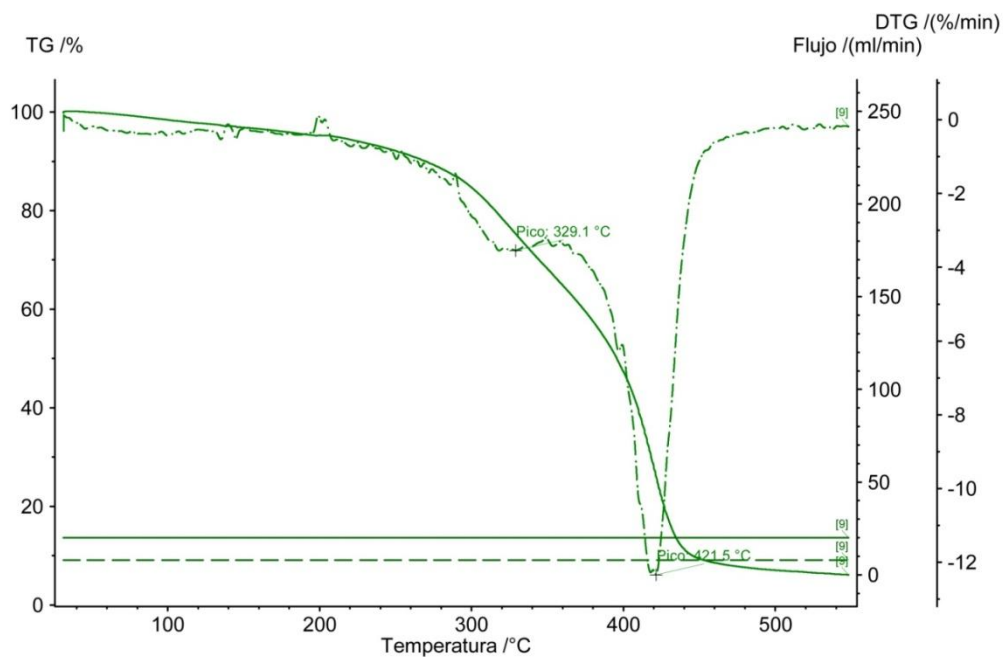


Gráfico 30. Termogravimetría de prime & Bond NT

- La primera derivada identifica dos procesos degradativos. El primero ocurre a 329.1°C y el segundo a 421.5°C. En el primer proceso se pierde 24.6% de masa y en el segundo 73.9% de masa.

Solobond M 100% Humedad (Ver gráfico 31)

Muestra 10 AGUA
Tamaño 4.32 mg
Modo TG/muestra
Identidad Lilian Nass

Operador B. Salinas
Fecha/Hora 1/21/2013 2:09:37 PM
Laboratorio Lab. Polímeros
Crisol Al
Atmósfera N2 / N2

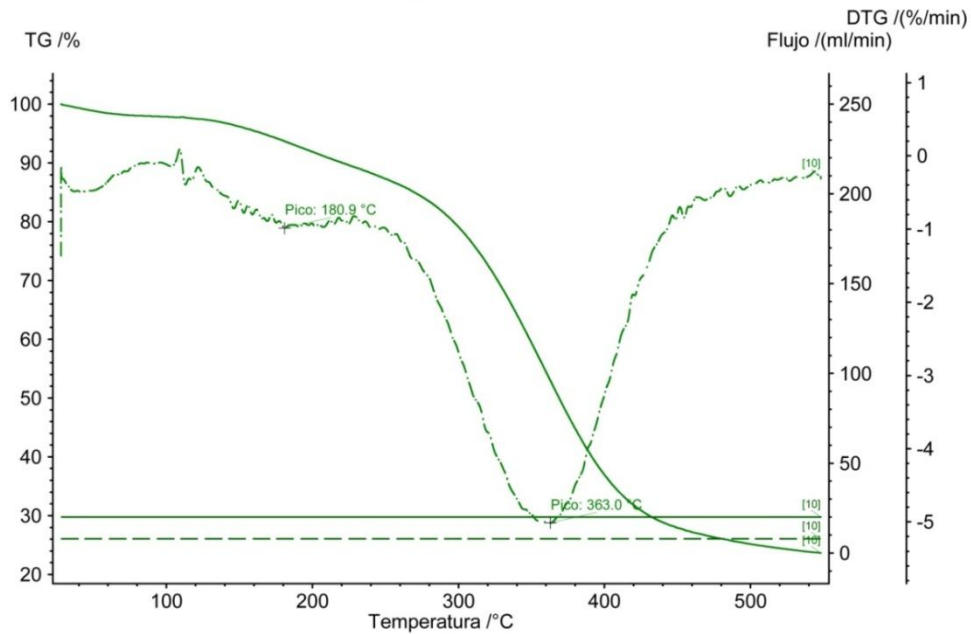


Gráfico 31. Termogravimetría de Solobond M

- La primera derivada identifica dos procesos de degradación. El primero ocurre a 180.9°C y el segundo a 363°C. En el primer proceso se pierde 6.3% de masa y en el segundo 47% de masa.

Single Bond 100% Humedad (Ver gráfico 32)

Muestra 11 AGUA
Tamaño 5.65 mg
Modo TG/muestra
Identidad Lilian Nass

Operador B. Salinas
Fecha/Hora 1/22/2013 3:36:31 PM
Laboratorio Lab. Polímeros
Crisol Al
Atmósfera N2 / N2

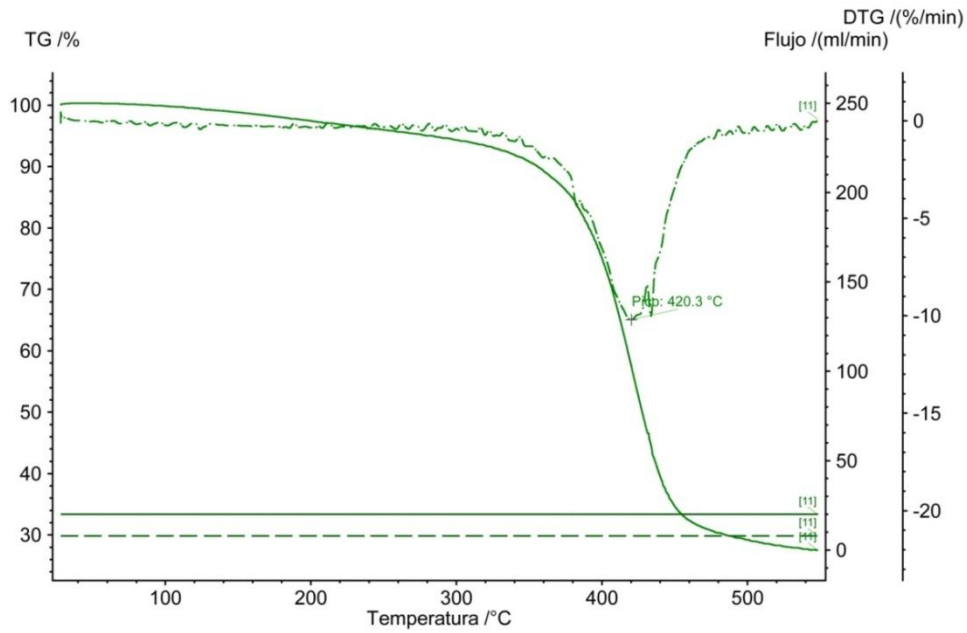


Gráfico 32. Termogravimetría de Single Bond

- La primera derivada identifica un proceso degradativo, lo que señala que la muestra es muy homogénea, el cual ocurre a 420.3°C y se pierde 42.9% de masa.

6.2.3. Agua acidulada a pH 3

AdheSe pH 3 (Ver gráfico 33)

Muestra 1 PH3
Tamaño 5.30mg
Modo TG/muestra
Identidad Lilian Nass

Operador B. Salinas
Fecha/Hora 1/23/2013 11:36:47 AM
Laboratorio Lab. Polímeros
Crisol Al
Atmósfera N2 / N2

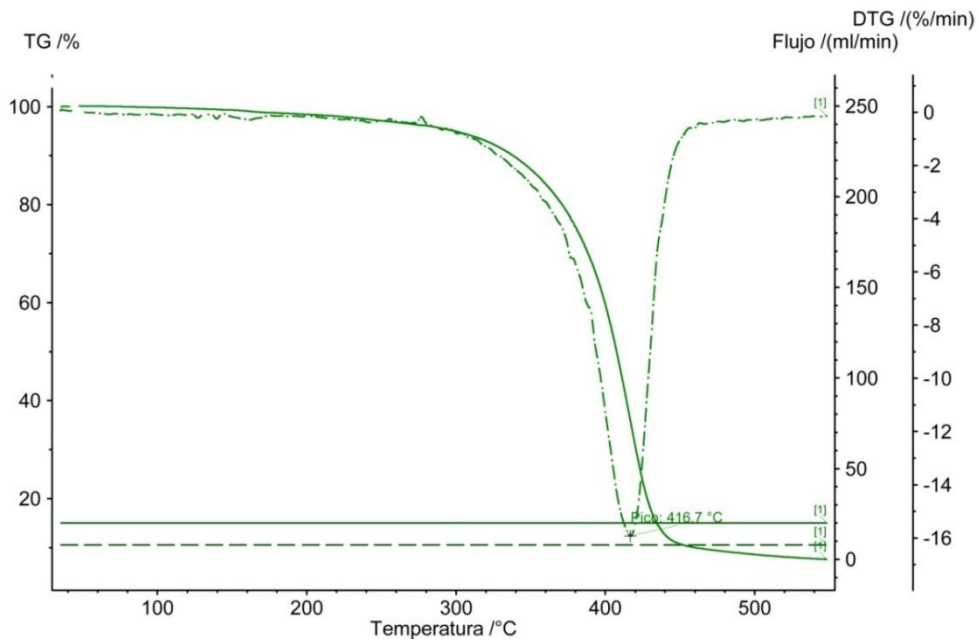


Gráfico 33. Termogravimetría de AdheSe

- La primera derivada identifica sólo un proceso degradativo, el cual ocurre a 416.7°C y se pierde 64.8% de masa. Esta muestra es muy homogénea.

One Coat pH 3 (Ver gráfico 34)

Muestra 2 PH3
Tamaño 4.13mg
Modo TG/muestra
Identidad Lilian Nass

Operador B. Salinas
Fecha/Hora 1/23/2013 2:45:11 PM
Laboratorio Lab. Polímeros
Crisol Al
Atmósfera N2 / N2

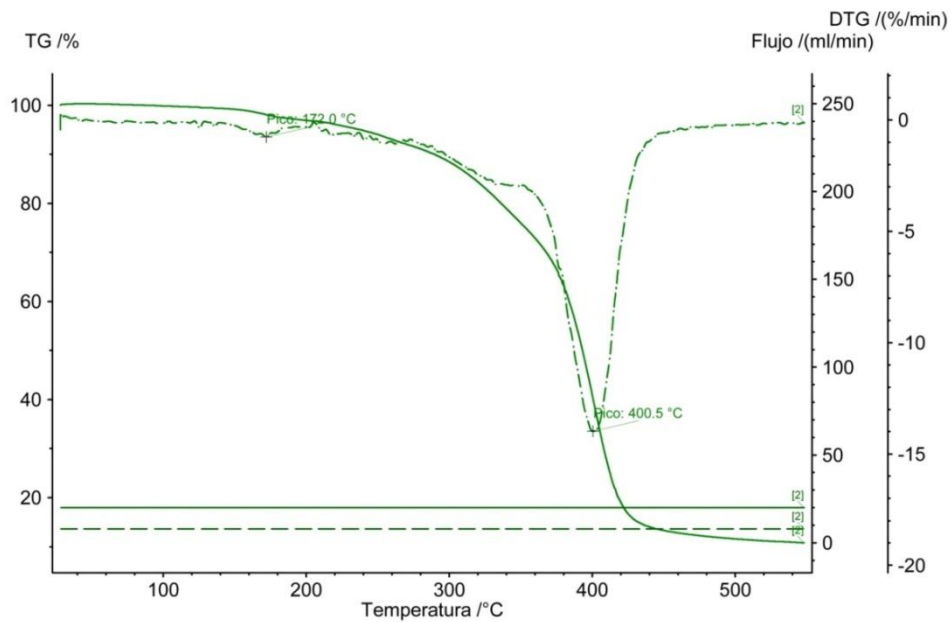


Gráfico 34. Termogravimetría de One Coat

- La primera derivada identifica dos procesos degradativos. El primero ocurre a 172°C y el segundo a 400.5°C. En el primer proceso se pierde 2% de masa, lo que es insignificante, y en el segundo 60% de masa. Esta muestra presenta sólo un proceso de pérdida de masa y es muy homogénea.

XP Bond pH 3 (Ver gráfico 35)

Muestra 3 PH3
Tamaño 5.15mg
Modo TG/muestra
Identidad Lilian Nass

Operador B. Salinas
Fecha/Hora 1/23/2013 4:00:55 PM
Laboratorio Lab. Polímeros
Crisol Al
Atmósfera N2 / N2

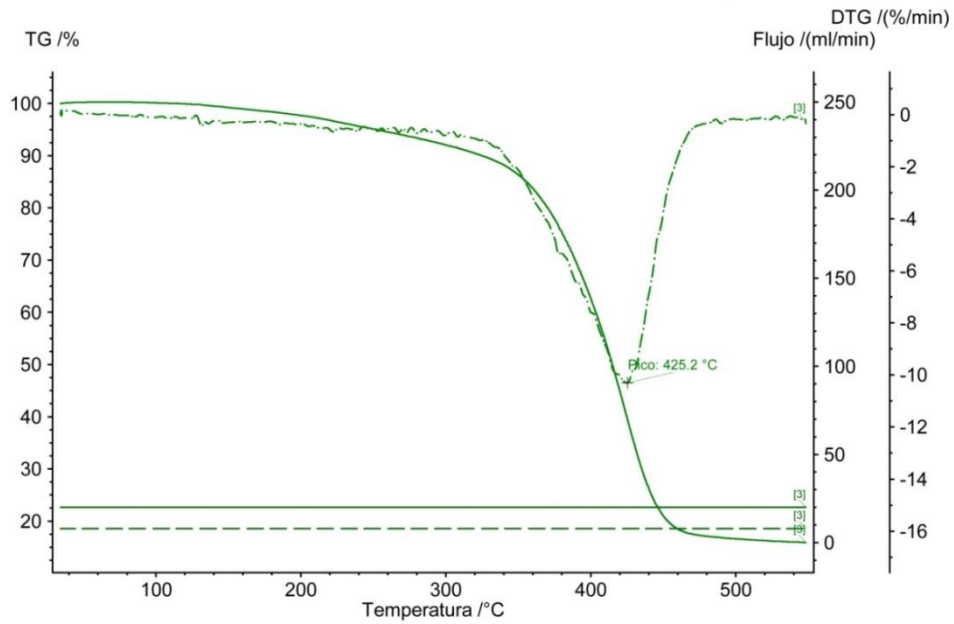


Gráfico 35. Termogravimetría de XP Bond

- La primera derivada identifica un proceso degradativo, el cual ocurre a 425.2°C y se pierde 62% de masa. La muestra es muy homogénea al presentar sólo una etapa de degradación.

G Bond pH 3 (Ver gráfico 36)

Muestra 4 PH3
Tamaño 4.00mg
Modo TG/muestra
Identidad Lilian Nass

Operador B. Salinas
Fecha/Hora 1/23/2013 5:16:17 PM
Laboratorio Lab. Polímeros
Crisol Al
Atmósfera N2 / N2

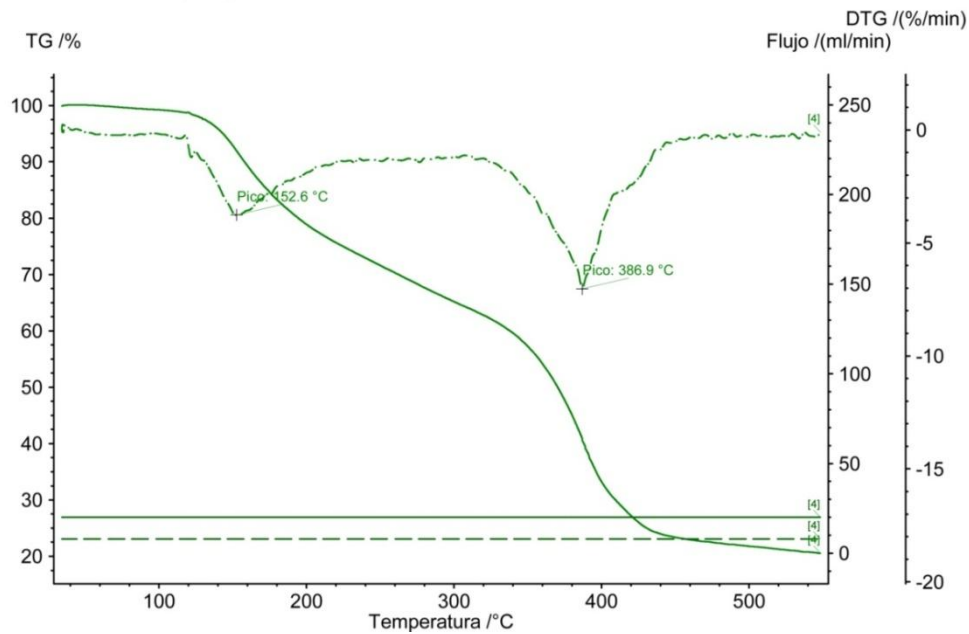


Gráfico 36. Termogravimetría de G Bond

- La primera derivada identifica dos procesos degradativos el primero ocurre a 152°C y el segundo a 387°C. En el primer proceso se pierde 8% de masa y en el segundo 60% de masa.

Futurabond DC pH 3 (Ver gráfico 37)

Muestra 5 PH3
Tamaño 4.28mg
Modo TG/muestra
Identidad Lilian Nass

Operador B. Salinas
Fecha/Hora 1/24/2013 10:00:29 AM
Laboratorio Lab. Polímeros
Crisol Al
Atmósfera N2 / N2

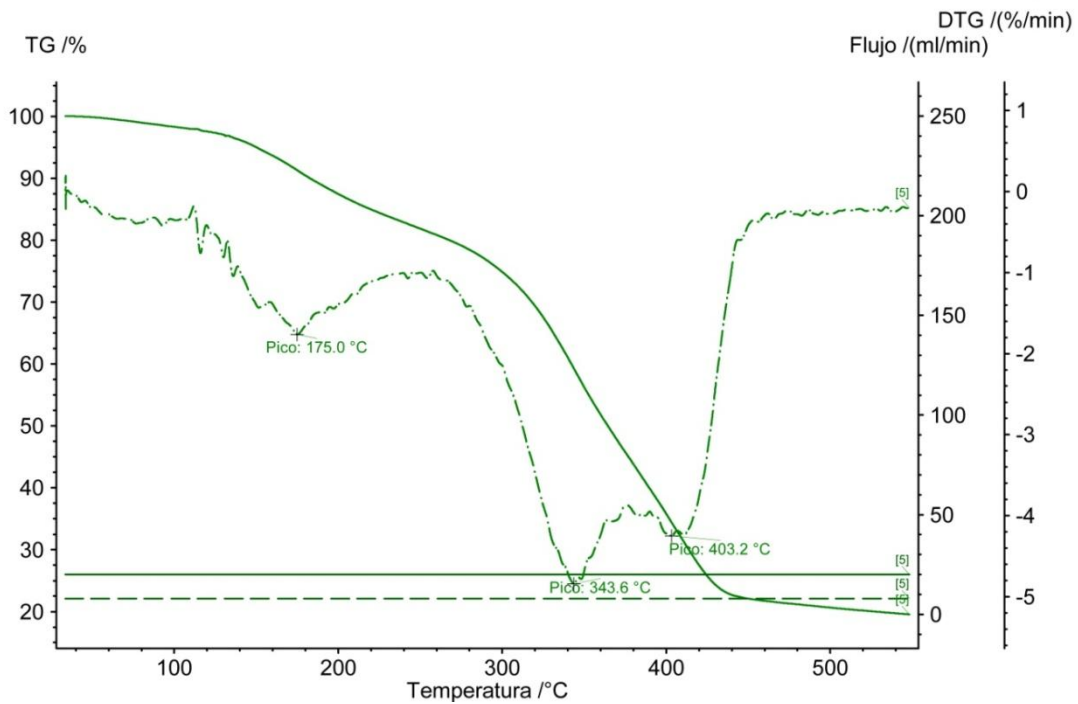


Gráfico 37. Termogravimetría de futurabond DC

- Desde la curva segmentada se puede observar la temperatura a las cuales suceden tres procesos degradativos.
- El primero a 175°C, el segundo a 342.6°C y el tercero a 403.2°C. En el primer proceso degradativo, se pierde un 8.9% de masa; en el segundo, 40.7% de masa, y en el tercero, 65.8% de masa.

Go! pH 3 (Ver gráfico 38)

Muestra 6 PH3
Tamaño 4.19mg
Modo TG/muestra
Identidad Lilian Nass

Operador B. Salinas
Fecha/Hora 1/24/2013 11:17:01 AM
Laboratorio Lab. Polímeros
Crisol Al
Atmósfera N2 / N2

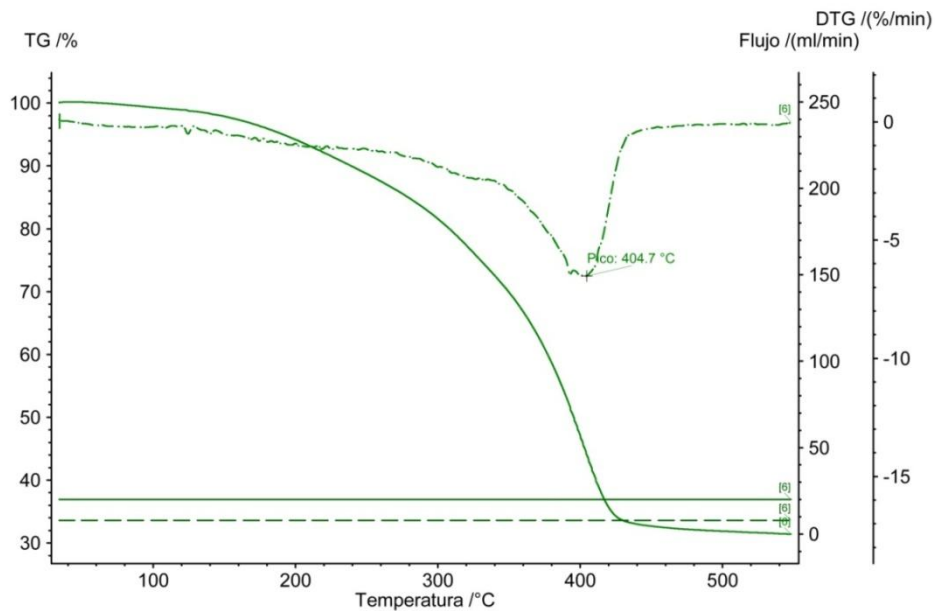


Gráfico 38. Termogravimetría de Go!

