



INSTITUTO UNIVERSITÁRIO EGAS MONIZ

MESTRADO INTEGRADO EM MEDICINA DENTÁRIA

**BENEFÍCIO DA APLICAÇÃO DE UM PRIMER E DA SUA
CO-POLIMERIZAÇÃO COM RESINAS COMPOSTAS AUTO-ADESIVAS
APLICADAS EM DENTINA**

Trabalho submetido por
Magali Gomes Inglês
para a obtenção do grau de Mestre em Medicina Dentária

setembro de 2022



INSTITUTO UNIVERSITÁRIO EGAS MONIZ

MESTRADO INTEGRADO EM MEDICINA DENTÁRIA

BENEFÍCIO DA APLICAÇÃO DE UM PRIMER E DA SUA CO-POLIMERIZAÇÃO COM RESINAS COMPOSTAS AUTO-ADESIVAS APLICADAS EM DENTINA

Trabalho submetido por
Magali Gomes Inglês
para a obtenção do grau de Mestre em Medicina Dentária

Trabalho orientado por
Prof. Doutor António Sales Delgado
e coorientado por
Prof. Doutora Joana Vasconcelos e Cruz

setembro de 2022

AGRADECIMENTOS

Ao Prof. Doutor António Delgado que aceitou o desafio de entrar nesta jornada comigo. Obrigada pelo apoio e incansável disponibilidade, pelo exemplo de trabalho e dedicação. Obrigada por nos momentos mais decisivos me trazer a calma e paz necessárias.

À Prof. Doutora Joana Vasconcelos e Cruz e à professora Ana Mano Azul, por participarem neste projeto, a vossa motivação, determinação e interesse é contagiante e sem dúvida, que sem a vossa ajuda este caminho teria sido mais difícil. Obrigada pela simpatia, companheirismo e compromisso.

Ao Prof. Doutor Mário Polido, pela disponibilidade de todos os materiais necessários e aceitar participar neste que foi o primeiro artigo da minha vida académica. Obrigada pela confiança e ajuda.

Ao Dr. Pedro Rodrigues, por me ter acolhido na sua equipa. Obrigada pelos conselhos e aprendizagens, pela preocupação e humanidade. Obrigada por ser um exemplo.

Ao IUEM e ao Prof. Doutor José João Mendes, pelos 5 anos neste instituto que posso chamar de minha segunda casa.

Às minhas amigas de Coimbra, que estão sempre presentes. Obrigada pela amizade, diversão, compreensão, e por apoiarem as minhas decisões. Levo-vos comigo para a vida.

Aos meus amigos de curso, Jomi, Vicente, Tere, Zim, Inês e Martas, por serem manifestação de Cristo na minha vida. Sem vocês estes últimos 5 anos não teriam sido os mesmos.

À minha colega de box e para sempre amiga Madalena, por seres colo e abrigo. Obrigada pela tua dedicação e ajuda.

À Clara e à Mariana, amigas queridas, por todo o amor e confiança. Obrigada por me ensinarem que posso contar convosco para sempre.

Ao Miguel. Obrigada por me mostrares que o tempo e dedicação valem a pena. Obrigada por seres peça essencial na minha vida, pelo teu apoio, pelas tuas palavras e principalmente pelos teus abraços. Sem ti, nunca seria possível.

Aos meus pais, à minha irmã e à minha avó, por serem amparo e porto seguro. Obrigada pela voz que não se impõe, pela presença incondicional e por acreditarem sempre em mim. Obrigada pelo espírito de sacrifício e exemplo de resiliência, bondade e amor.

Ao Afonsinho e ao Duda, pelas brincadeiras e pausas, e por serem as melhores coisas do mundo.

RESUMO

Objetivos: Comparar a resistência adesiva à microtração, de duas resinas comerciais *flowable* auto-adesivas, variando o pré-tratamento de superfície, na dentina.

Materiais e Métodos: Foram utilizados 66 molares humanos definitivos, hígidos, de forma a expor a dentina coronária, utilizando um micrótomo. Foram divididos aleatoriamente por 2 resinas auto-adesivas comerciais, Constic (DMG, Alemanha) e VertiseTMFlow (Kerr, EUA), uma convencional Filtek Z250 (3M ESPE, EUA) e por 3 pré-tratamentos, originando 6 grupos: VF_*EtchOnly*; VF_*Primer*; VF_*OptiBondFL*; Constic_*EtchOnly*; Constic_*Primer*; Constic_*OptiBondFL*. Os tratamentos consistiram no condicionamento ácido, aplicação exclusiva de um *primer* (OptiBond FL, Kerr, EUA) com polimerização em modo *co-curing*, ou utilização do adesivo completo. Sobre a dentina foi realizado o procedimento restaurador, cumprindo as instruções do fabricante. Após 24 h em água destilada (37°C), os dentes foram seccionados em palitos (1±0,2 mm²) e posteriormente testados num ensaio de microtração (0,5 mm/min; 5 kN célula, Shimadzu AGS-X, Japão). A estatística inferencial contemplou ANOVA *two-way* e Tukey's HSD *post-hoc* ($\alpha=0.05$).

Resultados: A ANOVA *two-way* confirmou que a resina auto-adesiva utilizada ($p<0,018$) e o tratamento de superfície ($p<0,001$), afetaram a resistência adesiva. Os grupos *EtchOnly* registaram as menores resistências adesivas, cerca de três vezes menores que os grupos de *primer*. Os grupos do Optibond FL revelaram as mais altas. O grupo VF_*EtchOnly* apresentou diferenças significativas dos grupos VF_*Primer* ($p<0,001$), Constic_*Primer* ($p=0,003$) e Optibond FL ($p<0,001$). O Constic_*EtchOnly* também foi diferente de todos os outros grupos ($p<0,001$), excepto do VF_*EtchOnly* ($p=0,99$). Os grupos *CoCuring* não foram diferentes entre si ($p=0,13$), nem os Optibond FL.

Conclusões: A utilização exclusiva de um *primer* em modo *co-curing*, apresentou um desempenho superior quando comparado com o condicionamento ácido isoladamente. Estes resultados sugerem que o fraco desempenho destes compósitos se deve à sua viscosidade que leva a fraca infiltração, colmatada com o *primer*.

Palavras-chaves: adesão; resinas compostas auto-adesivas; resistência adesiva; microscopia ótica

ABSTRACT

Aim: To compare the microtensile bond strength on dentin of two commercial flowable self-adhesive composites, upon variation of the surface pre-treatment.

Material & Methods: Sixty-six definitive, healthy human molars were used to expose the coronal dentin using a microtome. They were randomly divided by 2 commercial self-adhesive resins, Constic (DMG, Germany) and VertiseTMFlow (Kerr, USA), a conventional Filtek Z250 (3M ESPE, USA) and 3 pre-treatments, originating 6 groups: VF_EtchOnly; VF_Primer; VF_OptiBondFL; Constic_EtchOnly; Constic_Primer; Constic_OptiBondFL. The treatments consisted in acid etching, exclusive application of a primer (OptiBond FL, USA) with polymerization in co-curing mode, or use of the complete adhesive. On the dentin the restorative procedure was performed, following the manufacturer's instructions. After 24 h in distilled water (37°C), the teeth were sectioned into bonded beams ($1 \pm 0.2 \text{ mm}^2$) and subsequently tested in a microtensile test setup (0.5 mm/min; 5 kN cell, Shimadzu AGS-X, Japan). Inferential statistics included two-way ANOVA and Tukey's HSD post-hoc ($\alpha=0.05$).