- La primera derivada identifica un proceso degradativo, el cual ocurre a 404.7°C y se pierde 55.3% de masa.

Adper Silorano pH 3 (Ver gráfico 39)

Muestra 7 PH3 AMBIENTE
Tamaño 4.64mg
Modo TG/muestra
Identidad Lilian Nass

Operador B. Salinas
Fecha/Hora 1/24/2013 12:41:42 PM
Laboratorio Lab. Polímeros
Crisol Al
Atmósfera N2 / N2

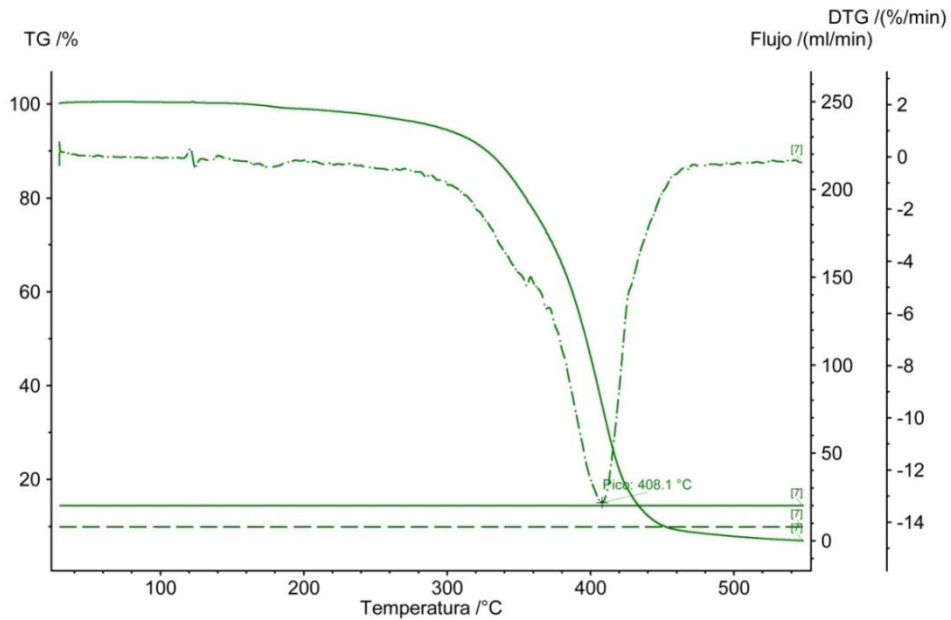


Gráfico 39. Termogravimetría de Adper Silorano

- La primera derivada identifica un proceso degradativo, el cual ocurre a 408.1°C y se pierde 62.8% de masa. Esta muestra es muy homogénea también.

Optibond pH 3 (Ver gráfico 40)

Muestra 8 PH3
Tamaño 6.60mg
Modo TG/muestra
Identidad Lilian Nass

Operador B. Salinas
Fecha/Hora 1/24/2013 2:14:48 PM
Laboratorio Lab. Polímeros
Crisol Al
Atmósfera N2 / N2

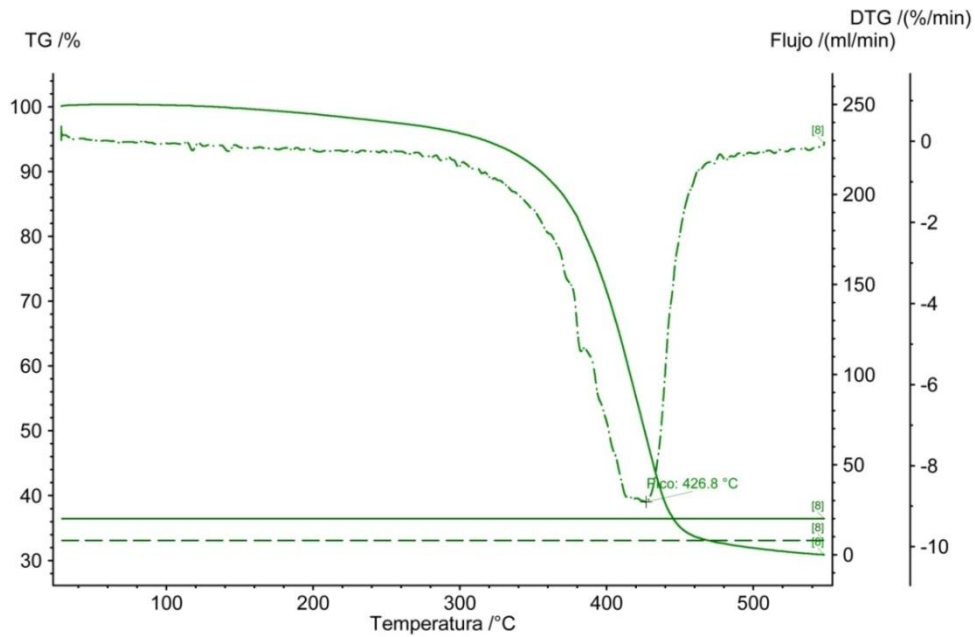


Gráfico 40. Termogravimetría de Optibond

- La primera derivada identifica un proceso degradativo, el cual ocurre a 426.8°C y se pierde 50% de masa.

Prime & Bond pH 3 (Ver gráfico 41)

Muestra 9 PH3
Tamaño 4.32mg
Modo TG/muestra
Identidad Lilian Nass

Operador B. Salinas
Fecha/Hora 1/24/2013 3:30:26 PM
Laboratorio Lab. Polímeros
Crisol Al
Atmósfera N2 / N2

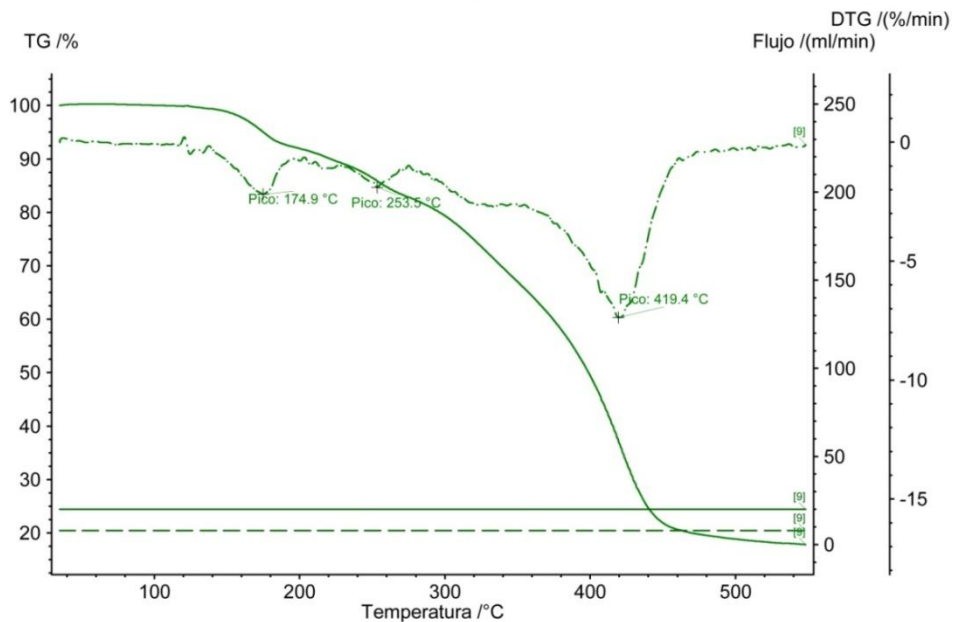


Gráfico 41. Prime & Bond

- Desde la curva segmentada se puede observar la temperatura a las cuales suceden tres procesos degradativos.
- El primero a 174.9°C, el segundo a 253.5°C y el tercero a 419.4°C. En el primer proceso degradativo, se pierde un 5% de masa; en el segundo, 14% de masa, y en el tercero, 63.2% de masa.

Solobond M pH 3 (Ver gráfico 42)

Muestra 10 PH3
Tamaño 6.30mg
Modo TG/muestra
Identidad Lilian Nass

Operador B. Salinas
Fecha/Hora 1/24/2013 5:23:29 PM
Laboratorio Lab. Polímeros
Crisol Al
Atmósfera N2 / N2

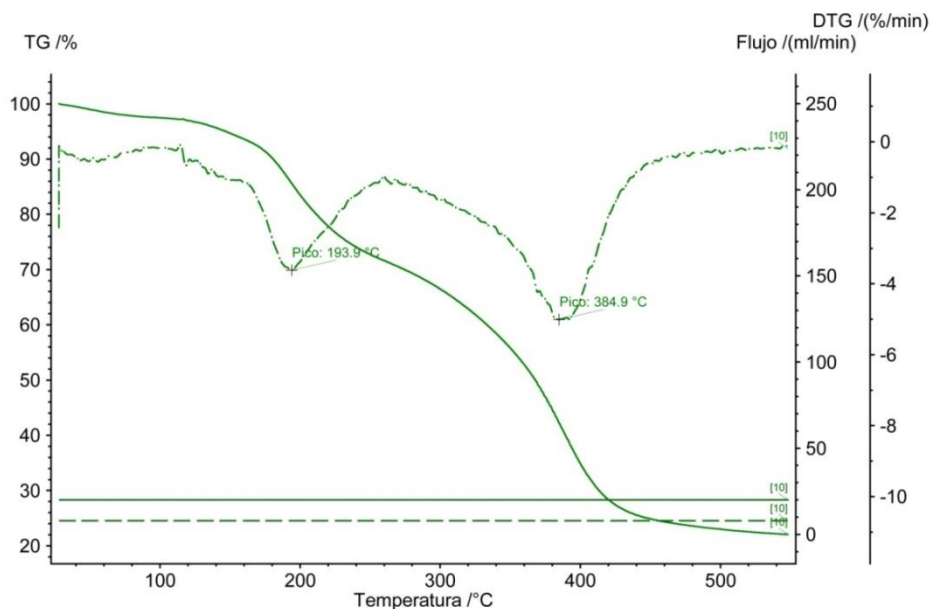


Gráfico 42. Termogravimetría de Solobond M

La primera derivada identifica dos procesos degradativos. El primero ocurre a 193.9°C y el segundo a 384.9°C. En el primer proceso se pierde 14% de masa y en el segundo 58% de masa.

Single Bond pH 3 (Ver gráfico 43)

Muestra 11 PH3
Tamaño 4.04mg
Modo TG/muestra
Identidad Lilian Nass

Operador B. Salinas
Fecha/Hora 1/25/2013 9:48:56 AM
Laboratorio Lab. Polímeros
Crisol Al
Atmósfera N2 / N2

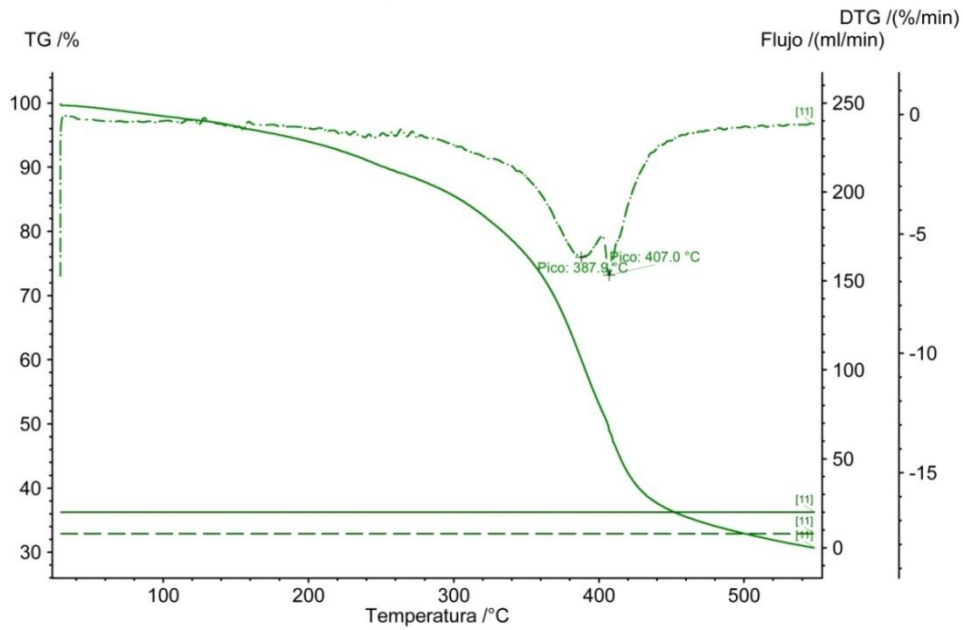


Gráfico 43. Termogravimetría de Single Bond

La primera derivada identifica dos procesos degradativos. El primero ocurre a 387.9°C y el segundo a 407°C. En el primer proceso se pierde 39.3% de masa y en el segundo 50.6% de masa.

6.2.4. Saliva artificial

AdheSe Saliva Artificial (Ver gráfico 44)

Muestra 1 AdeheSe
Tamaño 4.80 mg
Modo TG/sample with correction
Identidad Lilian Nass

Operador B. Salinas
Fecha/Hora 10/16/2013 9:00:47 AM
Laboratorio Lab. Polímeros
Crisol Al
Atmósfera N2 / N2

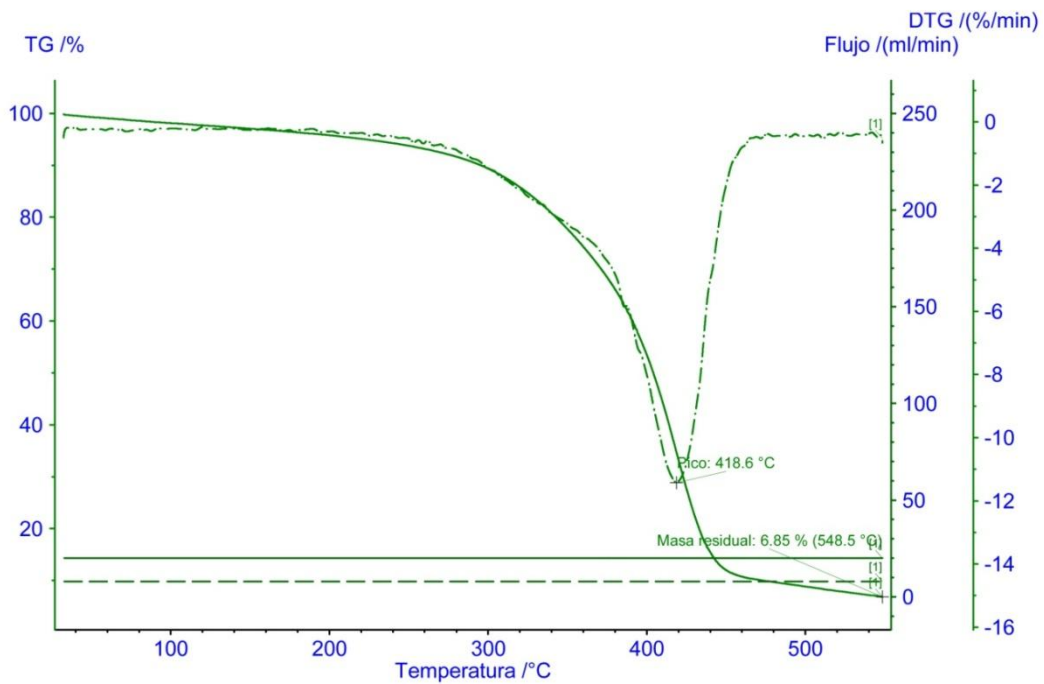


Gráfico 44. Termogravimetría de AdheSe

- La primera derivada identifica un proceso degradativo, el cual ocurre a 418.6° C y se pierde 52.6 % de masa.

One Coat Saliva Artificial (Ver gráfico 45)

Muestra 2 ONE COAT
Tamaño 6.30 mg
Modo TG/sample with correction
Identidad Lilian Nass

Operador B. Salinas
Fecha/Hora 10/16/2013 10:32:48 AM
Laboratorio Lab. Polímeros
Crisol Al
Atmósfera N2 / N2

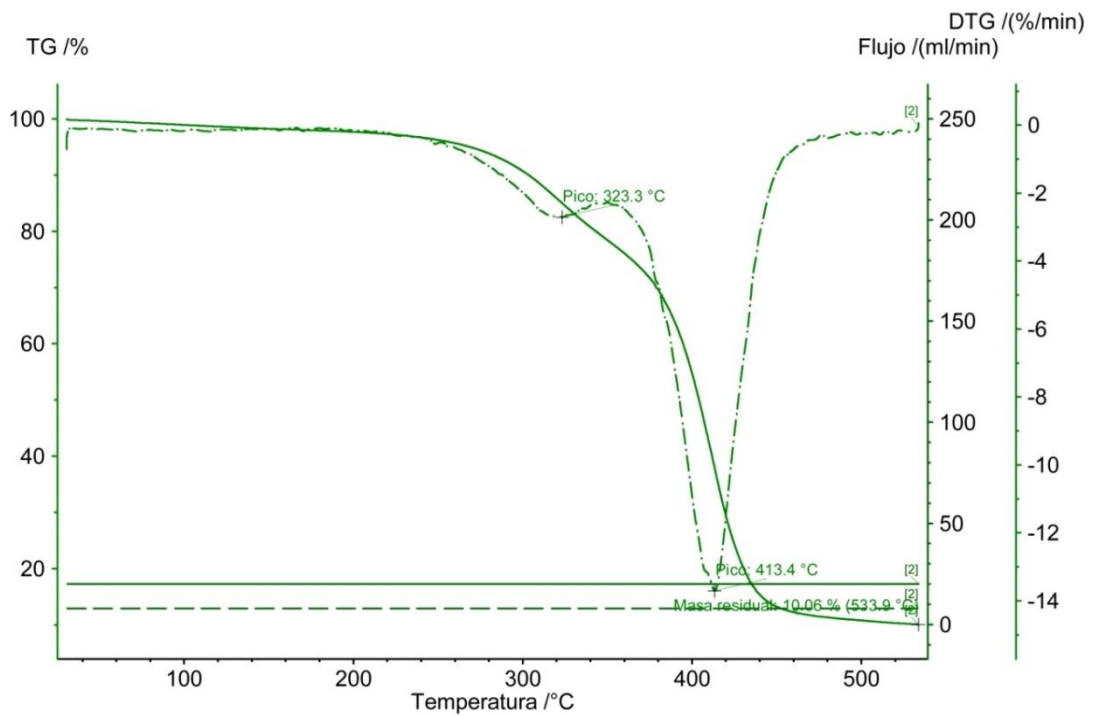


Gráfico 45. Termogravimetría One Coat

La primera derivada identifica dos procesos degradativos. El primero ocurre a 323.3°C y el segundo a 413.4°C. En el primer proceso se pierde 15.09 % de masa y en el segundo 68.45 % de masa.

XP Bond Saliva Artificial (Ver gráfico 46)

Muestra	3 XP BOND
Tamaño	8.50 mg
Modo	TG/sample with correction
Identidad	Lilian Nass

Operador	B. Salinas
Fecha/Hora	10/16/2013 12:49:21 PM
Laboratorio	Lab. Polímeros
Crisol	Al
Atmósfera	N2 / N2

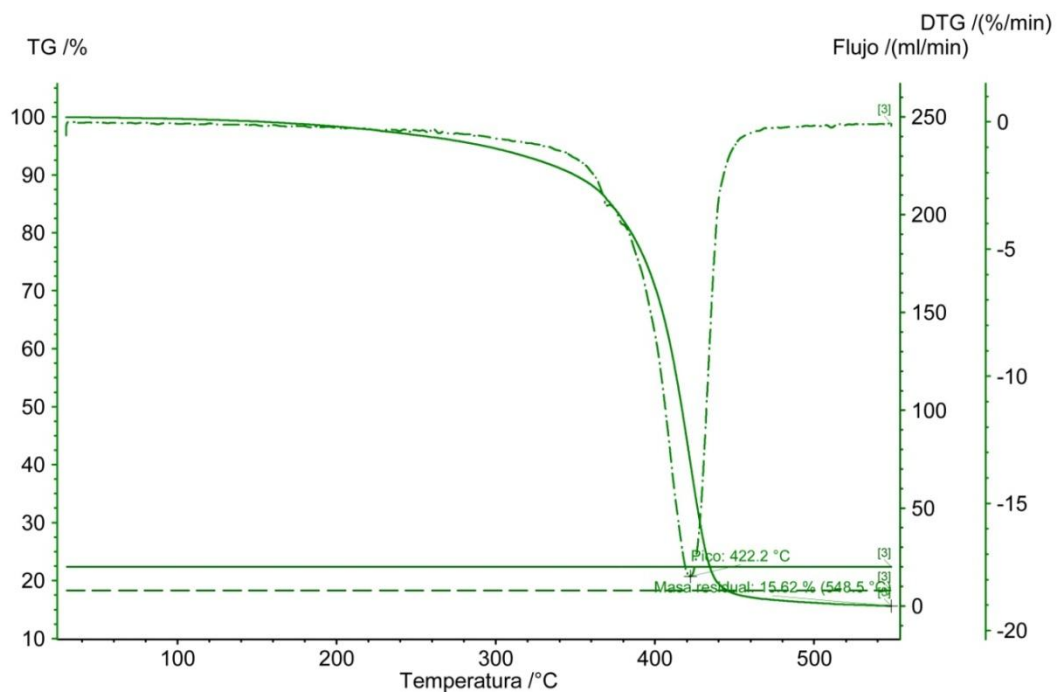


Gráfico 46. Termogravimetría XP Bond

- La primera derivada identifica un proceso degradativo, el cual ocurre a 422° C y se pierde 60.52 % de masa.

G Bond Saliva Artificial (Ver gráfico 47)

Muestra 4 G BOND
Tamaño 8.19 mg
Modo TG/sample with correction
Identidad Lilian Nass

Operador B. Salinas
Fecha/Hora 10/16/2013 2:26:01 PM
Laboratorio Lab. Polímeros
Crisol Al
Atmósfera N2 / N2

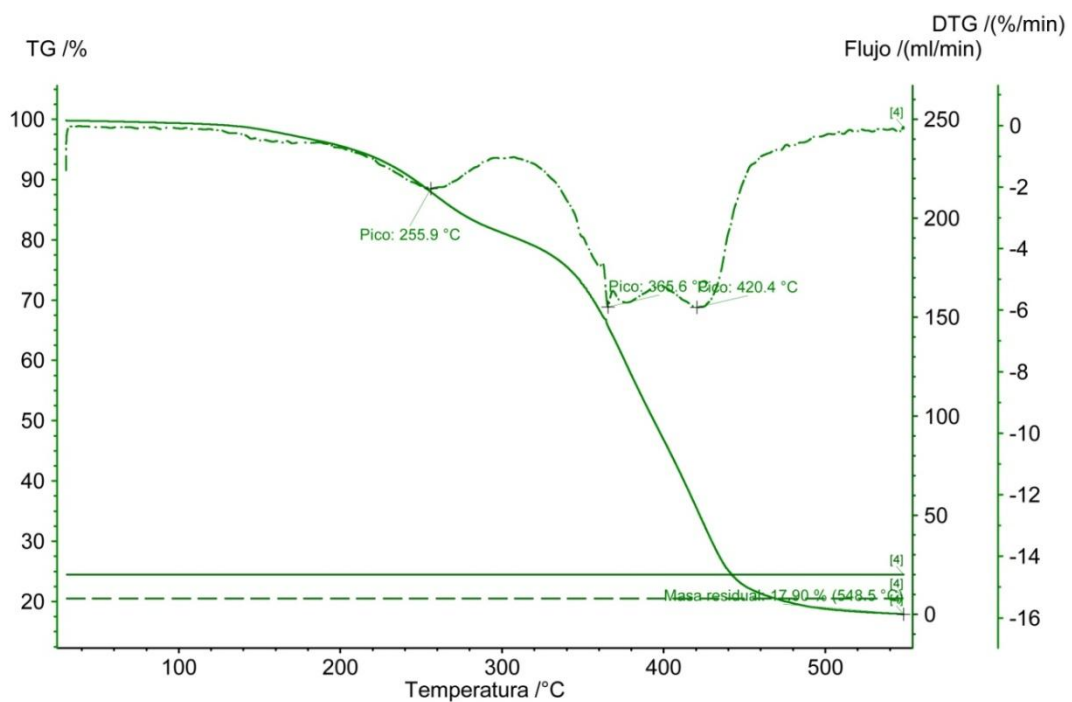


Gráfico 47. Termogravimetría G Bond

- La cantidad de material residual asignado a carga o componentes inorgánicos es 17.90 %. Desde la curva segmentada se puede observar la temperatura a las cuales suceden tres procesos degradativos. El primero a 255.9 °C, el segundo a 365.6 °C y el tercero a 420.4 °C

Futurabond DC Saliva Artificial (Ver gráfico 48)

Muestra 5 FUTURA BOND
Tamaño 12.52 mg
Modo TG/sample with correction
Identidad Lilian Nass

Operador B. Salinas
Fecha/Hora 10/16/2013 3:43:55 PM
Laboratorio Lab. Polímeros
Crisol Al
Atmósfera N2 / N2

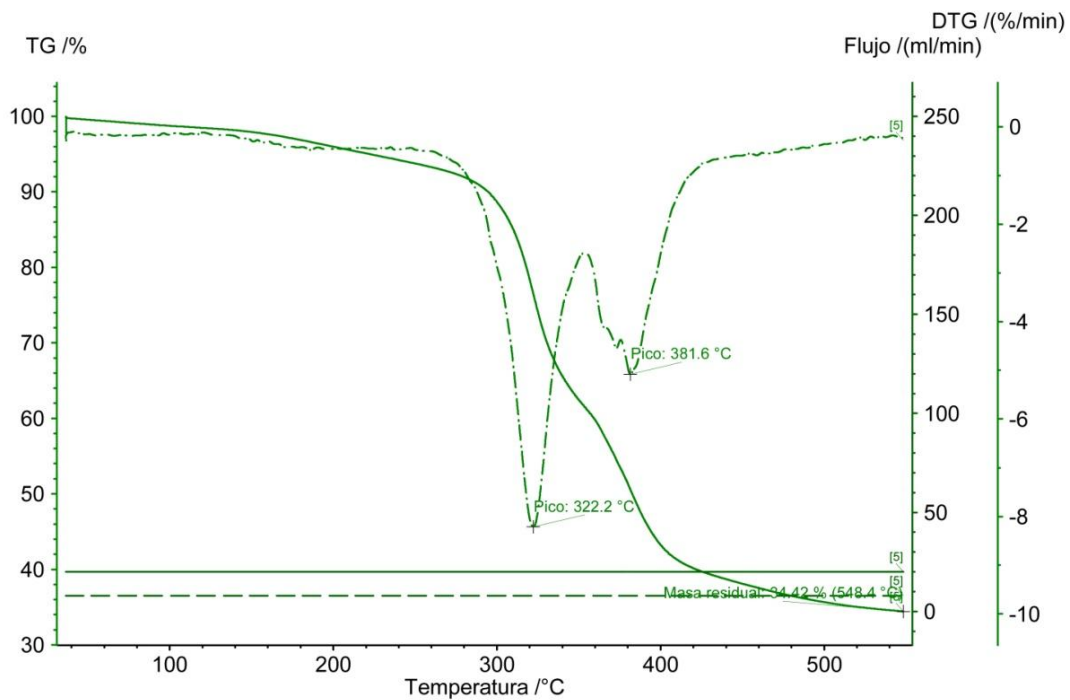


Gráfico 48. Termogravimetría de Futurabond DC

- La cantidad de material residual asignado a carga o componentes inorgánicos es 34.42 %. Desde la curva segmentada se puede observar la temperatura a las cuales suceden dos procesos degradativos. El primero a 322.2 °C y el segundo a 381.6 °C.

Go! Saliva Artificial (Ver gráfico 49)

Muestra 6 GO
Tamaño 10.08 mg
Modo TG/sample with correction
Identidad Lilian Nass

Operador B. Salinas
Fecha/Hora 10/17/2013 9:35:01 AM
Laboratorio Lab. Polímeros
Crisol Al
Atmósfera N2 / N2

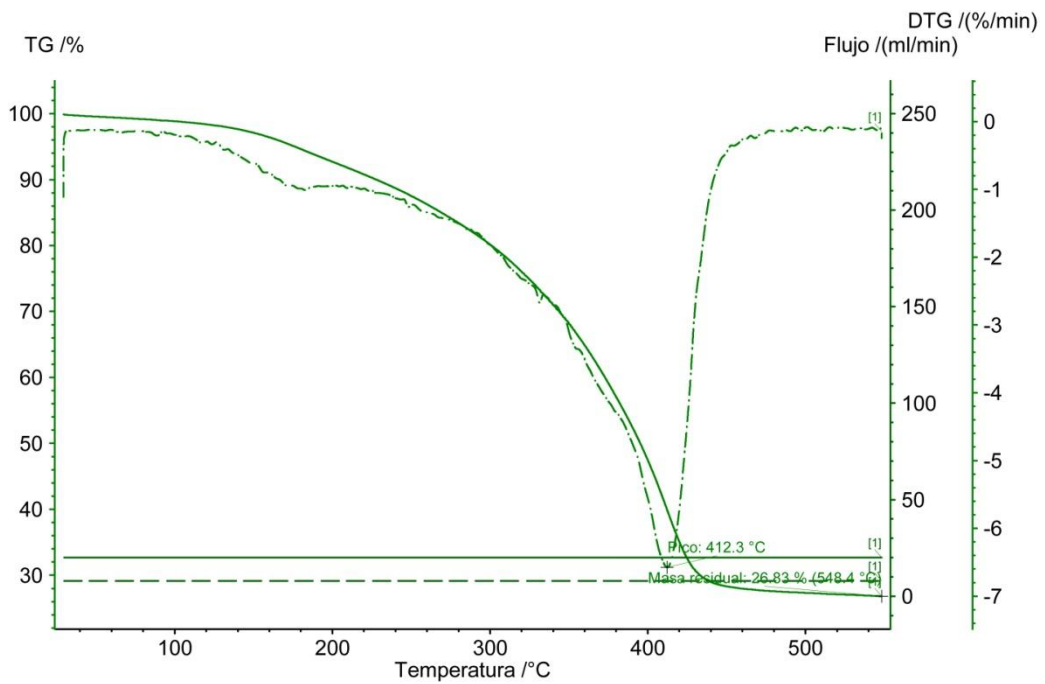


Gráfico 49. Termogravimetría de Go!

La primera derivada identifica un proceso degradativo, el cual ocurre a 412.3 °C y se pierde 60.25% de masa.

Optibond Saliva Artificial (Ver gráfico 50)

Muestra 8 OPTIBOND
Tamaño 4.72 mg
Modo TG/sample with correction
Identidad Lilian Nass

Operador B. Salinas
Fecha/Hora 10/17/2013 11:06:30 AM
Laboratorio Lab. Polimeros
Crisol Al
Atmósfera N2 / N2

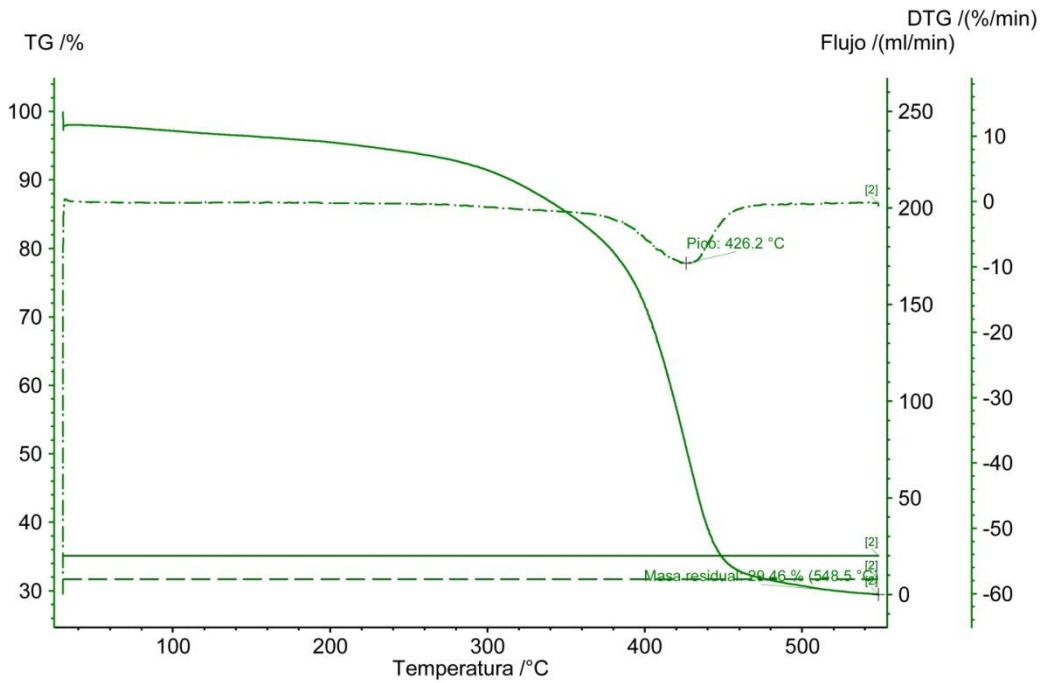


Gráfico 50. Termogravimetría de Optibond

-La primera derivada identifica un proceso degradativo, el cual ocurre a 426.2°C y se pierde 60.52% de masa.

Prime & Bond NT Saliva Artificial (Ver gráfico 51)

Muestra 9 P&B
Tamaño 4.95 mg
Modo TG/sample with correction
Identidad Lilian Nass

Operador B. Salinas
Fecha/Hora 10/18/2013 12:17:54 PM
Laboratorio Lab. Polímeros
Crisol Al
Atmósfera N2 / N2

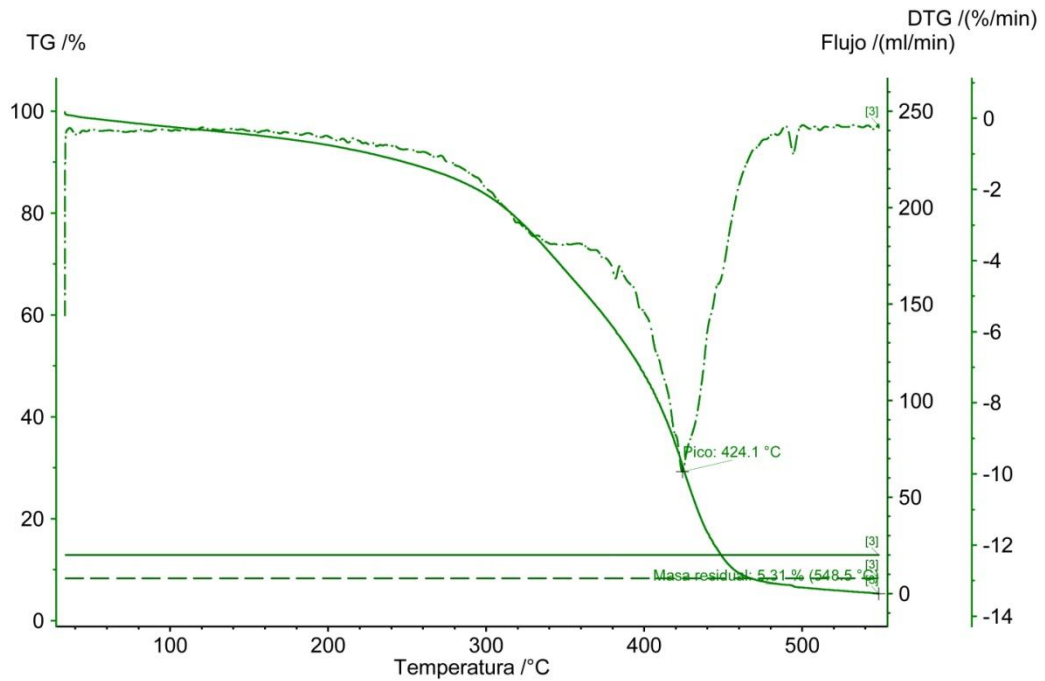


Gráfico 51. Termogravimetría de Prime & Bond NT

La primera derivada identifica un proceso degradativo que ocurre a 424.1 °C y se pierde 69.82 % de masa.

Solobond M Saliva Artificial (Ver gráfico 52)

Muestra 10 SOLOBOND
Tamaño 2.99 mg
Modo TG/sample with correction
Identidad Lilian Nass

Operador B. Salinas
Fecha/Hora 10/18/2013 2:41:51 PM
Laboratorio Lab. Polímeros
Crisol Al
Atmósfera N2 / N2

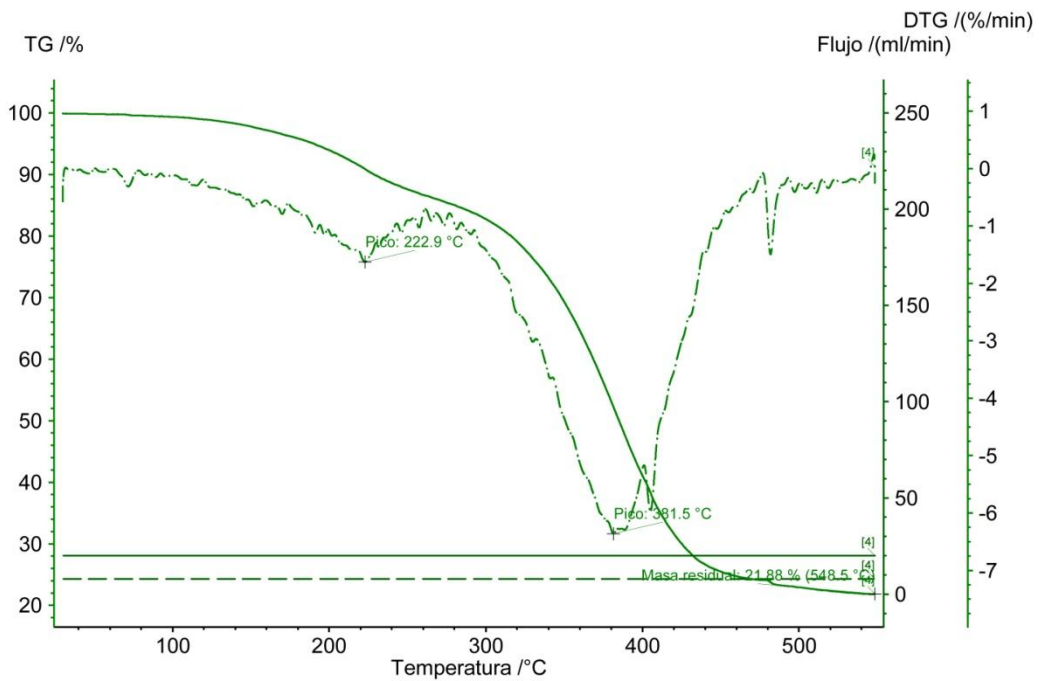


Gráfico 52. Termogravimetría Solobond M

- La primera derivada identifica dos procesos degradativos. El primero ocurre a 222.9 °C y el segundo a 318.5 °C. En el primer proceso se pierde 7.26 % de masa y en el segundo 20.65% de masa.

Single Bond Saliva Artificial (Ver gráfico 53)

Muestra 11 SINGLEBOND
Tamaño 12.24 mg
Modo TG/sample with correction
Identidad Lilian Nass

Operador B. Salinas
Fecha/Hora 10/18/2013 4:01:43 PM
Laboratorio Lab. Polimeros
Crisol Al
Atmósfera N2 / N2

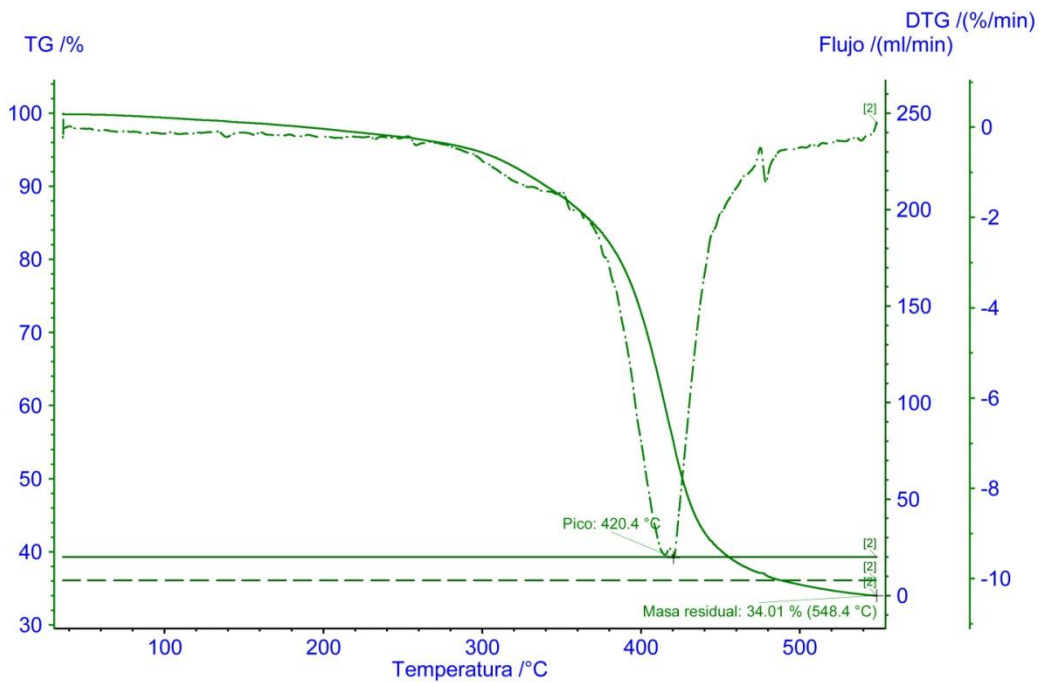


Gráfico 53. Termogravimetría Single Bond

La primera derivada identifica un proceso degradativo, el cual ocurre a 420.4 °C y se pierde 44.69% de masa. La masa residual es de 34 %.

6.3. Tablas y gráficos con sistemas adhesivos en los cuatro ambientes

Además del registro de los datos mediante el análisis de los termogramas, se realizó una comparación simultánea de las curvas. Se confeccionó una base de datos común, incluyendo todos los sistemas adhesivos en los distintos medios o ambientes. Esta base de datos fue exportada al programa InfoStat 2013, el que permitió los gráficos de dispersión, ubicándose en el eje Y la masa y en el eje X, la temperatura.

Se obtuvo un total de 14.288 mediciones en 8 columnas, consignados en una tabla de contingencia.

Los resultados de este estudio descriptivo mostraron tendencias y los sistemas adhesivos, que con mayor relevancia, se comportaron mejor en cada uno de los ambientes estudiados.

TABLA: 1.AdheSe

Ambientes	1º Derivada	% pérdida Masa
Humedad Relativa / Ambiente	414.8 °C	63 %
100 % AGUA	404.4°C	49.2 %
pH 3	416.7°C	64.8 %
Saliva Artificial	418.6 °C	56.2 %

Desde la tabla se puede indicar que la mayor estabilidad es en el ambiente de saliva artificial, su temperatura de degradación es 418.6°C, con un porcentaje de pérdida de masa de un 56.2%. La menor estabilidad térmica la genera el agua. Los ambientes asociados a humedad relativa y pH 3 generan una estabilidad intermedia. Se puede deducir también, que en rigor el comportamiento de degradación es muy similar en todos los ambientes.