Results: The two-way ANOVA confirmed that the self-adhesive resin used ($p<0.018$) and the surface treatment ($p<0.001$), affected the adhesive strength. The EtchOnly groups recorded the lowest adhesive strengths, about three times lower than the Primer groups. The OptibondFL groups showed the highest ones. The VF_EtchOnly group showed significant differences from the VF_Primer ($p<0.001$), Constic_Primer ($p=0.003$) and OptiBond FL ($p<0.001$) groups. Constic_EtchOnly was also different from all other groups ($p<0.001$), except from VF_EtchOnly ($p=0.99$). The CoCuring groups were not different from each other ($p=0.13$), nor were the OptiBond FL.

Conclusions: The use of a primer alone in co-curing mode, showed superior performance when compared to etching alone. These results suggest that the poor performance of these composites is due to their limited infiltration potentiated by their viscosity, a problem solved with the use of primer.

Keywords: adhesion; self-adhesive composites; microtensile bond strength; light microscopy

ÍNDICE GERAL

I.	INTRODUÇÃO.....	11
1.	A ADESÃO E OS MATERIAIS RESTAURADORES DIRETOS NA ATUALIDADE.....	11
1.1.	ADESÃO EM DENTISTERIA.....	11
1.1.1.	SISTEMAS ADESIVOS.....	11
a)	Técnica <i>etch-and-rinse</i> (E&R) e interação com os substratos.....	12
b)	Técnica <i>self-etch</i> (SE) e interação com os substratos.....	13
c)	Adesivos Universais.....	15
1.1.2.	ADESÃO QUÍMICA E MONÓMEROS FUNCIONAIS.....	15
1.2.	RESINAS COMPOSTAS.....	18
1.3.	RESINAS COMPOSTAS AUTO-ADESIVAS.....	18
1.3.1.	RESINAS COMPOSTAS AUTO-ADESIVAS COMERCIAIS.....	19
2.	LIMITAÇÕES DAS RESINAS COMPOSTAS AUTO-ADESIVAS.....	20
2.1.	COMPROMISSO NA ADESÃO À DENTINA.....	20
2.2.	TÉCNICA DE <i>CO-CURING</i> COMO ESTRATÉGIA.....	21
3.	TESTES DE ADESÃO CONTEMPORÂNEOS.....	22
3.1.	MÉTODOS DE TESTE.....	23
3.2.	NORMA DE ORIENTAÇÃO DA <i>ACADEMY OF DENTAL MATERIALS</i> (ADM).....	23
4.	ENQUADRAMENTO.....	24
II.	OBJETIVOS DE ESTUDO.....	25
III.	HIPÓTESES DE ESTUDO.....	27
IV.	<i>TESTING THE BENEFIT OF A PRIMING/CO-CURING ON THE IMMEDIATE: COMPARATIVE ASSESSMENT OF DIFFERENT PRE-TREATMENT BONDING STRATEGIES TO IMPROVE THE ADHESION OF SELF-ADHESIVE COMPOSITES TO DENTIN</i>	29
V.	CONCLUSÕES.....	47
a)	Relevância clínica.....	47
VI.	PERSPETIVAS FUTURAS.....	49
VII.	BIBLIOGRAFIA.....	51

Índice de Figuras

Figura 1. Conceito de adesão-descalcificação de acordo com Van Meerbeek et al. (2020) e Yoshida et al. (2001)	16
Figura 2. Estrutura química do monómero funcional 10-MDP	17

Lista de Siglas

E&R – *Etch-and-Rinse*

SE – *Self-etch*

Fenil-P – 2-metacrililoiloxietilfenil fosfato

4-META – 4-metacrililoiloxietil trimetilato

10-MDP – 10-metacrililoiloxdecil di-hidrogenofosfato

GPDM – dimetacrilato de glicerol fosfato

I. INTRODUÇÃO

1. A ADESÃO E OS MATERIAIS RESTAURADORES DIRETOS NA ATUALIDADE

1.1. ADESÃO EM DENTISTERIA

A tecnologia inerente à adesão dentária continua, atualmente, a evoluir a um ritmo acelerado (Van Meerbeek et al., 2020). A adesão beneficia de materiais poliméricos, como a resina composta, considerada o material restaurador direto mais utilizado na medicina dentária moderna (Moszner & Hirt, 2012). Contudo, e apesar disto, o principal desafio dos adesivos dentários, que precedem as resinas compostas, permanece o mesmo ainda nos dias de hoje - a tentativa de conferir uma ligação igualmente eficaz a dois tecidos duros de diferentes naturezas, o esmalte e a dentina. De facto, a adesão ao esmalte provou ser forte e durável, desde a introdução da técnica de condicionamento ácido primeiramente descrita por Michael Buonocore em 1955 (Buonocore, 1955; Perdigão et al., 2021; Van Meerbeek et al., 2020). No entanto, a adesão à dentina é muito mais complexa e só é tangível quando são seguidos procedimentos de aplicação mais complexos e demorados, sensíveis à técnica (Van Meerbeek et al., 2011, 2020). Por conseguinte, os adesivos dentários são considerados sensíveis à técnica resultando em falhas adesivas e degradação marginal e interfacial precoce (Van Meerbeek et al., 2011).

1.1.1. SISTEMAS ADESIVOS

Os sistemas adesivos atuais podem ser considerados revolucionários em muitos aspetos da dentisteria conservadora, com possibilidades clínicas antes inconcebíveis, estabelecendo uma união à estrutura dentária sem a necessidade da criação de uma cavidade retentiva (Breschi et al., 2018). Os adesivos clássicos seguem uma técnica *etch-and-rinse* ou *self-etch* que se distinguem entre si pela forma como interagem com o tecido dentário (Van Meerbeek et al., 2011), bem como a simplicidade/complexidade da técnica.

a) Técnica *etch-and-rinse* (E&R) e interação com os substratos

O principal mecanismo de adesão do E&R pode ser descrito como uma interdifusão micromecânica em ambos os substratos, esmalte e dentina (Van Meerbeek et al., 2020). A técnica E&R envolve um passo inicial, em separado, de condicionamento ácido aos substratos dentários, geralmente efetuado por intermédio de ácido ortofosfórico. Este é capaz de criar profundas porosidades na superfície rica em hidroxiapatite do esmalte, desmineralizando também a dentina até uma profundidade de cerca de 4-6 μm , o que leva a exposição das fibras de colagénio com uma abrupta transição para a dentina subjacente não afetada. Nesta técnica, toda a *smear layer* é completamente removida (da Rosa et al., 2015; Pashley et al., 2011; Perdigão et al., 2021; Van Meerbeek et al., 2003, 2020). O ácido cria porosidades entre os prismas de esmalte, que após a infiltração da resina e sua subsequente polimerização, forma prolongamentos chamados *macrotags* de resina. Também são criadas microporosidades, nos próprios prismas, através das quais a resina irá difundir por capilaridade, formando prolongamentos mais diminutos, chamados *microtags* de resina (Van Meerbeek et al., 2020). Após polimerização, a resina está interligada resultando numa ligação forte e duradoura ao esmalte, devendo-se por isso preservar a integridade das margens de esmalte aquando da preparação dentária (Perdigão et al., 2021).