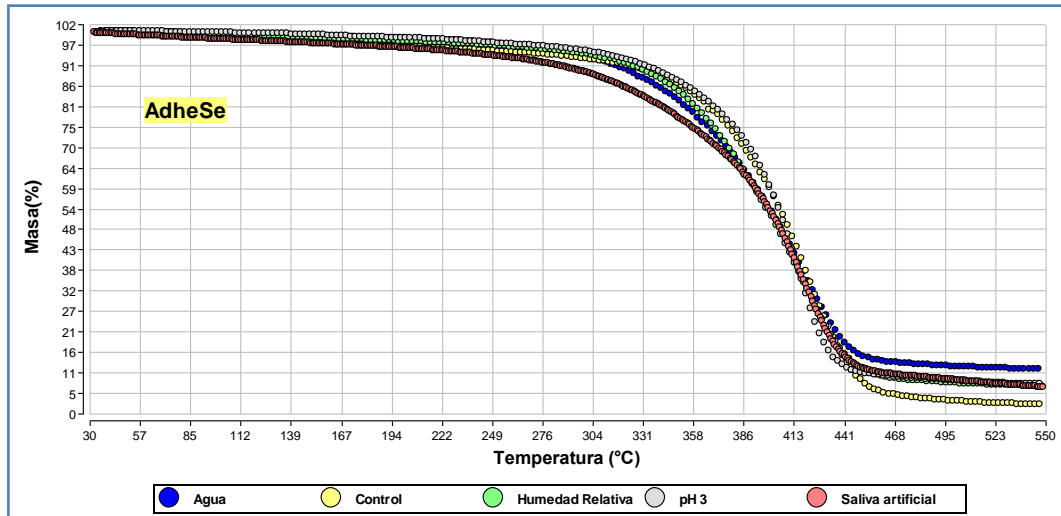


Gráfico 54. Porcentaje pérdida de masa en función de la temperatura para AdheSe, sometido a distintos ambientes

TABLA: 2.One Coat

Ambientes	1º Derivada	% pérdida Masa
Humedad Relativa / Ambiente	350 °C/ 420.8 °C	28.3 % / 73 %
100 % AGUA	345.8°C/421.8°C	23.9 % / 69.3 %
pH 3	172.0°C/400.5°C	2 % / 60 %
Saliva Artificial	323.3°C /413.4°C	15.09 % / 62.45 %

Este material es más estable térmicamente en humedad relativa, su temperatura de degradación en un primer peak es 350°C, con un porcentaje de pérdida de masa de un 28.3%, y en un segundo peak a 420.8°C, con un porcentaje de pérdida de masa de 73%. La menor estabilidad térmica la genera el pH 3. En el ambiente 100% agua y saliva artificial, presenta una estabilidad intermedia.

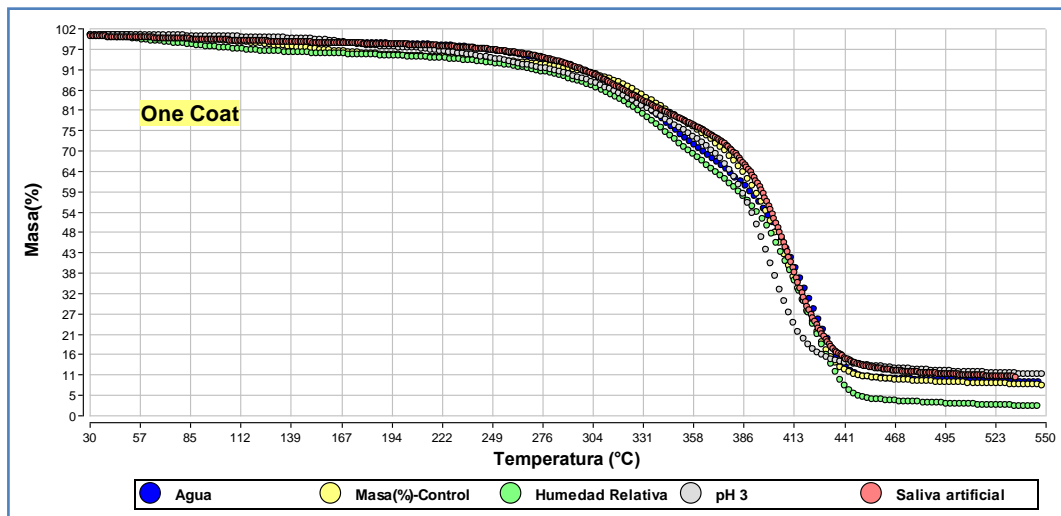


Gráfico 55. Porcentaje pérdida de masa en función de la temperatura para One Coat, sometido a distintos ambientes

TABLA: 3. XP Bond

Ambientes	1º Derivada	% pérdida Masa
Humedad Relativa / Ambiente	410 °C	62.7 %
100 % AGUA	391.6°C	35.3 %
pH 3	425.2°C	62 %
Saliva Artificial	422.2°C	61.12%

Desde la tabla se puede indicar que la mayor estabilidad es a pH 3, su temperatura de degradación es 425.2°C, con un porcentaje de pérdida de masa de un 62%. La menor estabilidad térmica la genera el agua. Los ambientes asociados a la humedad relativa y saliva artificial, presentan una estabilidad intermedia.

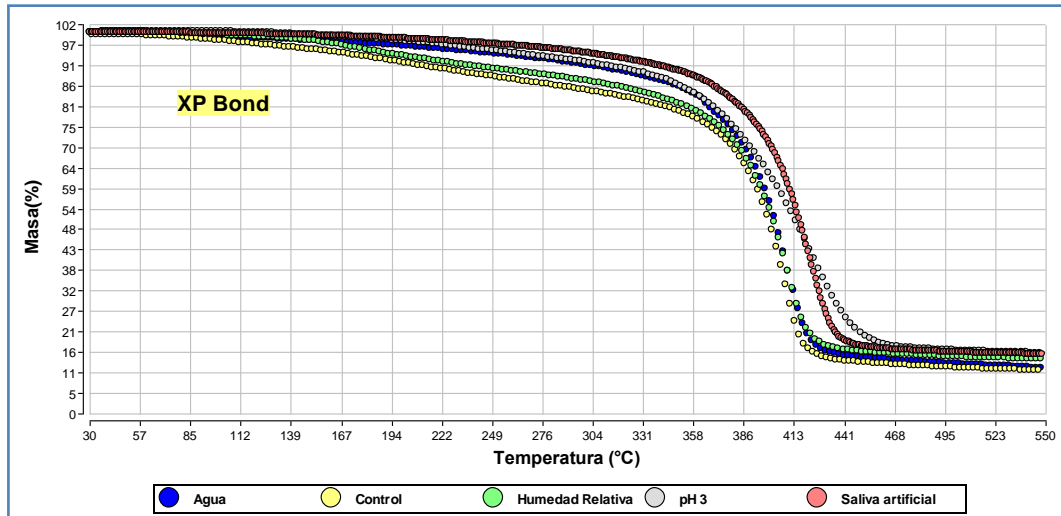


Gráfico 56. Porcentaje pérdida de masa en función de la temperatura para XP Bond, sometido a distintos ambientes

TABLA: 4. G Bond

Ambientes	1º Derivada	% pérdida Masa
Humedad Relativa / Ambiente	250.0°C/370.5°C	15.2 % / 52.4 %
100 % AGUA	254°C/372.3°C	12.3 % / 48.2 %
pH 3	152.6°C/386.9°C	7.8 % / 59.2 %
Saliva Artificial	255.9 °C/ 365.6 °C /420.4 °C	11.9% / 13.9 % / 64.5 %

Este material es más estable térmicamente en saliva artificial, su temperatura de degradación es 255.9°C en el primer peak, con un porcentaje de pérdida de masa de un 11.9%, un segundo peak a 365.6°C con un porcentaje de pérdida de masa de 13.9 % y un tercer peak a 420.4 °C con un 64.5 % de pérdida de masa. La menor estabilidad térmica la genera pH 3. Los ambientes asociados a humedad relativa y 100 % agua, presentan una estabilidad intermedia. G Bond

en saliva artificial no es una muestra buena sólo por el echo de presentar tres etapas de descomposición. No es una muestra homogénea.

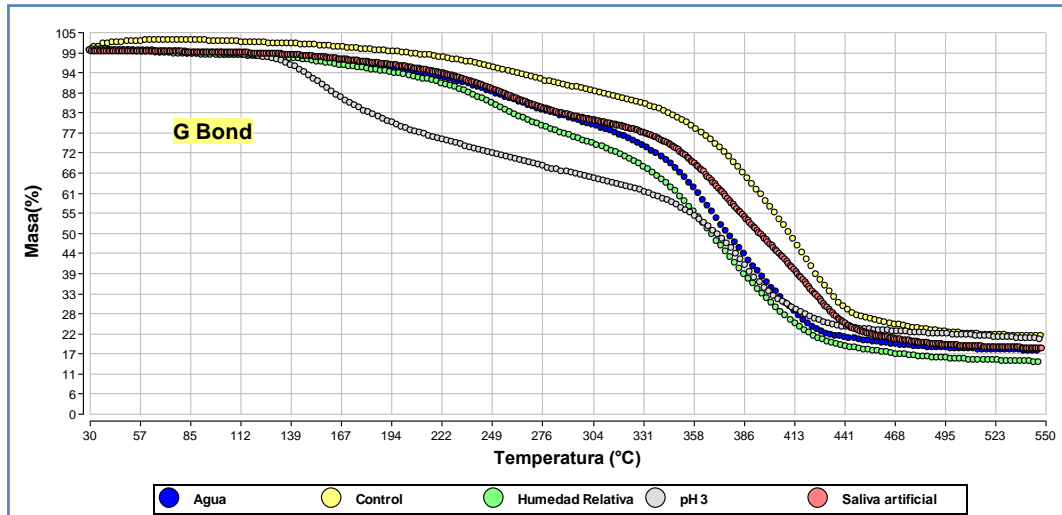


Gráfico 57. Porcentaje pérdida de masa en función de la temperatura para G Bond, sometido a distintos ambientes

TABLA: 5.Futurabond DC

Ambientes	1º Derivada	% pérdida Masa
Humedad Relativa / Ambiente	301.4°C /370.5°C	23.2 % / 51.8 %
100 % AGUA	304.4°C/341.2°C	25 % / 40.8 %
pH 3	175°C/342.6°C/ 403.2°C	8.9 % / 40.7 % / 65.8 %
Saliva Artificial	322.2% /381.6%	23.8% / 49.45 %

Desde la tabla se puede indicar que la mayor estabilidad es en saliva artificial, su temperatura de degradación es 322.2 °C en un primer peak, con un porcentaje de pérdida de masa de un 23.8 %, y un segundo peak a 381.6 °C con un porcentaje de pérdida de masa de 49.45%. La menor estabilidad térmica la

genera pH 3. Los ambientes de humedad relativa y agua presentan una estabilidad intermedia.

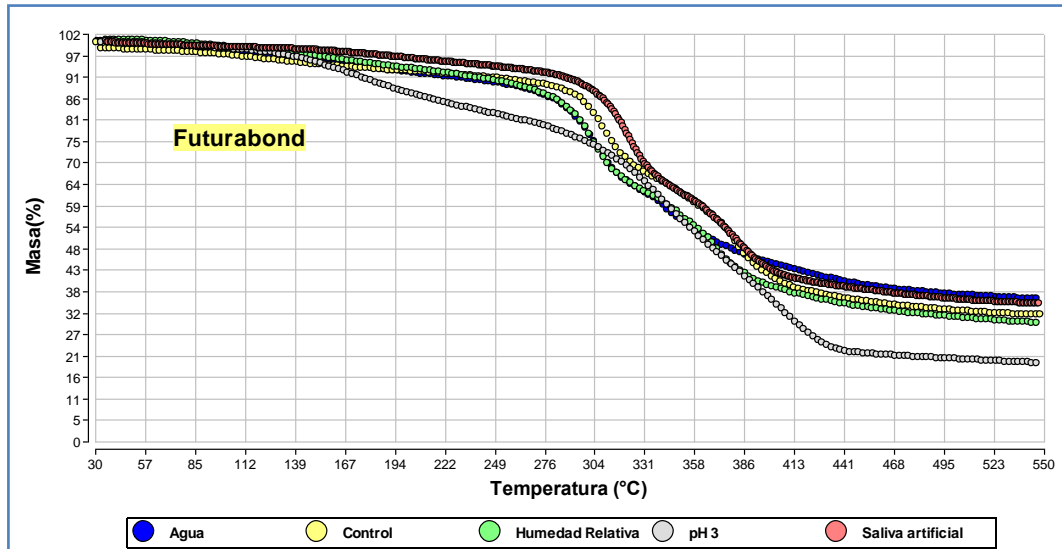


Gráfico 58. Porcentaje pérdida de masa en función de la temperatura para Futurabond, sometido a distintos ambientes

TABLA: 6. Go!

Ambientes	1º Derivada	% pérdida Masa
Humedad Relativa / Ambiente	390.9 °C	51.3 %
100 % AGUA	381.9°C	43.4 %
pH 3	404.7°C	55.3 %
Saliva Artificial	412.3%	60.28 %

Este material presenta mayor estabilidad térmica en saliva artificial, su temperatura de degradación es 412.7°C, con un porcentaje de pérdida de masade un 60.3%. La menor estabilidad térmica la genera el agua. Los

ambientes de humedad relativa y pH 3 presentan una estabilidad intermedia. Esta muestra es muy homogénea.

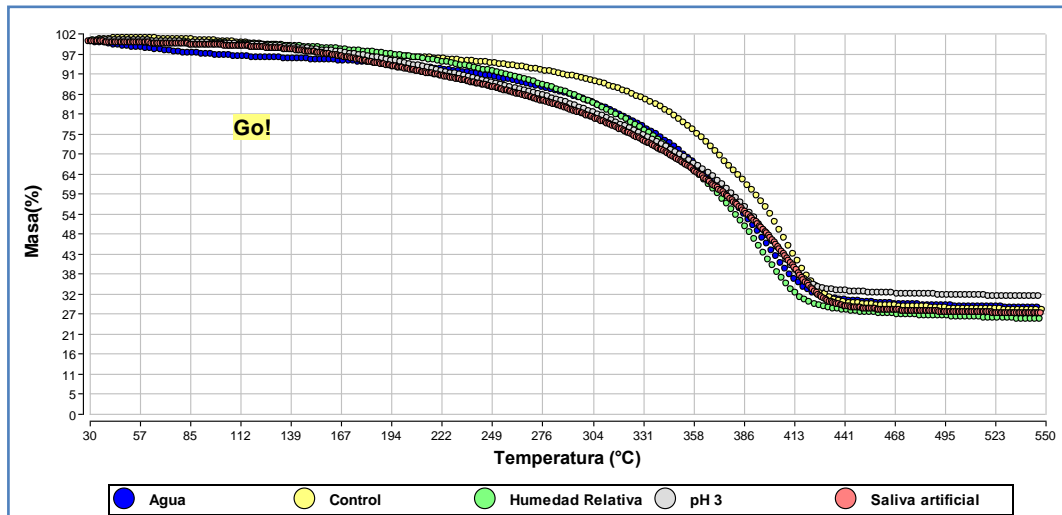


Gráfico 59. Porcentaje pérdida de masa en función de la temperatura para Go!, sometido a distintos ambientes

Los termogramas en estas muestras son muy similares.

TABLA: 7.P 90

Ambientes	1º Derivada	% pérdida Masa
Humedad Relativa / Ambiente	405.7 °C	55.9 %
100 % AGUA	405.2°C	57.4 %
pH 3	408.1°C	62.8 %

Desde la tabla se puede indicar que la mayor estabilidad es a pH 3, su temperatura de degradación es 408.1°C, con un porcentaje de pérdida de masa

de un 62.8%. La menor estabilidad térmica la genera el agua. El ambiente de humedad relativa presenta una estabilidad intermedia. Este sistema adhesivo se retiró del comercio, por lo que no se sometió al medio saliva artificial.

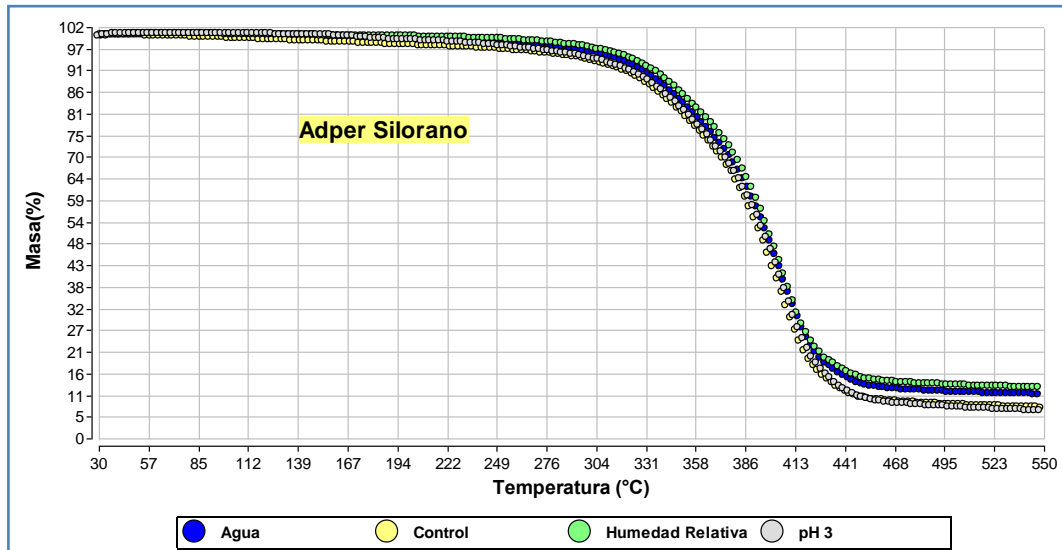


Gráfico 60. Porcentaje pérdida de masa en función de la temperatura para Adper Silorano, sometido a distintos ambientes

El comportamiento de degradación es prácticamente igual en los diferentes ambientes.

TABLA: 8.Optibond

Ambientes	1º Derivada	% pérdida Masa
Humedad Relativa / Ambiente	422.8 °C	51.6 %
100 % AGUA	422.0°C	53.9 %
pH 3	426.8°C	50 %
Saliva Artificial	426.2°C	49.06%

Este material presenta mayor estabilidad térmica a pH 3, su temperatura de degradación es 426.8°C, con un porcentaje de pérdida de masa de un 50%. La

menor estabilidad térmica la genera el agua. Los ambientes de humedad relativa y saliva artificial presentan una estabilidad intermedia.

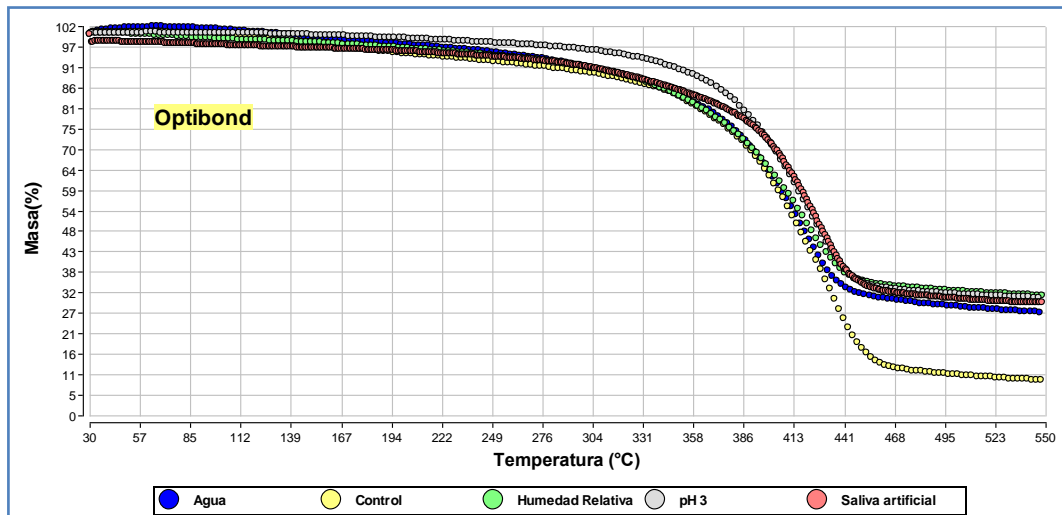


Gráfico 61. Porcentaje pérdida de masa en función de la temperatura para Optibond, sometido a distintos ambientes

TABLA: 9.Prime & Bond NT

Ambientes	1º Derivada	% pérdida Masa
Grupo Control	317 °C/412.9 °C	15.4% / 61 %
Humedad Relativa / Ambiente	322.4°C /419.7°C	17.5 % / 67.6 %
100 % AGUA	329.1°C/421.5°C	24.6 % / 73.9 %
pH 3	174.9°C/253.5°C/419.4°C	5 % / 14 % / 63.2 %
Saliva Artificial	424.1°C	69.82%

Desde la tabla se puede indicar que la mayor estabilidad es en saliva artificial, su temperatura de degradación es 424.1°C, con un porcentaje de pérdida de masa de un 69.8%. Además presenta un único proceso de degradación. La menor estabilidad térmica la genera el pH 3. Los ambientes de humedad relativa y agua presentan una estabilidad intermedia.