A adesão à dentina sempre foi reportada desafiante por inúmeros estudos ao longo dos anos (Breschi et al., 2018; Cadenaro et al., 2005, 2009; Frassetto et al., 2016; Pashley et al., 2011; Spencer et al., 2010). Seguindo uma abordagem de E&R, o condicionamento garantido pelo ácido fosfórico, na dentina, é considerado muito agressivo, resultando numa profundidade de desmineralização alta e dependente do tempo de aplicação (Van Meerbeek et al., 2003, 2020). Este, segundo Breschi et al. (2018), deve ser limitado a 15 segundos de modo a preservar a integridade da matriz orgânica dentinária, cuja sua estrutura corresponde em cerca de 90% a colagénio do tipo I. Quanto maior a profundidade de desmineralização, mais difícil se torna para a resina infiltrar a essa profundidade. Adicionalmente, deve ser evitada a secagem excessiva da dentina para evitar o colapso das fibras de colagénio, que devido a isto se tornam impenetráveis pela resina (Van Meerbeek et al., 2020).

Para que a adesão à dentina seja possível, é necessário a utilização de uma solução monomérica, solvatada e hidrofílica – o *primer*. Os *primers* são essencialmente monómeros de resina dissolvidos num solvente, que pode ser etanol, água, acetona ou uma combinação destes (Pashley et al., 2011). O *primer* é utilizado para restabelecer uma maior energia superfície, uma dificuldade que se coloca num substrato orgânico, o que torna o ambiente mais compatível com a resina hidrofóbica (Bertassoni et al., 2012). Este, devido às suas características hidrofílicas e solvente orgânico, permite o deslocamento controlado da água presente na dentina, mantendo a rede de colagénio exposta expandida (Pashley et al., 2011). Isto promove a infiltração dos monómeros e subsequente hibridação (Eick et al., 1997). Sem o *primer*, a rede de colagénio colapsaria devido à perda de água, limitando a permeabilidade e impedido a infiltração dos monómeros de resina na dentina e formação de uma verdadeira camada híbrida (Bertassoni et al., 2012; Van Meerbeek et al., 2003).

A etapa final desta estratégia adesiva prende-se com a aplicação da resina adesiva, ou *bond*. Este processo deve ser feito de forma homogénea resultando numa camada espessa a ser co-polimerizada com o *primer in situ* prontamente como forma de estabilizar a interface adesiva e impedir a absorção imediata de água da dentina subjacente, por osmose. Após a polimerização, a resina é retida micromecanicamente no interior dos túbulos dentinários, pela formação de *tags* de resina (Bertassoni et al., 2012; Van Meerbeek et al., 2003, 2020). O mecanismo base da técnica E&R no esmalte e na dentina baseia-se na sua essência num processo de permuta, no qual os minerais removidos dos tecidos duros dentários vão sendo gradualmente substituídos por monómeros de resina que após a polimerização são retidos micromecanicamente. Este processo, que na dentina é especificamente chamado de hibridização, envolve a infiltração e subsequente polimerização *in situ* da resina no interior das porosidades previamente criadas pelo condicionamento ácido sendo, portanto, um método que assenta principalmente na difusão (Van Meerbeek et al., 2011).

b) Técnica *self-etch* (SE) e interação com os substratos

Em oposição com o que acontece com os adesivos *E&R*, os adesivos *SE* não requerem uma etapa de condicionamento ácido em separado, uma vez que apresentam na sua constituição monómeros ácidos que simultaneamente atuam como condicionadores

do substrato e como monómeros co-polimerizáveis de *primer* convencionais (Van Meerbeek et al., 2011, 2020). Esta abordagem é mais fácil de usar e menos sensível à técnica, uma vez que prescinde do condicionamento ácido e lavagem como etapas separadas (Breschi et al., 2008; Hanabusa et al., 2012; Peumans et al., 2018; Siqueira et al., 2016; Van Meerbeek et al., 2011). Apesar disto, o autocondicionamento proveniente dos SE, no esmalte, não produz as desejadas porosidades profundas que são necessárias para a sua retenção. Nesta técnica, a dentina subjacente é apenas parcialmente desmineralizada pelo *primer* ácido, permanecendo abaixo o colagénio envolto e protegido pela hidroxiapatite (Bertassoni et al., 2012; Perdigão et al., 2003; Tay & Pashley, 2003).

Em geral, de acordo com Van Meerbeek et al. (2011), os adesivos SE têm a vantagem de desmineralizar e garantir a penetração da superfície dentinária, processos que ocorrem idealmente de forma simultânea e pela mesma profundidade. À medida que a profundidade aumenta, os monómeros ácidos são progressivamente tamponados pelo conteúdo mineral do substrato, ficando a sua capacidade de condicionamento comprometida. As características morfológicas da interface adesiva produzida por adesivos SE são definidas pela interação entre os seus monómeros funcionais e o substrato dentário. O pH é um dos componentes que afeta a morfologia da interface adesiva. Os adesivos SE são por isso classificados em fortes (pH $\approx$ 1), intermédios (pH entre 1 a 2 μ m), suaves (pH $\approx$ 2 μ m) e ultra-suaves (pH $>$ 2,5; nanointeração) (Van Meerbeek et al., 2020).

A otimização adicional da abordagem SE foi alcançada pela síntese e inclusão de monómeros funcionais, especificamente criados para ter um potencial de ligação química, seguindo uma técnica autocondicionante suave. Esta abordagem parece garantir um desempenho confiável e uma adesão mais durável na dentina (Van Meerbeek et al., 2011). Os adesivos SE encontram-se comercializados como adesivos de dois passos ou de um passo, dependendo se o *primer* autocondicionante e o *bond* são fornecidos separadamente ou combinados e aplicados num só passo.

c) Adesivos Universais

Estes adesivos representam a última geração disponível. Foram projetados segundo o conceito *all-in-one*, dos adesivos SE de um passo já existentes, mas também incorporam a versatilidade de serem adaptáveis à situação clínica já que podem ser utilizados como E&R ou SE, à escolha do clínico (Hanabusa et al., 2012; Perdigão & Loguercio, 2014; Siqueira et al., 2016; Van Meerbeek et al., 2020).

Estes contemplam geralmente uma mistura complexa de solventes, iniciadores de polimerização, estabilizadores, partículas de carga e monómeros funcionais acídicos, proporcionando uma ligação química adicional a diferentes substratos (da Rosa et al., 2015; Perdigão & Loguercio, 2014). Estes adesivos são fáceis de usar, têm um procedimento de aplicação mais rápido e são menos suscetíveis a viés na técnica do operador (Hanabusa et al., 2012; Nikaido et al., 2011; Van Meerbeek et al., 2011).

1.1.2 ADESÃO QUÍMICA E MONÓMEROS FUNCIONAIS

A adesão química tornou-se uma realidade com a introdução de monómeros funcionais, tais como o 2-metacrilóiloxietilfenil fosfato (Fenil-P), o 4-metacrilóiloxietil trimetilato (4-META) e o 10-metacrilóiloxdecil di-hidrogenofosfato (10-MDP) (Yoshioka et al., 2002). Os monómeros derivados de acrilato, presentes nos adesivos dentários e nas resinas compostas, podem ser classificados de acordo com a sua função. Podemos ter monómeros de reticulação, ou *cross-linking*, que constituem a base dos polímeros restauradores diretos (ex: Bis-GMA ou UDMA), monómeros diluentes, que controlam a viscosidade da mistura (ex: TEGDMA) ou ainda monómeros funcionais. Estes últimos são caracterizados por, pelo menos, um grupo polimerizável e um grupo funcional, que pode servir diferentes finalidades (Van Landuyt et al., 2007).