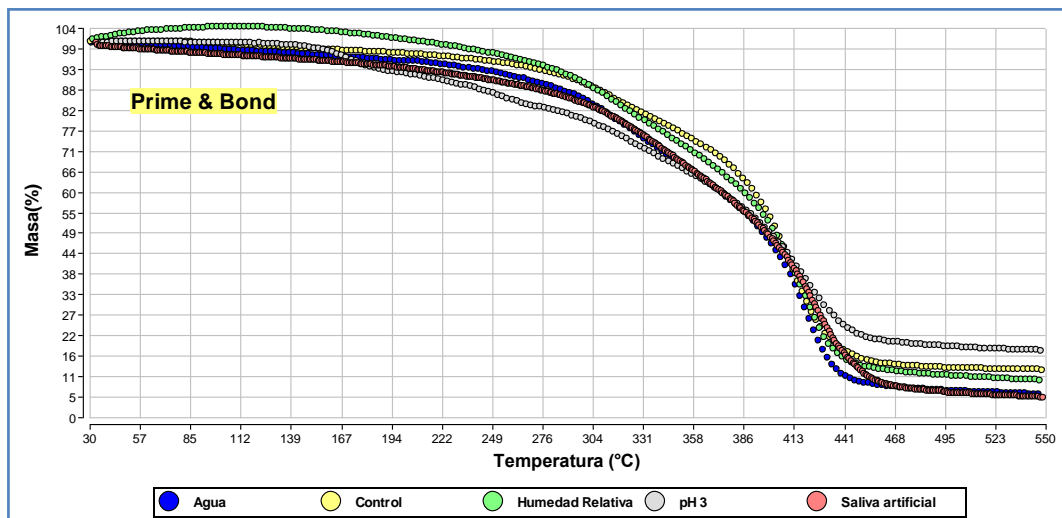


Gráfico 62. Porcentaje pérdida de masa en función de la temperatura para Prime & Bond, sometido a distintos ambientes

TABLA: 10. Solobond M

Ambientes	1º Derivada	% pérdida Masa
Humedad Relativa / Ambiente	*194.3°C/340.2°C	5.5 % /34.4 %
100 % AGUA	*180.9°C/363.0°C	6.3 % / 47 %
pH 3	*193.9°C/384.9°C	14 % / 58 %
Saliva Artificial	222.9°C/381.5°C	9.12 % /48.01%

*Estas temperaturas se asocian a la degradación de compuestos de baja masa molecular, monómeros y oligómeros.

Este material es más estable térmicamente en saliva artificial, su temperatura de degradación es 222.9°C en el primer peak, con un porcentaje de pérdida de masa de un 9.12%, y un segundo peak a 381.2°C con un porcentaje de pérdida de masa de 48%. La menor estabilidad térmica la genera el agua. Los ambientes pH 3 y humedad relativa presentan una estabilidad intermedia.

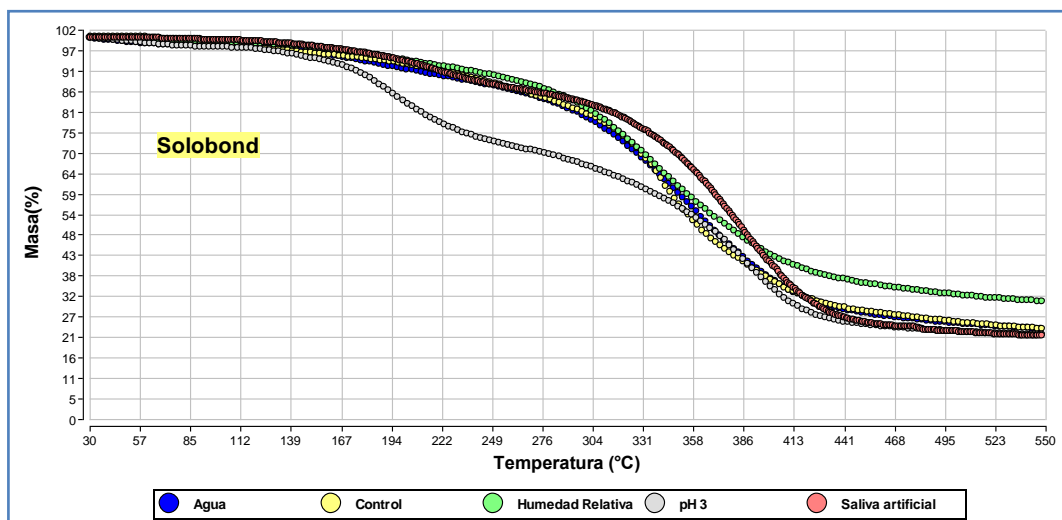


Gráfico 63. Porcentaje pérdida de masa en función de la temperatura para Solobond, sometido a distintos ambientes

TABLA: 11. Single Bond

Ambientes	1º Derivada	% pérdida Masa
Humedad Relativa / Ambiente	423.2°C	44.8 %
100 % AGUA	420.3°C	42.9 %
pH 3	387.9°C/407.0°C	39.3 % / 50.6 %
Saliva Artificial	420.4° C	44.7 %

Este material presenta mayor estabilidad térmica en humedad relativa, su temperatura de degradación es 423.2°C, con un porcentaje de pérdida de masa de un 44.8%. Además presenta un proceso de descomposición. La menor estabilidad térmica la genera el pH 3. Los ambientes asociados a agua y saliva artificial presentan una estabilidad intermedia. Los procesos son prácticamente iguales.

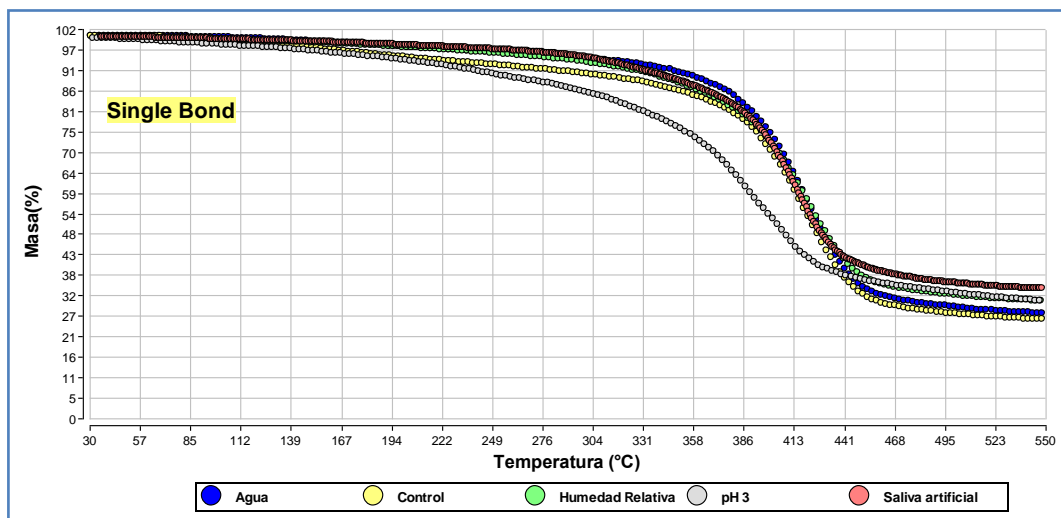


Gráfico 64. Porcentaje pérdida de masa en función de la temperatura para Single Bond, sometido a distintos ambientes

6.4. Efecto de los ambientes agua y pH 3 sobre el adhesivo G-Bond, comparado con su grupo control. (Ver gráfico 65)

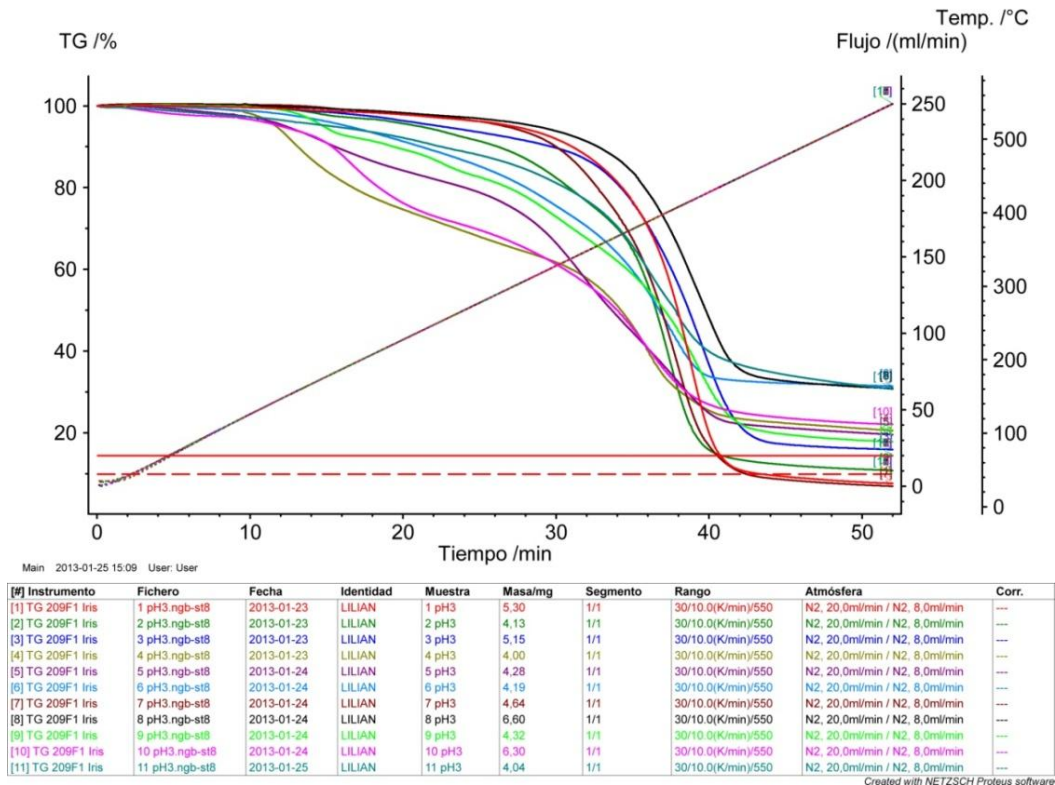


Gráfico 65

Esta es una comparación de un mismo adhesivo en diferentes ambientes. Se evalúa el efecto del agua y pH 3 sobre el adhesivo G Bond comparado con el grupo control. El agua es el ambiente que menos afecta al adhesivo, por lo tanto su comportamiento es muy similar al grupo control (ambiente). En cambio el ambiente a pH 3 genera mayor degradación, hay pérdida de masa a menor temperatura y mayor degradación del adhesivo. Sin embargo, algunos adhesivos en este mismo ambiente, presentaron mayor estabilidad térmica.

6.5. Comparación de todos los sistemas adhesivos en ambiente 100% humedad.

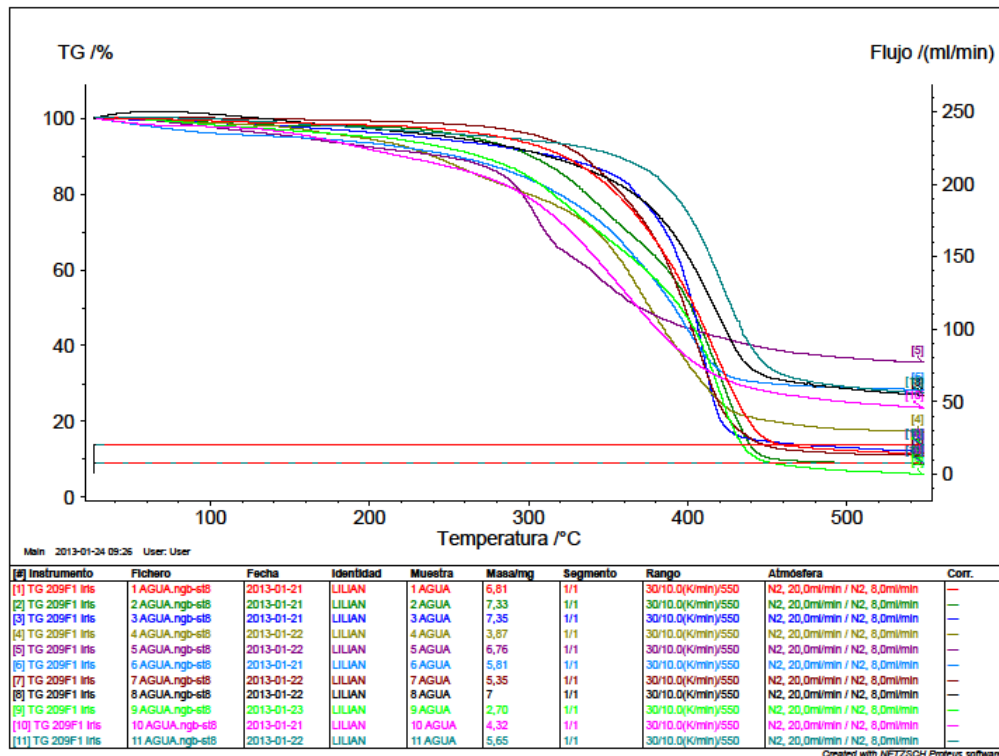


Gráfico 66

En el ambiente 100% humedad, los adhesivos G Bond y Solobond (color verde oscuro 4 y rosado 10) presentan menor estabilidad térmica, En cambio los adhesivos Adper Single Bond y Adper silorano P90 (turquesa 11 café 7) son los más estables al efecto de la temperatura.

6.6. Comparación de un mismo sistema adhesivo en los diferentes ambientes.

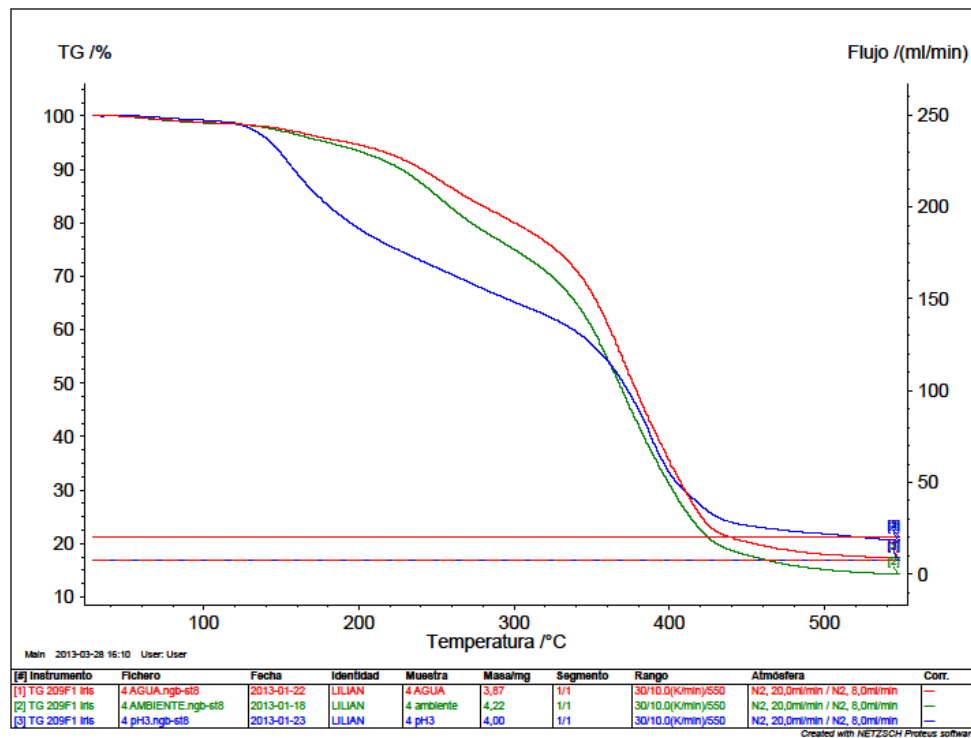


Gráfico 67: Efecto de los ambientes agua y pH 3 sobre el adhesivo G-Bond.

Se evalúa el efecto del agua, ambiente y pH 3 sobre el adhesivo G Bond. El agua es el que menos afecta al adhesivo, por lo tanto el comportamiento del adhesivo es muy similar al ambiente o grupo control. En cambio el ambiente pH 3 presenta una pérdida de masa a menor temperatura, por lo tanto, mayor degradación.

6.7. Gráficos comparativos de la estabilidad térmica de los sistemas adhesivos convencionales y sistemas adhesivos autoacondicionantes, en los cuatro ambientes.

Con los gráficos de dispersión de cada uno de los sistemas adhesivos en todos los ambientes estudiados, se compararon los resultados de manera descriptiva, mostrando las tendencias y los sistemas adhesivos, que con mayor relevancia, se comportaron más estables térmicamente.

6.7.1. Comparación de los once sistemas adhesivos en ambiente 100% agua.

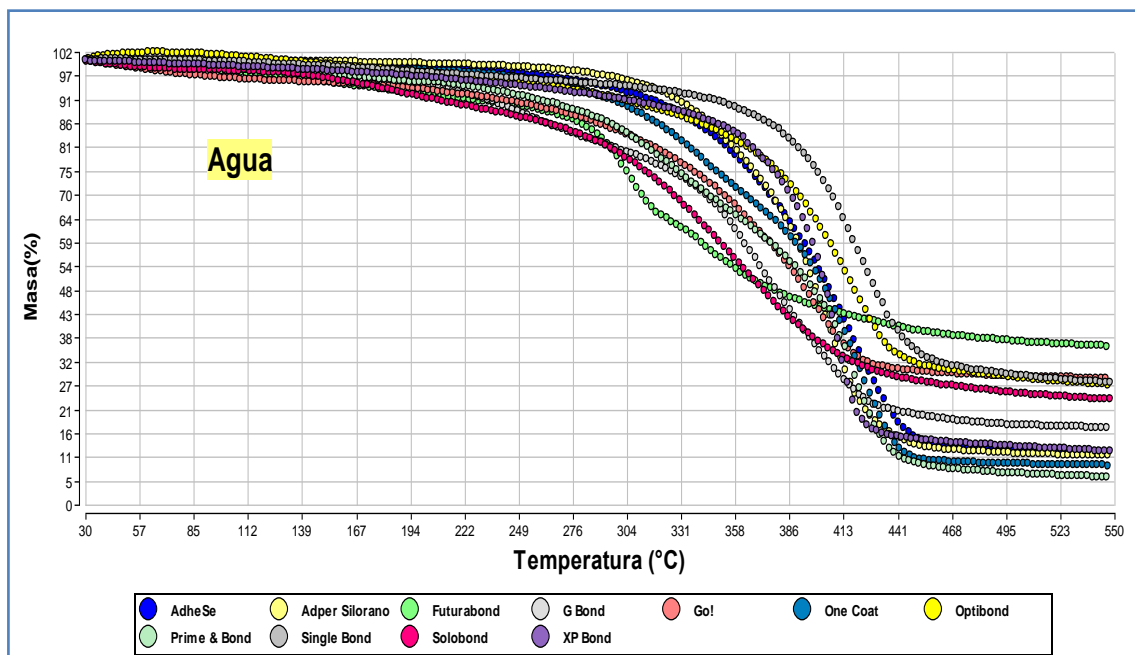


Gráfico 79

Se observa que de todos los sistemas adhesivos en el ambiente 100% agua, los que presentan menor estabilidad térmica son Solobond M y G Bond, ya que se comienzan a degradar a los 180.9°C y 254°C respectivamente. Los sistemas adhesivos más estables son Adper Silorano y Optibond S, los que se degradan a 405.2°C y 422°C respectivamente.

6.7.2. Comparación de los adhesivos convencionales en ambiente 100% agua.

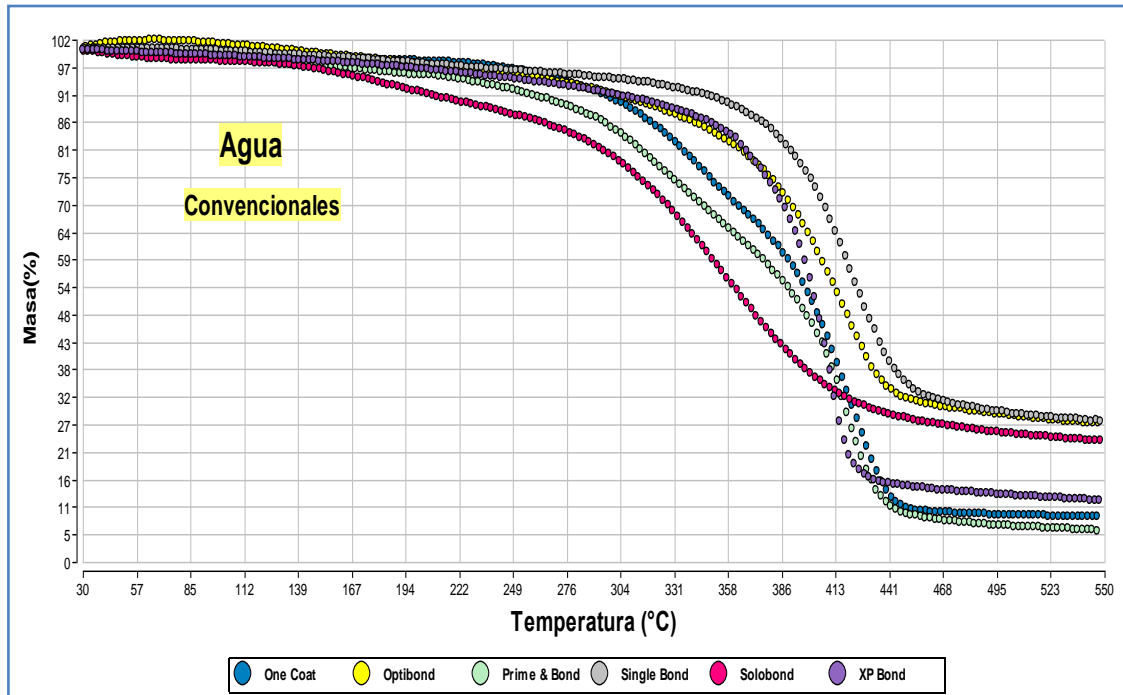


Gráfico 80

Se observa que de todos los sistemas adhesivos convencionales en el ambiente 100% agua, el que presenta menor estabilidad térmica es Solobond M ya que se comienza a degradar a los 180.9°C. Los sistemas adhesivos más estables son Optibond S y Adper Single Bond 2, los que se hidrolizan a 422°C y 420.3°C respectivamente.

6.7.3. Comparación de los adhesivos autoacondicionantes en ambiente 100% agua.

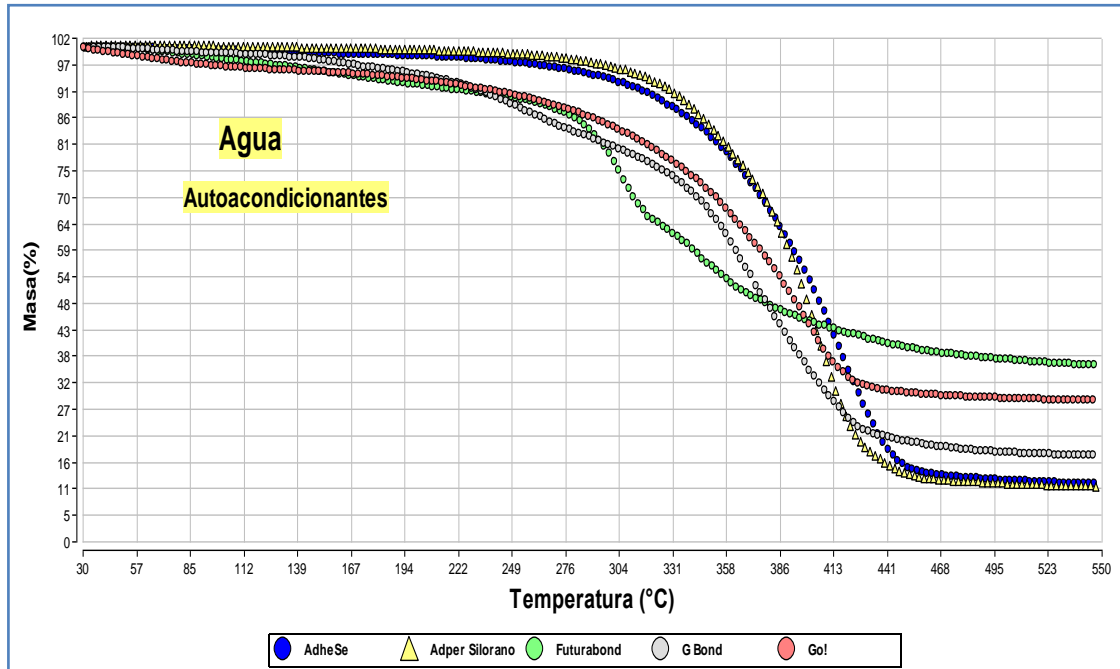


Gráfico 81

Se observa que de todos los sistemas adhesivos autoacondicionantes en el ambiente 100% agua, el que presenta menor estabilidad térmica es G Bond ya que se comienza a degradar a los 254°C. Los sistemas adhesivos más estables son Adper Silorano y AdheSe, los que empiezan a hidrolizarse a 405.2°C y 404.4°C respectivamente.

6.7.4. Comparación del adhesivo convencional y el adhesivo autoacondicionante con mejor estabilidad térmica en ambiente 100% agua.

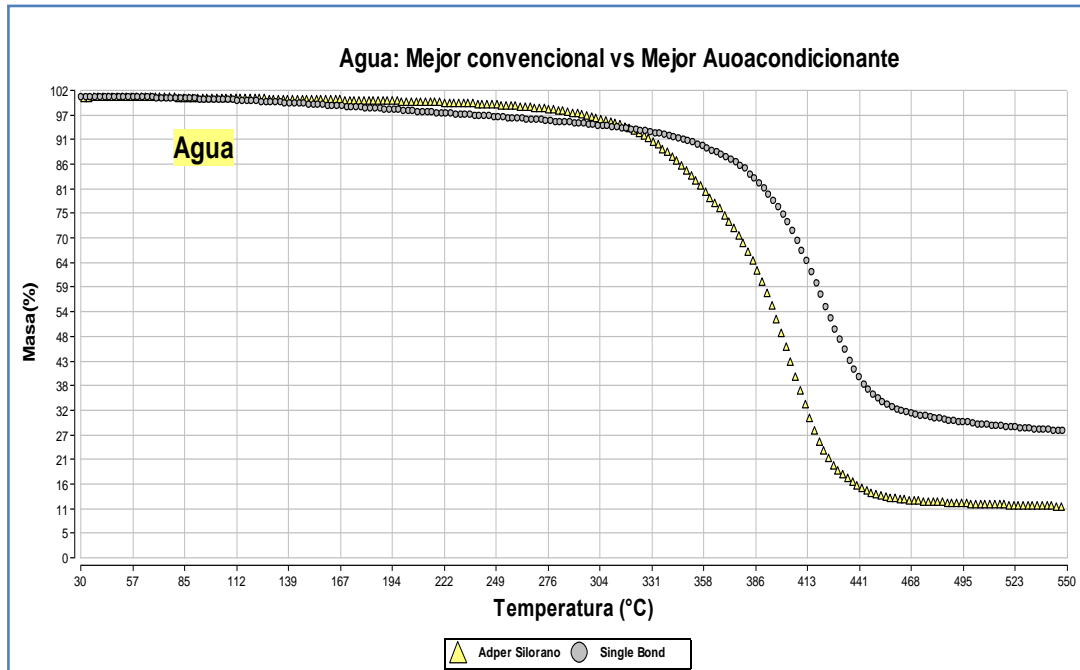


Gráfico 82

Desde el gráfico se puede inferir que los sistemas adhesivos con mejor estabilidad térmica en ambiente 100% agua son Adper Silorano y Adper Single Bond 2, los que comienza su degradación a 405.2°C y 420.3°C respectivamente. Al compararlos, el más estable es el sistema adhesivo convencional o de grabado independiente Adper Single Bond 2, cuya temperatura de degradación es mayor.

6.7.5. Comparación de todos los adhesivos convencionales en humedad relativa.

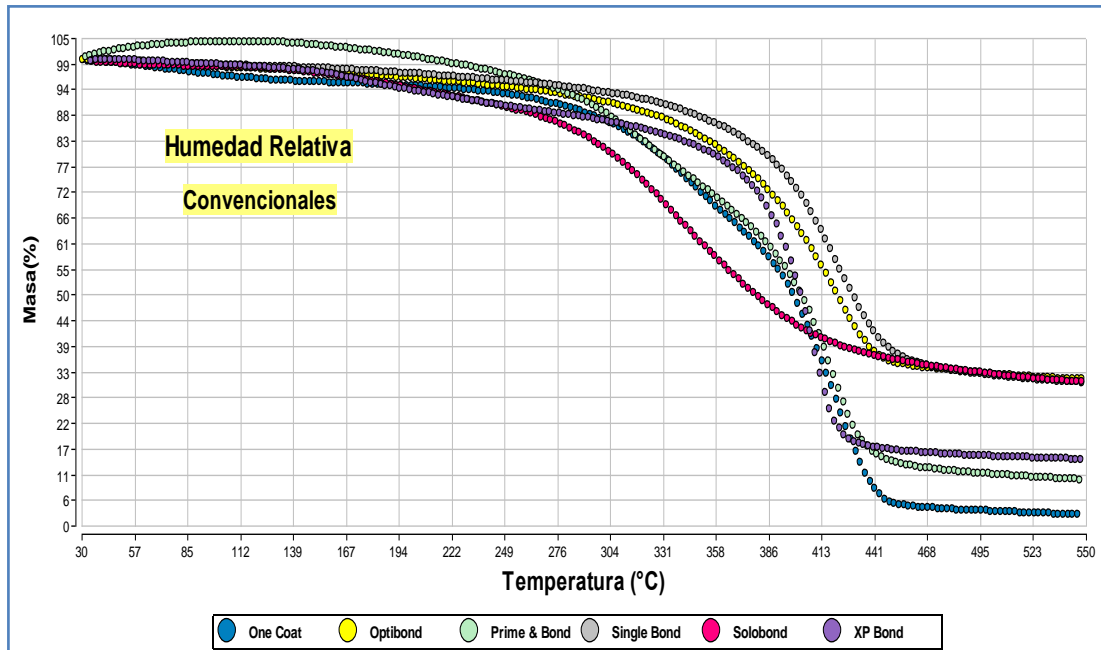


Gráfico 83

Se observa que de todos los sistemas adhesivos convencionales en el ambiente humedad relativa o ambiental, el que presenta menor estabilidad térmica es Solobond M ya que se comienza a degradar a los 194.3°C. Los sistemas adhesivos más estables son Optibond S y Adper Single Bond 2, los que se hidrolizan a 422.8°C y 423.2°C respectivamente.

6.7.6. Comparación de todos los adhesivos autoacondicionantes en humedad relativa.

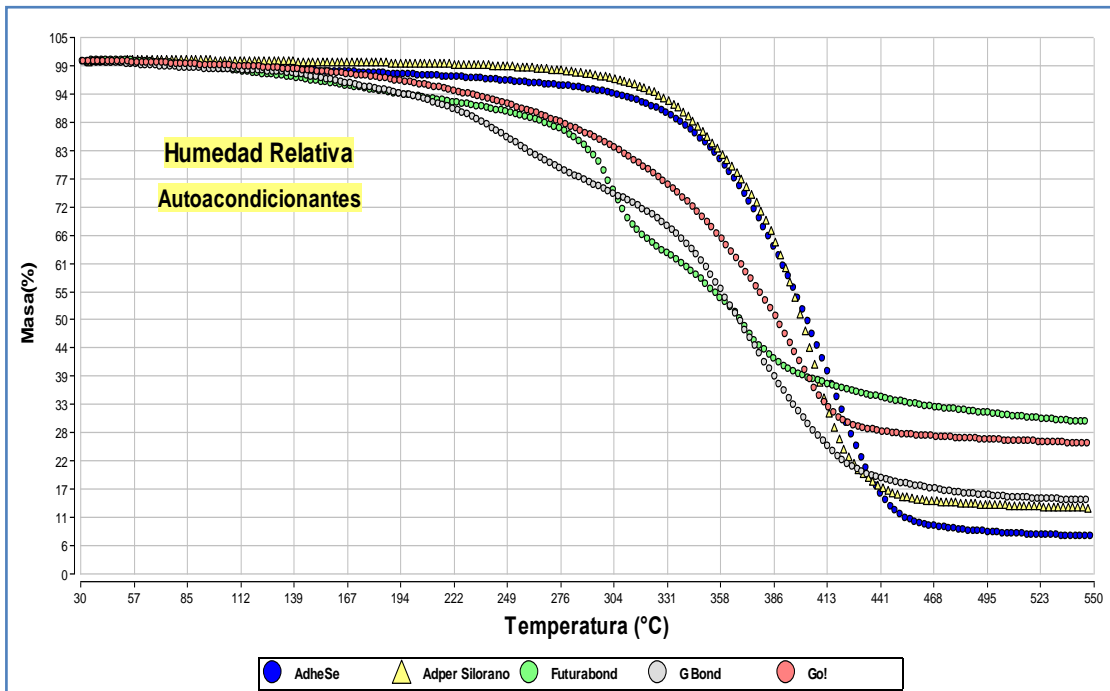


Gráfico 84

Se observa que de todos los sistemas adhesivos autoacondicionantes en el ambiente humedad relativa, el que presenta menor estabilidad térmica es G Bond ya que se comienza a degradar a los 250°C. Los sistemas adhesivos más estables son Adper Silorano y AdheSe, los que empiezan a hidrolizarse a 405.7°C y 414.8°C respectivamente.

6.7.7. Comparación del adhesivo convencional y el adhesivo autoacondicionante con mayor estabilidad térmica en el ambiente con humedad relativa.

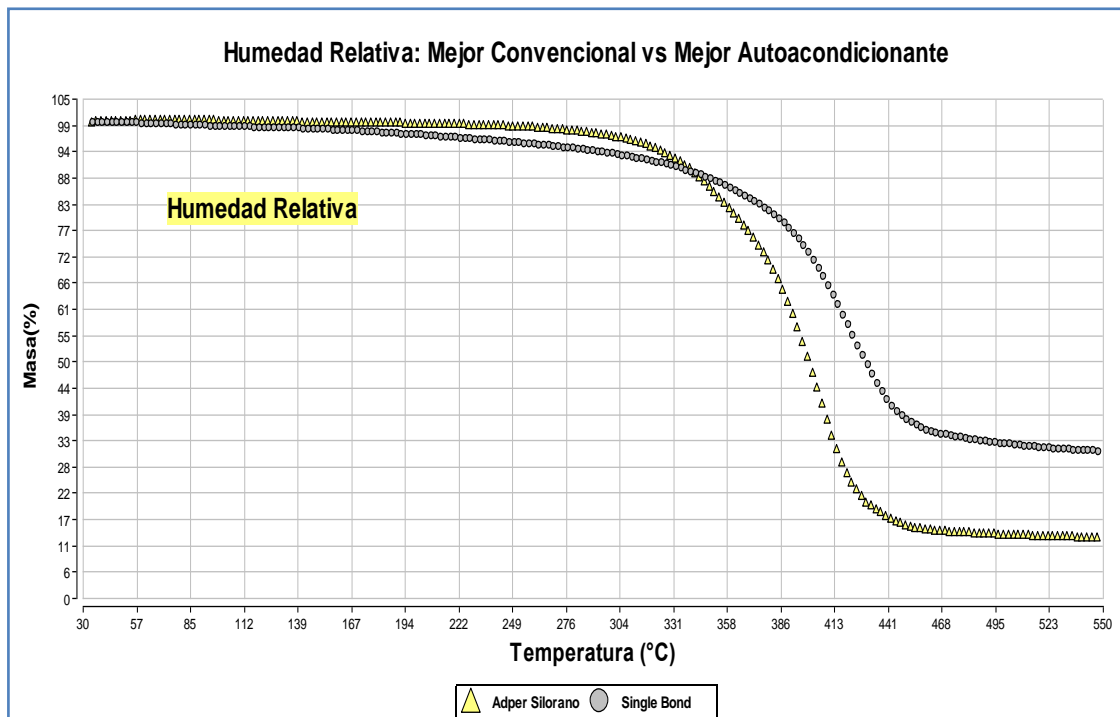


Gráfico 85

Desde el gráfico se puede inferir que los sistemas adhesivos con mejor estabilidad térmica en ambiente humedad relativa son Adper Silorano y Adper Single Bond 2, los que comienza su degradación a 405.7°C y 423.2°C respectivamente. Al compararlos, el más estable es el sistema adhesivo convencional o de grabado independiente Adper Single Bond 2, cuya temperatura de degradación es mayor.

6.7.8. Comparación de los adhesivos autoacondicionantes en ambiente pH 3.

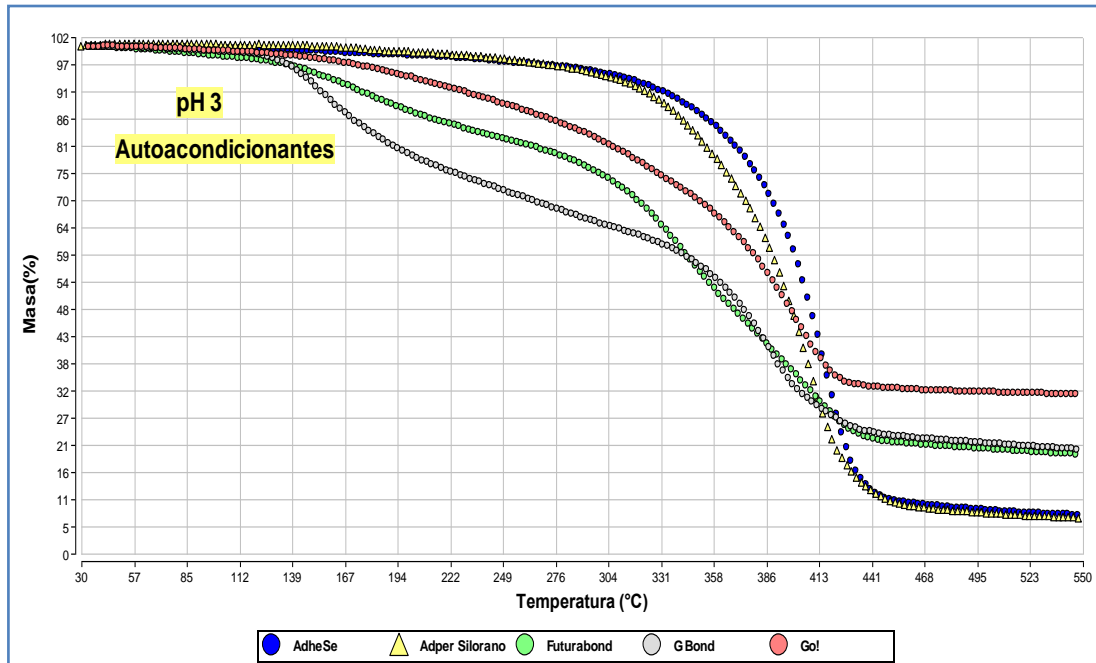


Gráfico 86

Se observa que de todos los sistemas adhesivos autoacondicionantes en el ambiente pH 3, el que presenta menor estabilidad térmica es G Bond ya que se comienza a degradar a los 152.6°C. Los sistemas adhesivos más estables son Adper Silorano y AdheSe, los que empiezan a hidrolizarse a 408.1°C y 416.7°C respectivamente.

6.7.9. Comparación de los adhesivos convencionales en ambiente pH 3.

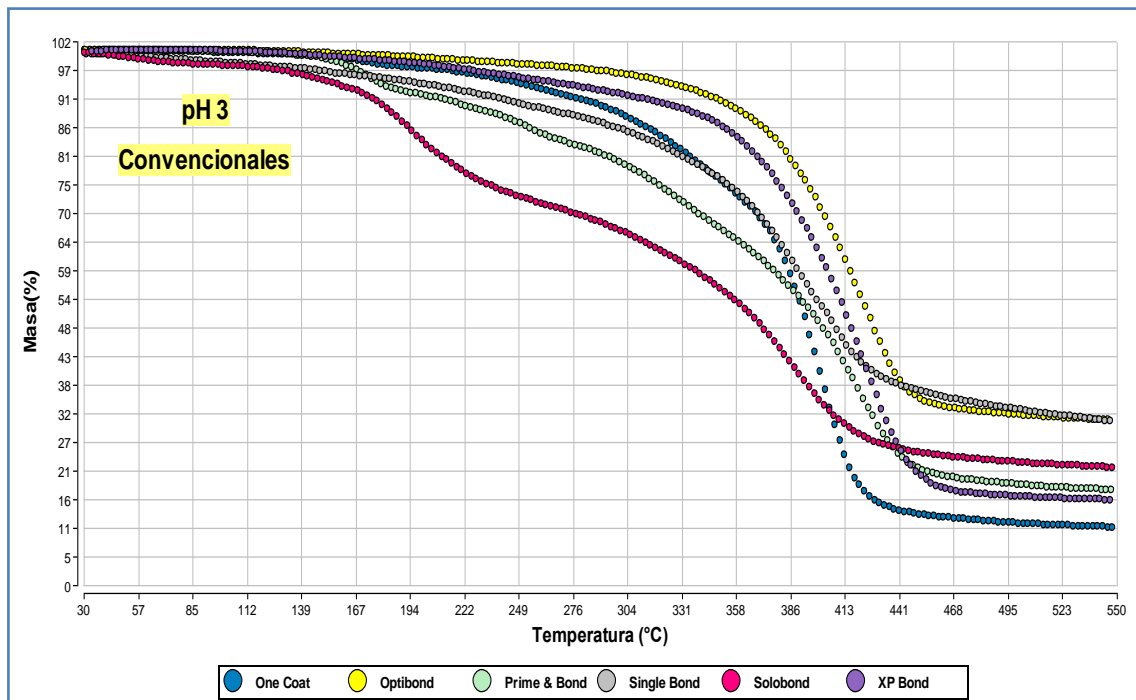


Gráfico 87

Se observa que de todos los sistemas adhesivos convencionales en el ambiente pH 3, el que presenta menor estabilidad térmica es Solobond M ya que se comienza a degradar a los 193.9°C. Los sistemas adhesivos más estables son Optibond S y XP Bond, los que se hidrolizan a 426.8°C y 425.2°C respectivamente.

6.7.10. Comparación del adhesivo convencional y el adhesivo autoacondicionante más estable a la temperatura en ambiente pH 3.

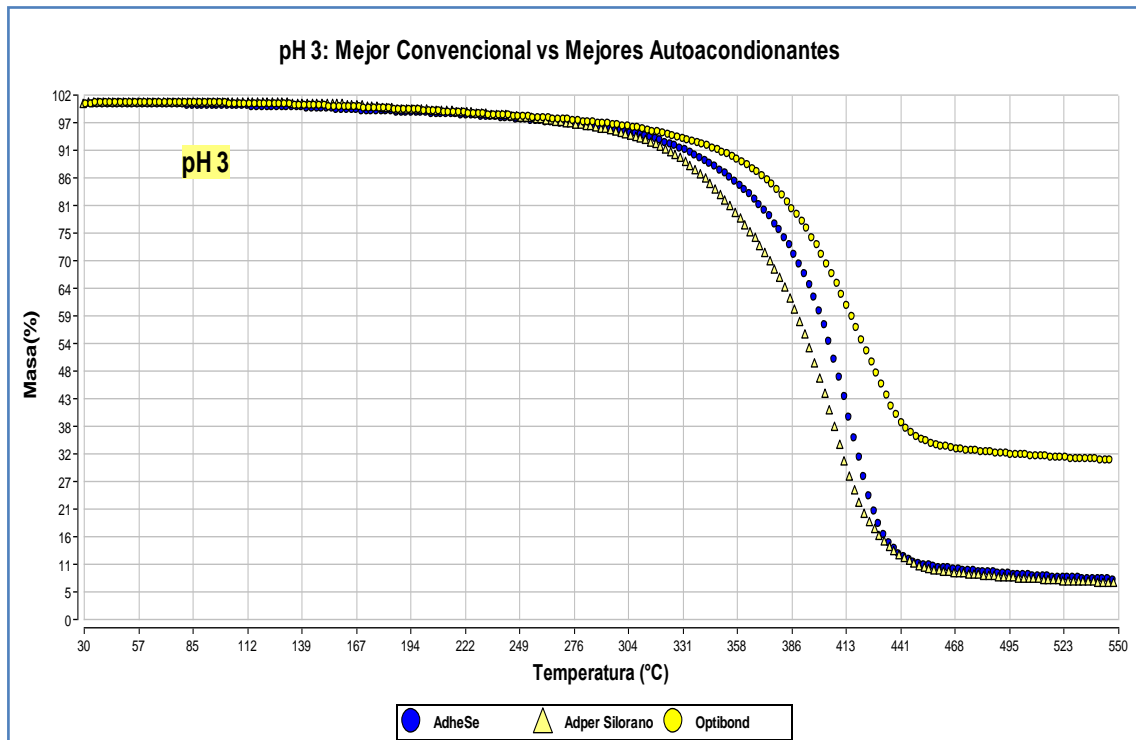


Gráfico 88

Desde el gráfico se puede inferir que los sistemas adhesivos autoacondicionantes con mejor estabilidad térmica en ambiente pH 3 son Adper Silorano y AdheSe, los que comienza su degradación a 408.1°C y 416.7°C respectivamente. El sistema convencional más estable es Optibond S, cuya temperatura de degradación es 426°C. Se destaca así, que el sistema adhesivo convencional o de grabado independiente Optibond S es el más estable en este ambiente.