A forma como os monómeros funcionais acídicos interagem com os substratos dentários é explicada por Yoshioka et al. (2002), através da teoria da adesão-desmineralização. O conceito de adesão-desmineralização permite explicar a capacidade do monómero funcional desmineralizar ou ligar-se aos tecidos mineralizados do dente. De acordo com este conceito, o grupo funcional interage primeira e ionicamente com o cálcio da hidroxiapatite e, dependendo da estabilidade do complexo de monómero de cálcio resultante na suspensão adesiva, essa ligação iónica poderá desmineralizar a superfície

do dente ou permanecer estável e quimicamente ligada ao cálcio. Estas diferenças podem ser explicadas a partir da estrutura química de cada monómero funcional (Van Landuyt et al., 2007). Nesta forma de ligação, consegue-se um contacto íntimo entre átomos e moléculas (Van Meerbeek et al., 2020; Van Meerbeek & Yoshihara, 2014).

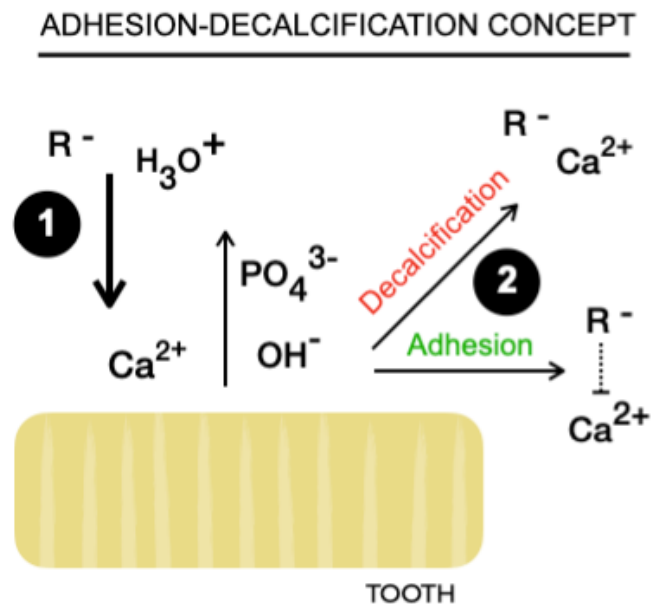


Figura 1. Conceito de adesão-descalcificação de acordo com Van Meerbeek et al. (2020) e Yoshida et al. (2001) - Um monómero funcional contendo um grupo fosfato ou ácido carboxílico interage com o dente e liga-se ionicamente ao cálcio. A estabilidade da ligação determina se esta descalcifica ou permanece aderida (2). Após a descalcificação, há libertação de cálcio e fosfato. Imagem retirada de Delgado (2021)

De facto, estabelecer uma adesão durável à dentina com materiais à base de resina tem sido uma tarefa árdua desde o trabalho pioneiro de várias pesquisas, na década de 1950, usando na altura o monómero dimetacrilato de glicerol fosfato (GPDM) (Perdigão et al., 2021). Este monómero funcional permanece em várias composições comerciais ainda nos dias de hoje.

Outros monómeros, como é o caso do 4- META, Fenil-P e 10-MDP, têm sido amplamente sintetizados na dentisteria adesiva, como acima referido. Este último tem sido particularmente alvo de investigações e trabalhos laboratoriais que demonstraram a sua capacidade de estabelecer prontamente uma ligação iónica intensiva com a hidroxiapatite (Nikaido et al., 2011; Yoshida et al., 2012; Yoshioka et al., 2002). As principais características do 10-MDP são:

- A presença de um grupo funcional metacrilato numa das extremidades do monómero que permite a sua incorporação na rede polimérica tridimensional do adesivo, por copolimerização,
- A presença de um grupo funcional éster de ácido fosfórico hidrofílico na outra extremidade com potencial para se ligar ionicamente ao cálcio da hidroxiapatite (Figura 2),
- A sua longa cadeia de carbonos que impede a interação entre o metacrilato e o grupo éster de ácido fosfórico, mas também fornece hidrofobicidade para reduzir a sorção de água, bem como permite o auto alinhamento paralelo das moléculas de 10-MDP adjacentes,
- Possui um efeito de condicionamento substancial, conduzindo assim a uma retenção micromecânica e a adesão química pela libertação do cálcio da dentina como força motriz da formação da nanocamada de 10-MDP (Van Meerbeek et al., 2020; Yoshida et al., 2012; Yoshihara et al., 2019).

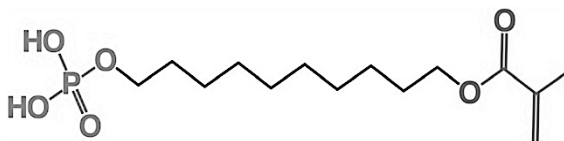


Figura 2. Estrutura química do monómero funcional 10-MDP

Apesar das vantagens, o 10-MDP é considerado suscetível à degradação hidrolítica pelos seus grupos ésteres, podendo reagir e dar origem a hidroxidecil dihidrogenofosfato e metacrilato (Yoshida et al., 2012; Yoshihara et al., 2019). Como os adesivos SE e universais contêm água, é de esperar que tal hidrólise comprometa o seu desempenho clínico. De acordo com a literatura, surgiu, então, a necessidade de sintetizar análogos do monómero de 10-MDP com eficácia de ligação semelhante, mas com maior resistência hidrolítica. Monómeros à base de fosfonato e acrilamida foram sintetizados, no entanto com eficácia de ligação e potencial de interação muito inferiores ao observado no 10-MDP (Van Meerbeek et al., 2020).

1.2 RESINAS COMPOSTAS

As resinas compostas consistem num material com duas fases distintas, ligadas entre elas - uma fase monomérica e partículas de carga inorgânicas. A quantidade de cada fase pode variar, sendo que quanto maior o rácio de monómeros para carga, menor a viscosidade da resina, como explicado por Bayne et al. (2019). As resinas compostas têm sido amplamente aplicadas desde a sua introdução na Medicina Dentária, na década de 1950 (Fugolin & Pfeifer, 2017; Yao et al., 2020). De facto, as restaurações diretas com esta classe de materiais continuam a ser um dos tratamentos mais realizados pelos médicos dentistas (Schwendicke et al., 2016). Estes proporcionam ao médico dentista uma abordagem mais conservadora da técnica clínica, permitindo que mais estrutura dentária seja preservada, sendo assim mais aceite pelos pacientes, já que proporcionam propriedades óticas e mecânicas semelhantes ao que se encontra nos dentes naturais (Latta & Radniecki, 2020). Como anteriormente mencionado, quando combinadas com um sistema adesivo, a restauração revela-se confiável, previsível e durável. Não obstante, a investigação e o desenvolvimento da tecnologia de adesivos permanecem desafiadores. Nomeadamente, o fabrico e formulação de adesivos que sejam, também, eficazes em condições de controlo de humidade abaixo do ideal ou configurações de preparações complexas, ou desenvolver alternativas mais económicas, fáceis de colocar e preferencialmente auto-adesivas (Yao et al., 2020).

1.3 RESINAS COMPOSTAS AUTO-ADESIVAS

Na verdade, atualmente os adesivos são muitas vezes considerados sensíveis à técnica pelo número de etapas em separado que requerem e o controlo exigido em cada uma delas. Daí surge a necessidade de combinar os benefícios da tecnologia dos adesivos e das resinas compostas num material único que exerça ambas as funções. A resina composta *flowable*, autoadesiva, como técnica restauradora direta, foi então desenvolvida (Fugolin & Pfeifer, 2017; Poitevin et al., 2013; Van Meerbeek & Frankenberger, 2019). A simplificação dos procedimentos adesivos clínicos e a consequente redução da possibilidade de erros por parte do operador, são os grandes impulsionadores para os atuais esforços de pesquisa e desenvolvimento na investigação na dentisteria e materiais

dentários (Latta & Radniecki, 2020; Naga et al., 2015; Peterson et al., 2018; Poitevin et al., 2013; Van Meerbeek et al., 2020).

Esta nova classe de resinas compostas auto-adesivas tem por base uma composição convencional, com a adição extra de monómeros funcionais, visionando prescindir da aplicação do adesivo, num passo em separado. Idealmente estes materiais deverão ter, por si só, a capacidade de condicionar o esmalte e a dentina, infiltrar e estabelecer uma ligação química à hidroxiapatite rica em cálcio (Latta & Radniecki, 2020; Naga et al., 2015; Peterson et al., 2018; Poitevin et al., 2013; Van Meerbeek et al., 2020; Yao et al., 2020).

A adesão das resinas auto-adesivas é baseada na incorporação de monómeros funcionais ácidos tais como os supramencionados. Monómeros como o GPDM, 4-META, ou o 10-MDP (Delgado & Young, 2021), que idealmente teriam a capacidade de condicionar o esmalte e a dentina, potencialmente solubilizando a *smear layer* e facilitando a criação de zonas de retenção micromecânica e a eventual formação de ligações químicas entre os seus grupos funcionais carboxilo e fosfato e o cálcio da hidroxiapatite (Brueckner et al., 2017; Latta et al., 2020). Vários são os esforços para conduzir esta premissa a uma realidade certa e reproduzível.

1.3.1. RESINAS COMPOSTAS AUTO-ADESIVAS COMERCIAIS

Atualmente são comercializadas resinas compostas auto-adesivas tais como a Vertise™ Flow (Kerr, Orange, CA, EUA) e a Constic (DMG, Hamburg, Alemanha) cujas indicações práticas são convergentes. Devido à sua retenção inferior ao tratamento convencional com adesivos, estas resinas apenas estão indicadas pelas marcas para serem usadas em pequenas classes I retentivas, como selantes de fossas e fissuras, ou como *liners*/bases de grandes restaurações de classes I e II (Brueckner et al., 2017).

A resina auto-adesiva Vertise™ Flow (Kerr, Orange, CA, EUA) combina o GPDM como monómeros funcionais, o que, em teoria, permitiria simplificar largamente os procedimentos restauradores diretos (Van Meerbeek et al., 2020). O monómero GPDM possui um grupo fosfato ácido com capacidade para condicionar a estrutura do dente e ligar-se quimicamente aos íons de cálcio da hidroxiapatite. Este contém, também, dois grupos funcionais de metacrilato para co-polimerização, com outros monómeros de

metacrilato, de modo a fornecer uma densidade de reticulação aumentada e resistência mecânica aprimorada (Fugolin & Pfeifer, 2017; Yuan et al., 2015).

A resina auto-adesiva Constic (DMG, Hamburg, Alemanha) ao conter o monómero funcional 10-MDP e o monómero de reticulação Bis-GMA na sua constituição permite uma adesão química à dentina, mais especificamente ao cálcio da hidroxiapatite no caso do 10-MDP (Delgado & Young, 2021).

2. LIMITAÇÕES DAS RESINAS COMPOSTAS AUTO-ADESIVAS

Apesar da sua evidente necessidade, a incompatibilidade hidrofóbica-hidrofílica entre a resina e o substrato dentário, oferece obstáculos à obtenção de uma resistência adesiva forte e duradoura, tanto ao imediato como a longo prazo (Poitevin et al., 2013). Este é o problema central destes materiais. Vários estudos publicados recentemente demonstraram que os valores de resistência adesiva de resinas *flowable* auto-adesivas, não são tão favoráveis quanto aqueles alcançados com um protocolo restaurador convencional, que integre o uso de adesivos (Fugolin & Pfeifer, 2017; David et al., 2021). Esta evidência tem sido atribuída ao facto da viscosidade ainda elevada não garantir uma molhabilidade adequada da superfície, comprometendo a interação entre os monómeros da resina auto-adesiva e a dentina subjacente, o que resulta na incapacidade de dissolução da *smear layer* e compromisso da formação de ligações químicas (Bertassoni et al., 2012; Fugolin & Pfeifer, 2017; Yuan et al., 2015). Torna-se, deste modo, imperativo que se estudem as suas propriedades de selamento marginal e resistência adesiva bem como a química da interface resina-dentina, e da possível suscetibilidade à degradação (Delgado et al., 2019; Karana et al., 2015; Peterson et al., 2018; Poitevin et al., 2013).

2.1 COMPROMISSO NA ADESÃO À DENTINA

Embora estas estratégias possam dar resposta a uma necessidade clínica, como a redução do número de etapas para a realização de uma restauração direta, diminuindo erros inerentes ao operador, a interação destes materiais com a dentina e consequente resistência adesiva apresenta-se muito limitada com uma elevada suscetibilidade para a degradação (Delgado et al., 2019). A fraca retenção e baixa capacidade de selamento remetem para altas taxas de insucesso e uma longevidade ainda muito questionável destes

materiais (Brueckner et al., 2017; Valizadeh et al., 2020; Van Meerbeek et al., 2020; Yao et al., 2020).

Apesar de estar documentada uma adesão considerada promissora à estrutura dentária mineralizada, em situações clínicas onde o controlo de humidade e isolamento são difíceis, o uso das resinas compostas auto-adesivas é, ainda, contraindicado em situações de humidade excessiva (Latta et al., 2020).

2.2 TÉCNICA DE *CO-CURING* COMO ESTRATÉGIA

Uma grande limitação das resinas compostas que afeta e condiciona o sucesso clínico de uma restauração é a contração de polimerização (Vukelja et al., 2021). Este processo, definido por Loshaek & Fox (1953), é causado, essencialmente, pela conversão de monómeros durante a polimerização, ou seja, pela substituição de forças de *Van der Waals*, mais espaçadas, por ligações covalentes duplas intramoleculares C=C.

Se as forças de contração superarem os valores de resistência adesiva, pode-se incorrer em fenómenos de sensibilidade pós-operatória e microinfiltração, que consequentemente poderá favorecer o aparecimento de lesões de cárie secundária (Abdelaziz & Saleh, 2018; Chapman et al., 2007). Com o objetivo eliminar os erros inerentes a mais um passo, reduzir a contração de polimerização e aumentar o selamento marginal das restaurações em resina composta foram sugeridos numerosos procedimentos e técnicas clínicas, entre os quais a fotopolimerização simultânea do *primer* e da primeira camada da resina composta, ou seja, a técnica de *co-curing* (Abdelaziz & Saleh, 2018; Al-Nabulsi et al., 2019; Viswanathan et al., 2011; Vukelja et al., 2021).

Apesar do menor tempo de trabalho clínico e da união eficiente de adesivos copolimerizados no esmalte, a técnica de *co-curing* registou uma diminuição significativa da resistência adesiva na dentina quando comparado com os valores obtidos na técnica convencional de *pre-curing* (Abdelaziz & Saleh, 2018; Chapman et al., 2007). Outra causa direciona-se para a exposição limitada do adesivo à luz como resultado de uma atenuação e dispersão da energia luminosa através da camada de resina composta, o que pode numa polimerização incompleta do adesivo. Pode ainda ser verificada uma diferença no tempo de contacto entre o monómero ácido ativado e a superfície dentinária

quando comparadas as técnicas de *co-curing* e *pre-curing*. O atraso na polimerização, até que a inserção da resina composta seja realizada, pode levar ao sobre condicionamento da dentina o que conduz a uma desmineralização mais profunda da dentina intertubular e peritubular, dificultando a infiltração adequada dos monómeros de resina (Abdelaziz & Saleh, 2018; Vukelja et al., 2021).