6.7.11. Comparación de los adhesivos autoacondicionantes en saliva artificial.

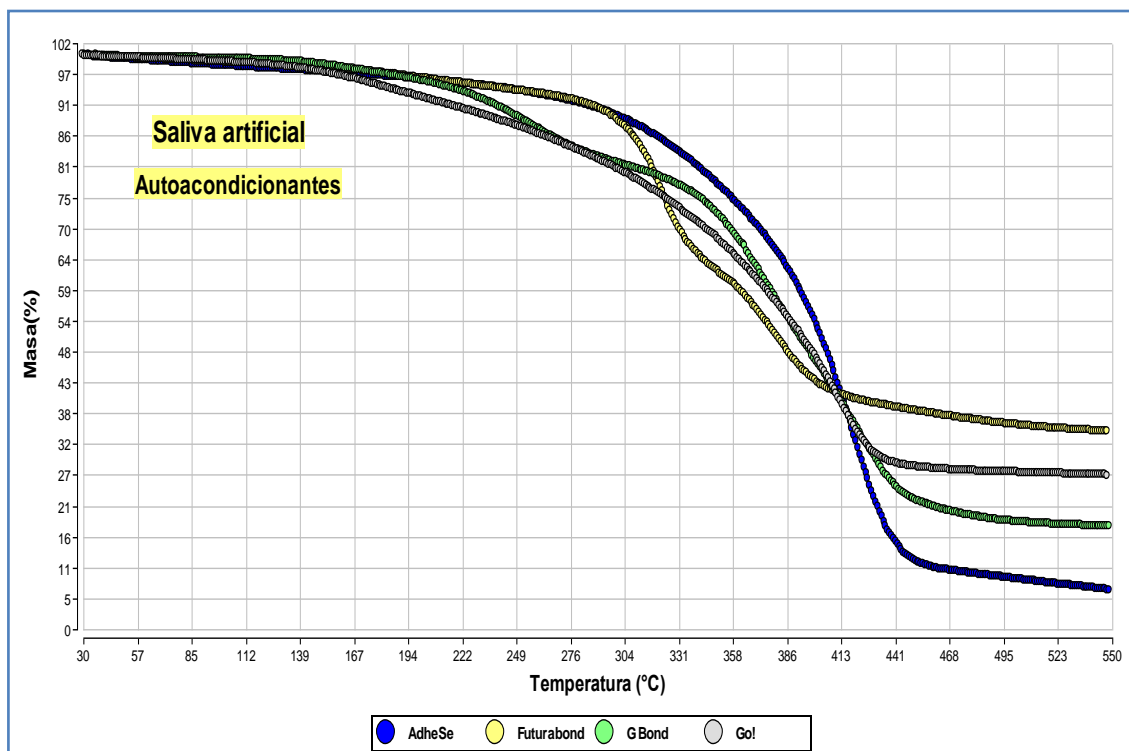


Gráfico 89

Se observa que de todos los sistemas adhesivos autoacondicionantes en el ambiente saliva artificial, los que presentan menor estabilidad térmica son G Bond y Futurabond DC, ya que se comienzan a degradar a los 255.9°C y 322.2°C respectivamente. Los sistemas adhesivos más estables son Go! y AdheSe, los que empiezan a hidrolizarse a 412.3°C y 418.6°C respectivamente.

6.7.12. Comparación de los adhesivos convencionales en saliva artificial.

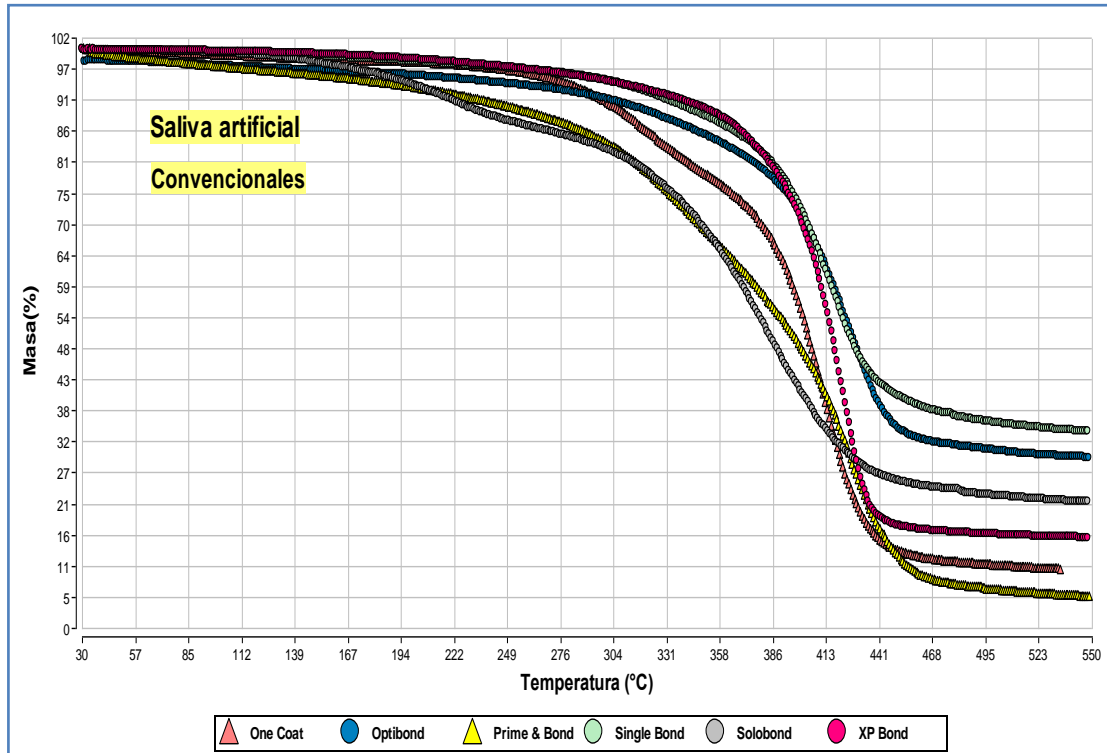


Gráfico 90

Se observa que de todos los sistemas adhesivos convencionales en el ambiente saliva artificial, el que presenta menor estabilidad térmica es Solobond M ya que se comienza a degradar a los 222.9°C. Los sistemas adhesivos más estables son Optibond S y Prime & Bond NT, los que se hidrolizan a 426.2°C y 424.1°C respectivamente.

6.7.13. Comparación del sistema adhesivo convencional y el sistema adhesivo autoacondicionante que presenta menor degradación en saliva artificial.

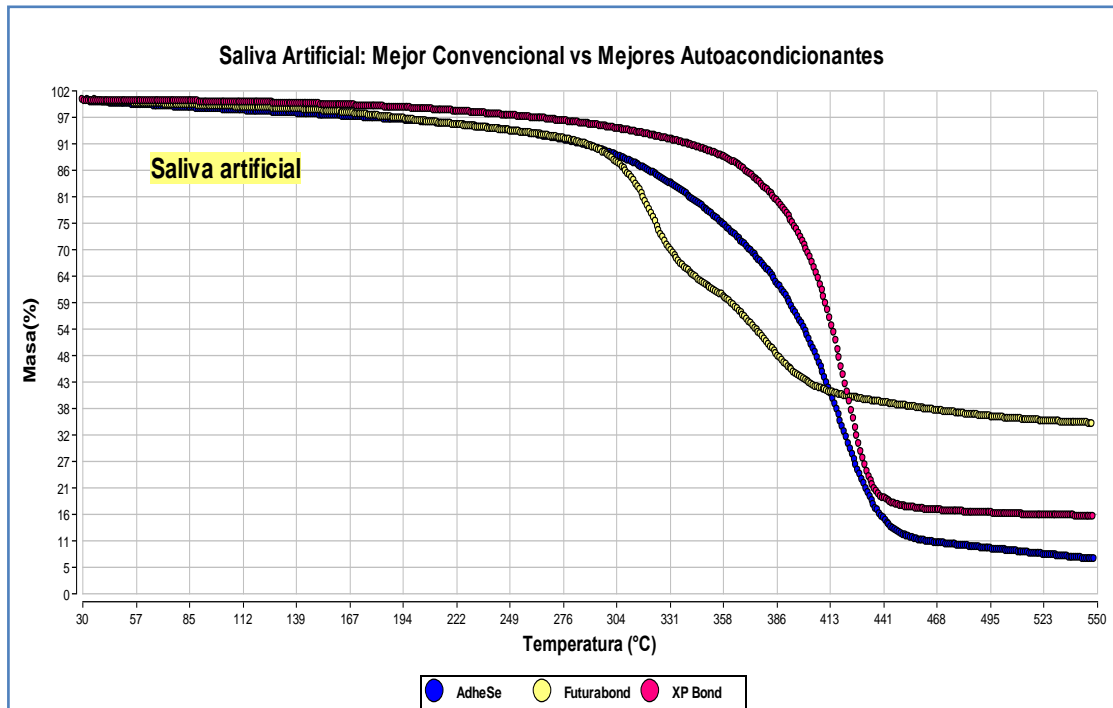


Gráfico 91

Desde el gráfico se puede inferir que el sistema adhesivo autoacondicionante con mejor estabilidad térmica en ambiente saliva artificial es AdheSe, el que comienza su degradación a 418.6°C. El sistema convencional más estable es XP Bond, que se degrada a 422.2°C. Se destaca así, que el sistema adhesivo convencional o de grabado independiente es el más estable en este ambiente.

6.8. Resumen de los sistemas adhesivos convencionales en todos los ambientes. (Ver Cuadro 3)

Cuadro 3: Resumen de los sistemas adhesivos convencionales en todos los ambientes.

Sistemas adhesivos convencionales	Humedad relativa		100% Agua		pH 3		Saliva artificial	
	1ª Derivada °C	% pérdida de masa	1ª Derivada °C	% pérdida de masa	1ª Derivada °C	% pérdida de masa	1ª Derivada °C	% pérdida de masa
Optibond S	422.8	51.6	422	53.9	426.8	50	426.2	29.46
XP Bond	410	62.7	391.6	35.3	425.2	62	422.2	15.62
Adper Single Bond 2	423.2	44.8	420.3	42.9	387.9/ 407	39.3/ 50.6	420.4	34.01
Prime & Bond NT	322.4/ 419.7	17.6/ 67.6	326.1/ 421.5	24.6/ 73.9	174.9/ 253.5/ 419.4	5/ 14/ 63.2	424.1	5.31
*Solobond M	194.3/ 340.2	5.5/ 34.4	180.9/ 363	6.3/ 47	193.9/ 384.9	14/ 58	222.9/ 381.5	21.88
One Coat Bond SL	350/ 420.8	28.3/ 73	345.8/ 421.8	23.9/ 69.3	172/ 400.5	2/ 60	323.3	10.05

**Estas temperaturas se asocian a la degradación de compuestos de baja masa molecular, monómeros y oligómeros.*

Optibond S mantiene su temperatura de degradación similar en todos los ambientes. El adhesivo que presenta menor estabilidad térmica en los cuatro ambientes es el Solobond M.

6.9. Resumen de los sistemas adhesivos autoacondicionantes en todos los ambientes. (Ver Cuadro 4)

Cuadro 4: Resumen de los sistemas adhesivos autoacondicionantes en todos los ambientes.								
Sistemas adhesivos autoacondicionantes	Humedad relativa		100% Agua		pH 3		Saliva Artificial	
	1ª Derivada °C	% pérdida de masa	1ª Derivada °C	% pérdida de masa	1ª Derivada °C	% pérdida de masa	1ª Derivada °C	% pérdida de masa
AdheSE	414.8	63	404.4	49.2	416.7	64.8	418.6	6.85
Futurabond DC	301.4/	23.2/	304.4/	25/	175/	8.9/	322.2/	34.42
	370.5	51.8	341.2	40.8	342.6 /	40.7 /	381.6	
					403.2	65.8		
	*Adper Silorano	405.7	55.9	405.2	57.4	408.1	62.8	-----
Go!	390	51.3	381.9	43.4	404.7	55.3	412.3	26.83
G Bond	250/	15.2/	254/	12.3	152.6/	7.8	255.9/	17.9
	370.5	52.4	372.3	48.2	386.9	59.2	365.6/	
							420.4	

**Adper Silorano no fue estudiado en el ambiente saliva artificial ya que fue retirado del mercado por 3M ESPE.*

La naturaleza química del adhesivo Optibond S, no permite una diferenciación en los distintos ambientes, ya que como se observa en el cuadro 2, no es alterado por éstos. Los adhesivos AdheSe y Adper Silorano no son alterados por los ambientes. El adhesivo que presenta menor estabilidad térmica en los cuatro ambientes es el G Bond.

6.10. Comparación estabilidad térmica. Efecto de los cuatro ambientes.
(Ver Cuadro 5)

En el siguiente cuadro se puede observar el sistema adhesivo con mayor y menor estabilidad térmica en los distintos ambientes a los que fueron sometidos.

Cuadro 5: Comparación estabilidad térmica. Efecto de los cuatro ambientes.

Sistemas Adhesivos	Más Estable	Menos Estable
1. AdheSe	pH 3	100% Agua
2. One Coat	Control	pH 3
3. XP Bond	pH 3	100% Agua
4. G Bond	Saliva Artificial	pH 3
5. Futurabond DC	Saliva Artificial	pH 3
6. Go!	Saliva Artificial	100% Agua
7. Adper Silorano*	pH 3	100% Agua
8. Optibond	pH 3	100% Agua
9. Prime & Bond NT	Saliva Artificial	pH 3
10. Solobond M	Saliva Artificial	100% Agua
11. Single Bond	Control	pH 3

**Adper Silorano no se sometió al ambiente saliva artificial por no estar disponible en el comercio.*

7. Discusión

Son múltiples las preguntas que se desea responder al realizar este trabajo de investigación, en el ámbito de la amplia y a veces indiscriminada utilización de sistemas adhesivos en la odontología contemporánea. A la luz de los resultados obtenidos, se da respuesta a los objetivos planteados, al cuantificar la alteración que sufren los sistemas adhesivos poliméricos analizados, por cambios térmicos en diversos ambientes y su correlación con el estudio por espectroscopía infrarrojo FT-IR.

El examen por FT-IR indica las bandas de los grupos funcionales de cada compuesto. Este análisis presenta los grupos funcionales orgánicos más importantes de los distintos adhesivos, destacando la cantidad de grupos OH, y si está correlacionado con el comportamiento térmico. Sólo se pudo saber con cierta certeza el tipo de monómero, pero no la estructura química completa del monómero específico. Se comprobó que los sistemas adhesivos están formados por los monómeros que los fabricantes declaran en sus instructivos.

La pérdida de masa por la degradación, producto de la hidrólisis de los sistemas adhesivos en boca, se produce por las condiciones limitantes y adversas del medio bucal, en donde se obtienen los polímeros a partir de mezclas complejas de monómeros resinosos, diluyentes y solventes. En cambio, su fabricación, se realiza en condiciones ideales de deshidratación, presión, temperatura, tiempo, etc. pronosticando de esta manera una durabilidad prolongada, situación que no ocurre en la cavidad bucal (Carvalho 2003).

Se tiene evidencia de la existencia de una vía de filtración que permite la incorporación de fluidos a la capa híbrida y/o adhesivo. Se postula que este fenómeno causaría la liberación de monómeros hidrófilos desde el adhesivo que no han participado del proceso de polimerización y oligómeros de bajo peso

molecular, lo que llevaría a la degradación de la unión entre el adhesivo polimérico y la dentina (Öertengren et al., 2001). En adición, el agua podría difundir desde la dentina vital hacia la capa de adhesivo aun no polimerizado. Incluso cuando el material ya ha sido polimerizado, la presencia de monómeros hidrófilos que han permanecido sin polimerizar atrae agua por osmosis hacia la fase resinosa (Pithon et al., 2009). Como es sabido, una diferencia de concentraciones de solutos en una solución establece una gradiente osmótica que provoca el flujo de agua desde una zona de menor concentración de soluto a una zona de mayor concentración de este último. Estos monómeros constituyen verdaderos dominios hidrófilos que conllevan a la formación de ampollas de agua en la interface dentina-adhesivo. Estas ampollas de agua forman incluso canales de agua hacia el interior de la capa de adhesivo conocidos como *árboles acuosos*.

La presencia de agua a lo largo de la interface dentina-adhesivo e incluso en el interior de la capa de adhesivo conlleva a la degradación de este último en el tiempo. La desintegración de las resinas puede verse favorecida también por el atrapamiento de agua, proveniente de los fluidos bucales, en la capa de adhesivo. A modo de ilustrar lo anterior, se debe considerar la saliva o el fluido crevicular en el caso de preparaciones cavitarias cuyos límites se encuentran muy cercanos al cuello dentario, o en caso de un aislamiento insuficiente del campo operatorio. Esto provoca el fracaso del tratamiento a corto plazo.

El uso de sistemas adhesivos altamente hidrófilos ayudan a la unión en un principio, pero por otro lado, provocan solubilidad de éstos (Örtengren U. et al., 2001). Sin embargo, los sistemas adhesivos menos hidrófilos (sin HEMA), también presentan absorción de agua lo que se vé reflejado como racimos o árboles acuosos debido a la diferencia de presión del fluído dentinario que trata de escapar.

La degradación combinada de resina y colágeno puede aumentar el agua en la interfaz, lo que lleva a un efecto perjudicial sobre la longevidad del adhesivo. Los patrones de degradación dentro de la capa hibrida son: pérdida de resina de los

espacios interfibrilares y desorganización de las fibrillas de colágeno, debido a la hidrólisis de la resina y/o el colágeno.

Los cambios observados en la curva pérdida de masa v/s temperatura de los termogramas, se asociaron a diferentes procesos de pérdida de masa por procesos de degradación térmica del material. El material residual del sistema adhesivo se identificó como carga inorgánica que no se descompone en el rango de temperatura del proceso degradativo. Fue difícil establecer las temperaturas en las cuales ocurrían estos procesos, por este motivo se obtuvo la primera derivada de la curva TGA que se presentó como línea segmentada. Los cambios en la primera derivada fueron visualizados como peaks, atribuidos a la temperatura en la cual sucedieron estos procesos degradativos.

Se identificaron los sistemas adhesivos comerciales que presentan menor pérdida de masa. Esto permite contar con el adhesivo más indicado para el trabajo clínico, siendo un gran apoyo al éxito del tratamiento restaurador dental.

Desde los termogramas se midió la pérdida de masa y cantidad de masa residual, como también, la cantidad de masa que se descompone en cada etapa de descomposición. Todos los adhesivos presentaron un patrón TGA que permitió establecer la dinámica de degradación, siendo diferentes de acuerdo al sistema adhesivo. Similarmente, se pudo establecer que los sistemas adhesivos presentaron diferente cantidad de masa residual.

La dinámica de degradación se estableció analizando cambios de la tangente, definiendo que a mayor inclinación, mayor es la pérdida de masa en la primera derivada, considerando el peak inferior para consignar la temperatura a la cual ocurrió la degradación. En general, todos los sistemas adhesivos presentaron varios peaks, lo que significó que tenían varios procesos degradativos. La cantidad de peaks y los valores de temperatura para cada uno de ellos, indicó la estabilidad del material o eficiencia de la polimerización de ellos.

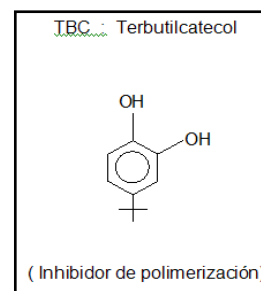
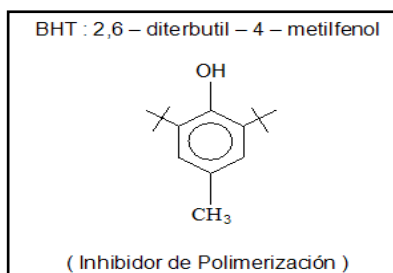
En general se considera, que los menores porcentaje de pérdidas de de masa corresponden a los sistemas adhesivos más estables con menor pérdida de masa y una relación de degradación menor.

Las fórmulas de G-Bond y Go! no contienen HEMA, siendo esta la causa de que los FT-IR de GC-Bond y Go! son tan parecidos. Al mismo tiempo, el FT-IR de G-Bond es muy similar al de Adper Single Bond que contiene HEMA y Bis-GMA, porque HEMA y Bis-GMA poseen prácticamente los mismos grupos funcionales y por lo tanto aparecen las mismas bandas en el FT-IR.

Todos los sistemas adhesivos se encontraron altamente polimerizados por tener en su composición compuestos de elevado peso molecular.

No se necesitó hacer los análisis de las muestras con las curvas de la primera derivada, como si fueran resultados distintos de las curvas integrales. Solo se observó mejor las distintas etapas de descomposición que tenían las muestras. Si existía solo un proceso o etapa de descomposición, la curva integral presentó un único proceso de pérdida de masa, y en consecuencia, la primera derivada mostró un único pico.

Además de las fórmulas de los monómeros que componen los polímeros, se identificaron los monómeros que dan origen a los polímeros e inhibidores de la polimerización BHT y TBC.



La restauración dental tras procesos de caries, tiene un bajo índice de supervivencia, aproximadamente del 50%, tras diez años de tratamiento. Se ha puesto en evidencia a través de estudios *in vivo* y tests *in vitro*, que la interface adhesiva polímero - tejido dentinario se degrada con el tiempo. La eficacia en la

unión puede descender hasta en un 70% en 2 años. Esta degradación de la interface se debe a dos motivos fundamentales: 1) la disolución e hidrólisis del sistema adhesivo, por ser excesivamente hidrófilo y por no alcanzar una polimerización suficiente en dentina húmeda y 2) queda siempre colágeno sin recubrir por resina; este colágeno es hidrolizado en cortos períodos de tiempo.