Não obstante, foi obtido um sucesso considerável da técnica de *co-curing* quando usada em simultâneo com uma resina composta *bulk-fill* devido pela sua contração de polimerização inferior, e à capacidade das resinas *bulk-fill* permitirem a transmissão da luz mais profundamente (Abdelaziz & Saleh, 2018).

Os resultados contraditórios apresentados ao longo dos anos, torna importante o seu estudo e amplificação das amostras (Viswanathan et al., 2011; Vukelja et al., 2021). De facto, nem a utilização de um *primer* por si só, nem a sua co-polimerização com um compósito auto-adesivo foram investigadas. Isto proporcionaria uma perceção no sentido de otimizar a utilização destes materiais. Assim, este estudo investiga o benefício de adicionar um passo de aplicação de um *primer*, e a sua co-polimerização, juntamente com dois compósitos auto-adesivos comerciais diferentes.

3. TESTES DE ADESÃO CONTEMPORÂNEOS

Uma restauração ideal deve fornecer resistência adesiva que confere retenção, um bom selamento marginal, e uma técnica relativamente simples de alcançar com demonstrada durabilidade clínica. Melhorias futuras na adesão à estrutura dentária requerem métodos de teste laboratoriais que forneçam dados fidedignos para o desenvolvimento de materiais e/ou avaliação das suas variáveis experimentais (Armstrong et al., 2017).

Um método de teste deve ser relativamente fácil e rápido de executar com baixa sensibilidade, e deve ser reprodutível dentro e entre laboratórios e, em última análise, útil para prever resultados clínicos (Armstrong et al., 2017; Van Meerbeek et al., 2010).

3.1 MÉTODOS DE TESTE

Os testes *in vitro* revelam-se como um dos principais aliados na rápida introdução e rastreio de novos materiais dentários que visam o mercado. A rapidez da colheita de dados de uma variável, a relativa facilidade da metodologia, a possibilidade de medir um parâmetro específico, mantendo as outras variáveis constantes, são as grandes vantagens pelas quais são amplamente utilizados pelos investigadores (Van Meerbeek et al., 2010). Assim, a adesão nos materiais mencionados pode ser testada de diferentes formas. A resistência de adesão pode ser medida através de uma configuração de teste macro ou micro, distinguindo-se pelo tamanho da área de ligação dos substratos e da interface produzida. Os testes de adesão macro contemplam os testes em áreas maiores que 3 mm² e dividem-se segundo a direção da força usada e sua aplicação em: cisalhamento, tração, ou usando um protocolo *push-out* (Sano et al., 2020; Van Meerbeek et al., 2010).

Dos testes micro, o teste de resistência adesiva à microtração (μ TBS) desde o seu desenvolvimento em 1994 por Sano et al., tem sido intensamente utilizado por muitos laboratórios, tornando-o atualmente um dos testes mais padronizados e versáteis. Este, usando áreas de superfícies na ordem do 1 mm² ou inferiores, permite um aproveitamento mais económico da amostra, uma melhor distribuição de tensão na interface verdadeira, evitando falha coesiva no substrato do dente ou da resina composta, e ainda a avaliação regional da resistência em preparos cavitários complexos (por exemplo, dentina periférica *versus* dentina central), o que permite ao operador um grande controlo das variáveis de estudo (Eckert & Platt, 2007; Sano et al., 2020; Van Meerbeek et al., 2010).

3.2 NORMA DE ORIENTAÇÃO DA *ACADEMY OF DENTAL MATERIALS* (ADM)

Atualmente, a norma ISO/TS 11405:2015 não se encontra em vigor, estando sujeita a atualização, pelo que não é atualmente usada ou seguida para testes de adesão à estrutura dentária. Desta forma, utilizando uma configuração de microtração, este teste e as suas recomendações para fins de investigação é regido pela norma de orientação da *Academy of Dental Materials* (ADM) (Armstrong et al., 2017). Esta norma providencia um protocolo e uma guia para a elaboração de testes de microtração, permitindo uma

padronização do método e consequente reprodução com sentido de relevância clínica. Esta será usada na metodologia deste projeto.

4. ENQUADRAMENTO

O desenvolvimento de resinas auto-adesivas levou ao estudo da sua difusão e infiltração no substrato dentinário. No entanto, e embora alguns fabricantes já disponibilizem estes compostos para uso clínico, poucos são os estudos desenvolvidos até à data sobre as estratégias possíveis para melhorar a sua resistência adesiva, especialmente à dentina (Peterson et al., 2018). Posto isto, será importante investigar novos métodos de aplicação e pré-tratamentos capazes de aumentar a adesão e longevidade das resinas auto-adesivas. Nomeadamente, a aplicação de um *primer* poderá aumentar a energia de superfície e recetividade de uma resina hidrofóbica como o caso das resinas auto-adesivas. É imperativo então que se estudem as suas propriedades de selamento marginal e resistência adesiva resultante, na interface estudada (Poitevin et al., 2013), bem como a sua microestrutura. Adicionalmente, é importante comparar estas resinas auto-adesivas com outros materiais que apresentam um desempenho confiável. É necessário reunir conhecimentos sobre as falhas da interface resina-dentina a fim de otimizar e melhorar as próximas formulações.

II. OBJETIVOS DE ESTUDO

Verificar se a preparação do substrato dentinário com um *primer* em modo *co-curing* melhora a resistência adesiva de resinas auto-adesivas, ao imediato, em comparação com o uso exclusivo de condicionamento ácido, sem *primer*, e com um sistema adesivo E&R de três passos. Determinar a exposição de colagénio, por intermédio de uma técnica de coloração microscópica, em função do pré-tratamento de superfície aplicado.

III. HIPÓTESES DE ESTUDO

Hipótese Nula 0.1: A aplicação de um pré-tratamento de superfície, antes da adesão de resinas auto-adesivas comerciais, não tem efeito significativo sobre a resistência adesiva à microtração, na dentina.

Hipótese Alternativa 1.1: A aplicação de um pré-tratamento de superfície, antes da adesão de resinas auto-adesivas comerciais, tem efeito significativo sobre a resistência adesiva à microtração, na dentina.

Hipótese Nula 0.2: A aplicação de um pré-tratamento de superfície, antes da adesão de resinas auto-adesivas comerciais, não influencia a exposição de colagénio verificada na interface compósito-dentina, identificada em microscopia ótica.

Hipótese Alternativa 1.2: A aplicação de um pré-tratamento de superfície, antes da adesão de resinas auto-adesivas comerciais, influencia a exposição de colagénio verificada na interface compósito-dentina, identificada em microscopia ótica.

IV. COMPARATIVE ASSESSMENT OF DIFFERENT PRE-TREATMENT BONDING STRATEGIES TO IMPROVE THE ADHESION OF SELF-ADHESIVE COMPOSITES TO DENTIN

Este capítulo é adaptado de:

Inglês, M., Vasconcelos E Cruz, J., Mano Azul, A., Polido, M., & Delgado, A. H. S. (2022). Comparative Assessment of Different Pre-Treatment Bonding Strategies to Improve the Adhesion of Self-Adhesive Composites to Dentin. *Polymers*, 14(3945). <https://doi.org/10.3390/polym14193945>

Article

Comparative Assessment of Different Pre-Treatment Bonding Strategies to Improve the Adhesion of Self-Adhesive Composites to Dentin

Magali Inglês¹, Joana Vasconcelos e Cruz^{1,2}, Ana Mano Azul^{1,2}, Mário Polido^{1,2} 
and António H. S. Delgado^{1,2,3,*}

¹ Instituto Universitário Egas Moniz (IUEM), Monte de Caparica, 2829-511 Almada, Portugal

² Centro de Investigação Interdisciplinar Egas Moniz (CiiEM), Monte de Caparica, 2829-511 Almada, Portugal

³ Division of Biomaterials & Tissue Engineering, UCL Eastman Dental Institute, University College London, Royal Free Hospital, Rowland Hill Street, Hampstead, London NW3 2PF, UK

* Correspondence: asalesdelgado@egasmoniz.edu.pt



Citation: Inglês, M.; Vasconcelos e Cruz, J.; Mano Azul, A.; Polido, M.; Delgado, A.H.S. Comparative Assessment of Different Pre-Treatment Bonding Strategies to Improve the Adhesion of Self-Adhesive Composites to Dentin. *Polymers* **2022**, *14*, 3945. <https://doi.org/10.3390/polym14193945>

Academic Editors: Simion Bran, Alexandru Mester and Florin Onisor

Received: 7 August 2022

Accepted: 14 September 2022

Published: 21 September 2022

Publisher's Note: MDPI stays neutral with regard to jurisdictional claims in published maps and institutional affiliations.



Copyright: © 2022 by the authors. Licensee MDPI, Basel, Switzerland. This article is an open access article distributed under the terms and conditions of the Creative Commons Attribution (CC BY) license (<https://creativecommons.org/licenses/by/4.0/>).

Abstract: The aim of this study is to compare the adhesive interface formed in dentin, using self-adhesive composites applied with different bonding strategies, by testing the microtensile bond strength (μ TBS) and ultramorphology through the use of light microscopy. Permanent, sound human molars were randomly allocated to six experimental groups. The groups included a negative control group, where only etching was performed via EtchOnly; a positive control group where an adhesive was applied, OptiBondFL (OBFL); and an experimental group where a primer was applied using a co-curing strategy together with a composite (Primer_CoCuring). The samples were sectioned into microspecimens for μ TBS ($n = 8$) and into 1-mm thick slabs for light microscopy using Masson's trichrome staining protocol ($n = 3$). The statistical analysis included a two-way ANOVA for μ TBS data and Tukey's HSD was used as a post-hoc test (significance level of 5%; SPSS v. 26.0). The results of the μ TBS revealed that the self-adhesive composite ($F = 6.0$, $p < 0.018$) and the bonding strategy ($F = 444.1$, $p < 0.001$) significantly affected the bond strength to dentin. However, their interactions were not significant ($F = 1.2$, $p = 0.29$). Etching dentin with no additional treatment revealed the lowest μ TBS (VF_EtchOnly = 2.4 ± 0.8 MPa; CC_EtchOnly = 2.0 ± 0.4 MPa), which was significantly different from using a primer (VF_CoCu = 8.8 ± 0.8 MPa; CC_CoCu = 6.3 ± 1.0 MPa) or using the full adhesive (VF_OptiBondFL = 22.4 ± 0.3 MPa; CC_OptibondFL = 21.2 ± 0.4 MPa). Microscopy images revealed that the experimental Primer_CoCuring was the only group with no collagen fibers exposed to the dentin-composite interface. Overall, the use of a primer, within the limitations of this study, increased the bonding of the self-adhesive composite and provided sufficient infiltration of the collagen based on light-microscopic imaging.

Keywords: biomaterials; dentin bonding; microtensile bond strength; polymerization; self-adhesive composites; light microscopy

1. Introduction

Resin composites are the preferred direct restorative material used in modern dentistry. These materials are esthetic polymer blends strengthened by inorganic glass fillers, resulting in a paste that is typically light-curable, on demand [1]. Composites exhibit fairly good mechanical behavior, with verified similarities to enamel and dentin [2], and excellent optical properties. However, the restorative procedure carried out with these materials still features several shortcomings [3]. Factors such as polymerization shrinkage, a higher susceptibility to biodegradation in the oral environment compared to inorganic materials, and clinicians' fatigue are known problems associated with resin composites [4–6]. Furthermore, composites require a wearying and sensitive step-by-step process in order to achieve

a stable bond to the tooth substrates and their correct application by incremental layering in the cavity.

Upon using a dental adhesive and depending on the adhesive strategy chosen, clinicians generally have to carry out application steps such as acid-etching, rinsing, drying, and the primer/adhesive's application itself, which can come in two separate bottles [7]. All of this requires a skilled operator, a controlled environment to minimize the chances of contamination (i.e., with respect to blood and saliva), and the patient's collaboration for an extended time. Moreover, by increasing the number of steps to comply with, there is a greater chance of introducing errors into each one of these steps, damaging the bonding procedure [8]. For these reasons, simplicity is often attained in adhesive dentistry. This search for easier and quicker material options has led to the development of self-adhesive composites, a relatively recent generation of composites that combines the capacity of a final restorative material with adhesive properties [9,10].

Self-adhesive composites have been developed and promoted as a hybrid all-in-one flowable composite with a chemical adhesion potential [11], and commercial options of these materials are currently available. The key difference of these materials compared to conventional composites is the functional monomer that is added to the composition, and its acidic moiety, which can vary. The main problem is that this class of composites remains unpopular due to its unsubstantiated claim of self-adhesiveness. Consistent *in vitro* and *in vivo* reports and pooled meta-analytical data have clearly shown that these composites do not establish a comparable bond to dental hard tissues, neither in the short- nor long-term, when compared to a conventional treatment with an adhesive and composite [12,13]. These latest composites do not have the ability to form a true hybrid layer in dentin and are therefore lacking in three-dimensional micromechanical interlocking features and collagen envelopment [14]. Self-evidently, their viscosity does not allow them to correctly wet and infiltrate the collagen network. The addition of a functional monomer is simply not enough to secure a durable bonding mechanism. Some authors have pointed out that the use of these materials requires careful individual consideration [15]. Thus, the improvement of current formulas is needed to achieve the next-generation of improved self-adhesive composites.

It is important to understand which surface treatments and modifications can secure the immediate bonding of these materials so as to optimize them; however, this has not been achieved yet. Earlier reports with self-adhesive cements, the precursors of self-adhesive composites, have shown that applying a primer coat before using these materials significantly improves their immediate bond strength to dentin [16,17]. In these cases, the primer achieves what the cement cannot: its solvated mixture expands the collagen network and acts as a carrier for hydrophilic monomers, ultimately increasing the surface free energy of dentin [18]. This, in turn, makes the surface receptive to a viscous resin. The self-adhesive composite would then function as a filled adhesive resin, placed on top of the primer [19].

Additionally, the co-curing technique has been proposed before in flowable composites [20,21]. This would grant the bypass of another step in the bonding procedure. It features the simultaneous curing of the primer and the flowable composite, which would allow the operator to skip a step, saving time and simplifying the procedure. However, it has shown conflicting results over the years [21–23]. In fact, neither the use of a primer by itself nor its co-curing with a self-adhesive composite have been investigated. This would provide an insight into optimizing the use of these materials. Thus, this study investigates the benefit of adding a primer step and its co-curing together with two different commercial self-adhesive composites with respect to the immediate bond strength to dentin and the microstructure of the interface that is formed.