Para degradar la interface dentina – adhesivo las muestras .se pueden almacenar en agua, con termociclado, en NaOCl o ciclos de pH, obteniendo como resultado patrones similares de degradación, al seleccionar los parámetros apropiados. Cada uno de estos métodos de envejecimiento tiene sus propios mecanismos, características y espectro de aplicaciones Mantener en agua es sencillo, de bajo costo pero requiere de tiempo, el termociclado carece de un acuerdo estandarizado; almacenar en NaOCl disminuye el tiempo pero principalmente degrada la fase orgánica; los ciclos de pH pueden recrear la condición de la caries pero necesita estudios a futuro. Las investigaciones basadas en la duración de la adhesión deberían estar obligados a seleccionar un modelo de envejecimiento basado en las particularidades del material a estudiar, propósito y tiempo (Donglai D. et al., 2014).

En la adhesión a la dentina, los sistemas adhesivos de séptima generación tienen más ventajas que los de sexta generación, requieren menos tiempo clínico, menos etapas en su aplicación y tienen mejor fuerza de adhesión (Manuja N. et al., 2014). Las ventajas clínicas de éstos se ven desfavorecidas al comparar los resultados obtenidos en el presente estudio, en donde los sistemas adhesivos convencionales o de grabado independiente manifiestan tener en todos los ambientes, mejor estabilidad térmica.

Tradicionalmente, la dentina se ha considerado un tejido relativamente inerte, sobre el cual se han colocado materiales restauradores biocompatibles. Actualmente se conocen otros componentes de la dentina con funciones defensivas, reparadoras y regeneradoras de tejido. Esta nueva visión, ha cambiado la forma de tratamiento en la reparación del tejido dentinario dañado. El tratamiento de la dentina con ácidos libera y activa gran cantidad de estos factores bioactivos y enzimas. Se ha puesto en evidencia, que después de tratar



la dentina con ácidos e infiltrarla con un sistema adhesivo dopado con zinc, no sólo se preserva el colágeno, sino que de modo muy precoz, se producen fenómenos de remineralización del colágeno y oclusión mineral de los túbulos dentinarios, que pueden estabilizar la capa híbrida de adhesión. Hoy en día, se dispone de tecnología capaz de crear nanoesferas poliméricas transportadoras, que incluidas en un sistema adhesivo dentinario, permitirán el estímulo de estos procesos y la reparación temprana del tejido dañado (Osorio, 2013).

8. Conclusiones

De acuerdo a los datos obtenidos en esta investigación, se puede concluir que:

I. Los sistemas adhesivos más estables al efecto de la temperatura, y por lo tanto con menor degradación, en cada uno de los ambientes o medios son:

<u>AMBIENTES</u>		<u>1° Derivada °C</u>
Humedad relativa (grupo control)	AdheSe	414.8°C
	Adper Silorano	405.7°C
	Adper Single Bond 2	423.2°C
	Optibond S	422.8°C
100% Agua	Adper Silorano	405.2°C
	AdheSe	404.4°C
	Optibond S	422°C
	Adper Single Bond 2	420.3°C
pH 3	AdheSe	416.7°C
	Adper Silorano	408.1°C
	Optibond S	426°C
	XP Bond	425.2°C
Saliva artificial	AdheSe	418.6°C
	Go!	412.3°C
	Optibond S	426.2°C
	Prime & Bond NT	424.1°C

Los sistemas adhesivos de grabado independiente o sistemas adhesivos convencionales resultaron ser los sistemas adhesivos con mejor estabilidad térmica en todos los ambientes estudiados. Estos se destacan con letra en **negrita** en el listado anterior, en donde se puede observar que las temperaturas a las que comienza la degradación en todos los casos, es una temperatura superior a la que presentan los sistemas adhesivos autoacondicionantes.

II. Los sistemas adhesivos que presentaron menor estabilidad térmica, y por lo tanto mayor degradación, en cada uno de los ambientes o medios son:

<u>AMBIENTES</u>		<u>1° Derivada °C</u>
Humedad relativa (grupo control)	G Bond	250°C
	Futurabond DC	301.4°C
	Solobond M	194.3°C
	Prime % Bond NT	322.4°C
100% Agua	G Bond	254°C
	Futurabond DC	304.4°C
	Solobond M	180.9°C
	Prime % Bond NT	326.1°C
pH 3	G Bond	152.6°C
	Futurabond DC	175°C
	Prime % Bond NT	174.9°C
	Solobond M	193.9°C
Saliva artificial	AdheSe	418.6°C
	Go!	412.3°C
	Futurabond DC	322.2°C
	G Bond	255.9°C



III. De acuerdo a la tendencia de los resultados, se confirma la hipótesis planteada en esta investigación, es decir, los sistemas adhesivos autoacondicionantes de uso odontológico presentan una mayor degradación que los sistemas adhesivos convencionales al estudiar su comportamiento térmico, bajo diferentes condiciones ambientales.

IV. Fue posible determinar los compuestos químicos que forman los sistemas adhesivos poliméricos, de acuerdo a la información entregada por los fabricantes. En todos está presente la banda a 1725 cm^{-1} correspondiente a la vibración de los enlaces $\text{CR}_1\text{CR}_2 = \text{CH}_2$ de compuestos vinílicos disustituídos, indicando que la polimerización no ocurre totalmente.



9. Referencias bibliográficas

Abdalla A., Davidson C. (1998) Bonding efficiency and interfacial morphology of one-bottle adhesives to contaminated dentin surface. *Am J Dent*, 11(6) pp 281-5.

Almahdy A. et al. (2012) Effets of MMP inhibitors incorporated within dental adhesives. *J Dent Res* 91:(6) pp 605-611.

Anusavice K. Phillips (2004) *Ciencia de los Materiales Dentales*. Undécima edición. Elsevier, Madrid, pp 400-402.

Armstrong S. et al. (2004) Resin-dentin interfacial ultrastructure and microtensile dentin bond strength after five-year water storage. *Operative dentistry*; 29-6, pp 705-712.

Baratieri, Luiz N. et al. (1998) *“Estética”*. Ed. Quintessence y Livraria Santos; 1ª ed. Brasil pp 64-66.

Bowen R. L. (1962) Dental filling material comprising vynil silane treated fused silica and a binder consisting of the reaction product of bisphenol and glycidel methacrylate. US Patent 3000, 112.

Brackett M.G. et al. (2011) The critical barrier to progress in dentine bonding with the etch-and-rinse technique. *J Dent March*; 39(3) pp 238-248.

Breschi L. et al. (2008) Dental adhesion review: Aging and stability of the bonded interface. *Dent. Mater Jan*; 24(1):90-101.

Buonocore MG. A simple method of increasing the adhesion of acrylic filling materials to enamel surfaces. *J Dent Res* 1955; 34:849.

Cabral R. J., Mazzolla I. (2009) Capacidad de penetración del adhesivo Adper-Silorano en dentina humana. *RAOA Enero- Marzo* 97(1):101-107.



Carrilho M. et al. (2007) In vivo preservation of the hybrid layer by chlorhexidine. *J Dent Res*; 86(6) pp 529-533.

Carrilho M. et al. (2007) Chlorhexidine preserves dentin Bond in vitro. *J Dent Res*; 86(1) pp 90-94.

Carvalho R. (2003) Adhesión a esmalte y dentina con adhesivos poliméricos. En: "Durabilidad de la unión resina-diente. Una dimensión olvidada. Ed. Maio, Curitiba, Brasil, pp 441-454.

Chiaraputt S. et al. (2011) Biodegradation of all-in-one self-etch adhesive systems at the resin-dentin interface *Dent Mater J*; 30 (6) pp 814–826.

Cobb D. et al. (2000) The physical properties of packable and conventional posterior resin-based composites: a comparison. *JADA*, Vol. 131 pp 1610-1615.

De Munck J. et al. (2005) A critical review of the durability of adhesion to tooth tissue: methods and results. *J. Dent Res*; 84(2) pp 118 – 132.

Deng, D. et al. (2014) Effects of different artificial ageing methods on the degradation of adhesives-dentine interfaces (1) *J of Dent* 42 (12) pp 1577-1585.

Donassolo TA. et al. (2005) Mass variation of dentin adhesives system stored in different solutions. *Oral Sci*; 1(1) pp 29-34.

Donmez N. et al. (2005) Ultrastructural correlates of in vivo/in vitro bond degradation in self-etch adhesives. *J. Dent Res.*; 84(4) pp 355 – 359.

Eminkahyagil N. et al. (2005) Sealant and composite bond strength to enamel with antibacterial/self-etching adhesives. *Int. J. Pediatr. Dent. Jul*; 15(4) pp 274 – 81.

Espinosa R. et al (2008) Enamel deproteinization and its effect on acid etching: an in vitro study. *J. Clin. Pediatr. Dent*; 33(1) pp 13-20.

Ferracane J.L. (2011) Resin composite- state of the art. *Dent Mat* 27 pp 29-38.



Ferracane J.L., (2012) “Lo nuevo en materiales dentales y su aplicación clínica“, conferencia dictada durante las 19° *Jornadas de la Sociedad de Operatoria Dental y Materiales dentales*, Buenos Aires, República de Argentina, 19 de septiembre de 2012.

Fuks A. B., Eidelman E., Lewinstein I. (2002) Shear strength of sealants placed with non-rinse conditioning compared to a conventional acid etch-rinse technique. *ASDC J Dent Child Sep - Dec*; 69(3) pp 239-42, 233.

Fusayama T. (1990) Optimal cavity wall treatment for adhesive restorations. *J Esthet Dent*; 2(4) pp 95-9.

Gamborgi GP, Loguercio AD, Reis A. (2007) Influence of enamel border and regional variability on durability of resin–dentin bonds. *J Dent*. May, 35(5) pp 371-376.

Hanning M. et al. (2004) Microleakage and SEM evaluation of fissure sealants placed by use of self-etching priming agents. *J. Dent*. Jan; 32(1) pp 75-81.

Hashimoto M. et al. (2004) Effects of multiple adhesive coatings on dentin bonding. *Operative Dentistry*; 29-4 pp 416-423.

Hashimoto M. et al. (2004) Fluid movement across the resin- dentin interface during and after bonding. *J Dent Res*; 83(11) pp 843-848.

Hashimoto M. et al. (2000) In vivo degradation of resin-dentin bonds in humans over 1 to 3 years. *J Dent Res* 2000; 79(6) pp 1385-1391.

Hiraishi N. et al. (2005) Water concentration in self-etching primers affects their aggressiveness and bonding efficacy to dentin. *J. Dent Res.*; 84(7) pp 653 – 658.

Jacobsen T., Söderholm K. (1998) Effect of primer solvent, primer agitation and dentin dryness on shear bond strength to dentin. *Am J Dent*;11(6) pp 225-8.

Kanka J. (1992) Resin bonding to wet substrate. 1: Bonding to dentin. *Quintessence Int*; 23 (1) pp 39-41.



Kostoryz E. et al. (2009) Enzymatic biodegradation of HEMA/bisGMA adhesives formulated with different water content. *J Biomed Mater Res*; 88(2) pp 394-401.

Kenneth L.H., Zakariasen D.P. (1993) Shedding new light on lasers. *JADA* 124 pp 30-31.

Lanata J. (2003) "*Operatoria dental. Estética y adhesión*". Edit. Grupo Guía S.A. Argentina pp 92-94.

Liu Y. (2011) Limitations in bonding to dentin and experimental strategies to prevent bond degradation. *J Dent Res* 90(8) pp 953-968.

Leinfelder KF. (2000) Do restorations made of amalgam outlast those made of resin-based composite? *JADA*; 131 pp 1186-1187.

Macchi Luis R. (2009) *Materiales Dentales*. 4ta Edición. Edit. Médica Panamericana, Argentina pp 157-160.

Malacarne J. et al. (2006) Water sorption/solubility of dental adhesive resins. *Dent Mater*; 22 pp 973-980.

Manhart J. et al (2004) Review of the clinical survival of direct and indirect restorations in posterior teeth of the permanent dentition. *Operative Dentistry*: 29-5 pp 481-508.

Mazzoni A. (2012) MMP Activity in the hybrid layer detected with in situ Zymography. *J Dent Res* 91 (5) pp 467-472.

Mclean JW. (2000) Historical overview: The pioneers of enamel and dentin bonding. En: Roulet JF, Degrange M. *Adhesion: The silent revolution in Dentistry* Chicago: Quintessence; pp 13-15.

Mendoza, M., (2012) *Grado de conversión y degradación in vitro de composites a base de monómeros de metacrilato polimerizados con lámpara LED*. Tesis de doctorado. Córdoba, República de Argentina, Facultad de Odontología, Escuela de Posgrado, Universidad Nacional de Córdoba.



Meyer-Lueckel H. (2005) The penetration of various adhesives into early enamel lesions in vitro. *Schweiz.Monatsschr. Zahnmed*; 115(4) pp 316 – 323.

Moon P., Weaver J., Brooks C. (2010) Review of Matrix Metalloproteinases. Effect on the hybrid dentin bond layer stability and clorhexidine clinical use to prevent bond failure. *Oper Dent. J.*, 4, pp 147-152.

Mueller J. et al. (2006) Inhibition of lesion progression by the penetration of resins in vitro: influence of the application procedure. *Oper Dent* May-Jun; 31(3) pp 338 – 45.

Nakabayashi N., Kojima K., Masuhara E. (1982) The promotion of adhesion by the infiltration of monomers into substrates. *J Biomed Mater Res*; 16(3) pp 265-273.

Nakabashayi, N., (2012) “Adhesión predecible. Éxito a largo plazo”, conferencia dictada durante las *19° Jornadas de la Sociedad de Operatoria Dental y Materiales dentales*, Buenos Aires, República de Argentina, 19 de septiembre de 2012.

Nair M. et al. (2014) Comparative evaluation of the bonding efficacy of sixth and seventh generation bonding agents; An in vitro study (3). *J of CONSERVATIVE Dent*; 17 (1) pp 27-30.

Navarra C. et al. (2009) Degree of conversion of Filtek Silorane Adhesive System and Clearfil SE Bond within the hybrid and adhesive layer: an in situ Raman analysis. *Dent Mater*; 25(9) pp 1178-85.

Peumans M. et al. (2005) Clinical effectiveness of contemporary adhesives: A systematic review of current clinical trials. *Dent. Mater.* Sept; 21(9) pp 864-881.

Orsini G. et al. (2011) Matrix metalloproteinase-2 expression induced by two different adhesive systems on human pulp fibroblasts. *JOE* Dec; 37(12) pp 1663-1667.



Örtengren U. et al. (2001) Water sorption and solubility of dental composites and identification of monomers released in an aqueous environment. *J of Rehabilitation* 28 pp 1106-1115.

Osorio R. et al. (2011) Zinc-doped dentin adhesive for collagen protection at the hybrid layer. *Eur J Oral Sci.* Oct; 119(5) pp 401-410.

Osorio R. et al. (2011) Effect of dentin etching and chlorhexidine application on metalloproteinase-mediated collagen degradation. *Eur J Oral Sci.* Feb; 119(1) pp 79-85.

Osorio R. et al. (2011) Zinc reduces collagen degradation in demineralized human dentin explants. *J Dent.* Feb; 39(2) pp 148-53.

Osorio R. (2013) "Adhesión a dentina y odontología regenerativa", conferencia dictada durante el *XX Congreso de la Asociación Latinoamericana de Operatoria y Biomateriales*, Ciudad de Guatemala, Guatemala, 7 - 9 de noviembre de 2013.

Pashley D.H. (2008) Dentin bonding. *J Esthet Restor Dent*; 20(3) pp 153-4.

Pashley D.H. et al. (2000) Permeability of demineralized dentin to HEMA. *Dent Mater*; 16 pp 7-14.

Perdigao J. et al. (2005) Microtensile adhesion of sealants to intact enamel. *Int J Paediatr Dent.* Sep; 15(5) pp 342 – 348.

Peutzfeldt A. y Nielsen L. A. (2004) Bond strength of a sealant to primary and permanent enamel: phosphoric acid versus self-etching adhesive. *Pediatr Dent* May-Jun; 26(3) pp 240 - 244.

Pimenta L. et al. (2004) Stability of dentin bond strengths using different bonding techniques after 12 months: Total –etch, deproteinization and self-etching. *Operative Dentistry*; 29-5 pp 592-598.

Pithon M. et al. (2009) Evaluación de citotoxicidad y conversión del monómero de cuatro adhesivos ortodónticos. *Int. J. Odontostomat*; 3(2) pp 91-98.



Reis A., Giannini M., Pereira P. (2007) Long term TEM analysis of the nanoleakage patterns in resin-dentin interfaces produced by different bonding strategies. *Dent Mater*; 23 pp 1164-1172.

Ritter A.V. (2009) JADA Continuing Education: An eight-year clinical evaluation of filled and unfilled one-bottle dental adhesives. *JADA Jan*; 140(1) pp 28-37.

Rodríguez G., y Pereira S. (2013) "Evolución y tendencias actuales en resinas compuestas"[En línea]. Disponible en:

http://www.actaodontologica.com/ediciones/2008/3/evolucion_tendencias_resinas_compuestas.asp (Consultado el 20 de junio 2013).

Rouessac F., Rouessac A. (2000) *Infrared spectroscopy*. En: "Chemical Analysis. Modern Instrumental, Methods and Techniques". Ed John Wiley & Sons Ltd, 5ta Edición. England, pp 161-187.

Sano H. et al. (1999) Long-term durability of dentin bonds made with a self-etching primer, in vivo. *J Dent Res*; 78(4) pp 906-911.

Santini A., Mitchell S. (1998) Effect of wet and dry bonding techniques on marginal leakage. *Am J Dent*; 11(5) pp 219-24.

Sauro S. et al. (2008) Micropermeability of current self-etching and etch-and-rinse adhesives bonded to deep dentine: a comparison study using a double-staining/confocal microscopy technique. *Eur J Oral Sci*; 116 pp 184-193.

Scherrer S., Cesar P., Swain M. (2010) Direct comparison of the bond strength results of the different test methods: A critical literature review. *Dent Mater*; 26(2) pp e78–e93.

Spencer P., Wang Y., Bohaty B. (2006) Interfacial chemistry of moisture-aged class II composite restorations. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater*; 77(2) pp 234-240.



Takahashi M. et al. (2011) Long-term evaluation of water sorption and ultimate tensile strength of HEMA-containing/-free one-step self-etch adhesives. *J Dent*; 39 pp 506-512.

Tay F., Gwinnett A., Wei S. (1996) The overwet phenomenon: an optical, micromorphological study of surface moisture in the acid-conditioned, resin-dentin interface. *Am J Dent*; 9(1) pp 43-8.

Tay F. et al. (2007) Bonding BisGMA to dentin-a proof of concept for hydrophobic dentin bonding. *J Dent Res*; 86(11) pp 1034-1039.

Tay F.R. et al. (2005) Tubular occlusion prevents water-treeing and through-and-through fluid movement in a single-bottle, one-step self-etch adhesive model. *J Dent Res*; 84(10) pp 891 – 896.

Toledano M. et al. (2007) Effect of bacterial collagenase on resin-dentin bonds degradation. *J Mater Sci Mater Med. Dec*;18(12) pp 2355-61.

Toledano M. (2013) “Remineralización dentinaria: El futuro ya está aquí”, conferencia dictada durante e *XX Congreso de la Asociación Latinoamericana de Operatoria y Biomateriales*, Ciudad de Guatemala, Guatemala, 7 - 9 de noviembre de 2013.

Uribe-Echevarría J., Priotto EG., Lutri MS. (2003) Adhesión a esmalte y dentina con adhesivos poliméricos. En: Henostroza G. (ed.). “*Adhesión en Odontología Restauradora*”. Ed. Maio, Curitiba, Brasil, pp 71-111.

Uribe-Echevarría J., Priotto EG., Lutri MS. (2010) Adhesión a esmalte y dentina con adhesivos poliméricos. En: Henostroza G. (ed.) “*Adhesión en Odontología Restauradora*”. Ed. Maio, 2da Edición. Curitiba, Brasil, pp 89-135.

Uribe-Echevarría J. et al. (2006) Química de los adhesivos de las resinas compuestas. En: Steenbecker O. (ed.) “*Principios y bases de los biomateriales en operatoria dental. Estética y adhesión*”. Ed. Universidad de Valparaíso. Valparaíso, Chile, pp 307-315.



Van Landuyt K. et al. (2007) Origin of interfacial droplets with one-step adhesives. *J Dent Res*; 86(8) pp 739-744.

Van Landuyt K.L. et al. (2005) Monomer-solvent phase separation in one-step self-etch adhesives. *J Dent Res*; 84(2) pp 183 – 188.

Van Meerbeek B. et al. (1999) Hybridization effectiveness of a two-step versus a three-step smear layer removing adhesive system examined correlatively by TEM and AFM. *J Adhes Dent*; 1(1) pp 7-23.

Van Meerbeek B. et al. (1999) Factores que influncian el éxito clínico de la adhesión a la dentina y el esmalte (I). *Maxilaris*;14 pp 26-36.

Van Meerbeek B. Et al. (1999) Factores que influncian el éxito clínico de la adhesión a la dentina y el esmalte (II). *Maxilaris*;15 pp 20-8.

Vergara, L., (2013) *Estudio comparativo in vitro de cementos provisorios y resinas acrílicas utilizados en prótesis fija en relación a sus propiedades físicas, químicas y antiadherentes*. Tesis de doctorado. Córdoba, República de Argentina, Facultad de Odontología, Escuela de Posgrado, Universidad Nacional de Córdoba.

Versluis A., Tantbirojn D., Douglas W. (1997) Why do shear bond tests pull out dentin? *J Dent Res* June; 76(6) pp 1298-1307.

Wang Y., Yao X., Parthasarathy R. (2009) Characterization of interfacial chemistry of adhesive/dentin bond using FTIR chemical imaging with univariate and multivariate data processing. *J Biomed Mater Res*; 91A pp 251-262.