2. Materials and Methods

2.1. Sample Acquisition and Materials

For this laboratory study, approved by the Ethics Committee of Instituto Universitário Egas Moniz (Protocol no. 1063), 66 permanent, sound human molars, which had been recently extracted, were gathered. These were free of carious lesions, restorations, or other structural defects, and were obtained with the patient's consent. After being scaled and cleaned, the teeth were stored in 1% chloramine T (*v/v*) at 4 °C for one week, and then stored in distilled water, replaced every week, until they were used. All the molars were used within 6 months after their extraction.

The materials and their composition used throughout this study and the manufacturers' details are shown in Table 1.

Table 1. List of self-adhesive composites and dental adhesives used and their chemical compositions, according to information retrieved from the manufacturers and safety datasheets.

Material	Type	Manufacturer and Details	Composition
Vertise™ Flow	Self-adhesive composite	Kerr Italia, S.r.l.; Scafati, Italy Shade: A2 Batch number: 8755817	Organic matrix: 5–10% HEMA, N/A% Bis-GMA, 5–10% UDMA, and 1–5% GPDM Filler particles: Ytterbium fluoride and barium aluminosilicate Filler load: 70 vol%
Constic	Self-adhesive composite	DMG Chem. -Pharm. Fabrik GmbH; Hamburg, Germany Shade: A2 Batch number: 256266	Organic matrix: 15–35% Bis-GMA, <45% TEGDMA, and N/A% 10-MDP Filler particles: Barium aluminosilicate Filler load: 66 vol%
OptiBond™ FL Primer	Commercial etch-and-rinse dental adhesive (part I)	Kerr Italia, S.r.l.; Scafati, Italy Batch number: 7887502	10–30% HEMA, 5–10% GPDM, BHT, PAMA, CQ Solvent: Ethanol/Water
OptiBond™ FL Bond	Commercial etch-and-rinse dental adhesive (part II)	Kerr Italia, S. r. l.; Scafati, Italy Batch number: 7517622	Organic matrix: 10–30% HEMA, N/A% Bis-GMA, GDMA Filler particles: Barium aluminosilicate, sodium hexafluorosilicate and fumed silica

10-MDP—10-methacryloyloxydecyl dihydrogen phosphate; BHT—2,6-di-(tert-butyl)-4-methylphenol; Bis-GMA—Bisphenol-A glycidyl dimethacrylate; CQ—1,7,7-trimethylbicyclo-[2,2,1]-hepta-2,3-dione; GPDM—glycerol phosphate dimethacrylate; HEMA—2-hydroxyethyl methacrylate; PAMA—Phthalic acid monomethacrylate; TEGDMA—triethylene glycol dimethacrylate; UDMA—Urethane dimethacrylate.

2.2. Experimental Design

For the bond strength study, 48 teeth were randomly assigned to six different groups ($n = 8$), depending on the composite used and the bonding strategy employed (Figure 1 and Table 2). As for the bonding strategy variable, a group in which only etching was employed as a negative control group, while a group featuring a full conventional etch-and-rinse protocol was used as a positive control for all composites tested (Table 2).

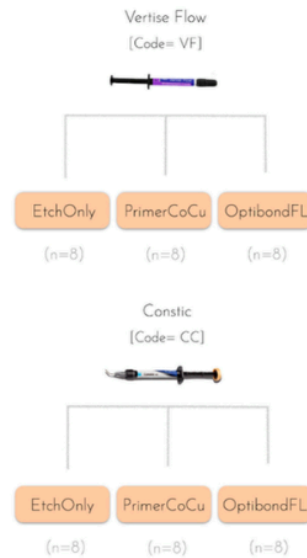


Figure 1. Experimental design followed in this study, with two distinct material groups, Vertise Flow (VF) and Constic (CC), each subdivided into three experimental groups based on the bonding strategy used (Table 2).

Table 2. Step-by-step procedure carried out during sample preparation, considering the three bonding strategies evaluated in this study.

Bonding Strategies		
Etch-Only	Primer Co-Curing	Optibond FL
1. Etching of the tooth surface for 15 s with 37.5% phosphoric acid 2. Rinsing for 15 s with deionized water 3. Drying for 15 s without dehydrating the surface of dentin 4. Placement of the composite directly on the surface, with a thin layer (~1 mm) being applied first (VF and CC groups featured a rubbing motion on the dentinal surface for 15–20 s, according to manufacturer's instructions) 5. Light curing of each increment of 2 mm for 20 s, until a height of 6 mm was achieved	1. Application of the Optibond FL primer (part I) on the surface, gently, for 20 s 2. Without rinsing, gentle drying was carried out using a mild air flow for 5 s 3. Placement of the composite directly on the surface, with a thin layer (~1 mm) being applied first (VF and CC groups featured a rubbing motion on the dentinal surface for 15–20 s, according to manufacturer's instructions) 4. Simultaneously light curing the primer with composite on top for 20 s 5. Light curing each increment of 2 mm for 20 s, until a height of 6 mm was achieved	1. Etching of the tooth surface for 15 s with 37.5% phosphoric acid 2. Rinsing for 15 s with deionized water 3. Drying for 15 s without dehydrating the surface of dentin 4. Application of the primer using a rubbing motion for 15 s 5. Gentle drying for 5 s 6. Application of the adhesive in a uniform, thin layer for 15 s 7. Light curing for 20 s 8. Placement of the composite directly on the surface, with a thin layer being applied first (VF and CC groups featured a rubbing motion on the dentinal surface for 15–20 s, according to manufacturer's instructions) 9. Light curing each increment of 2 mm for 20 s, until a height of 6 mm was achieved

2.3. Sample Preparation and Restorative Procedure

The teeth were firstly sectioned parallel to the occlusal surface, beneath the cusps, using a low-speed diamond saw (Accutom-50, Struers A/S, Ballerup, Denmark), operating at 0.350 mm/s, and with water cooling applied to expose the mid-coronal dentin (Figure 2).

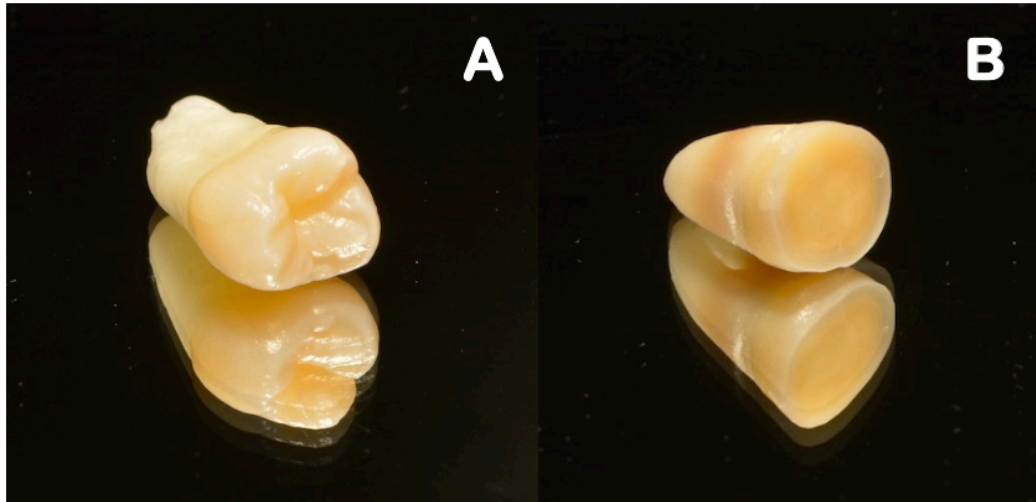


Figure 2. Example of a tooth selected for the study: (A) permanent and non-carious human molar; (B) longitudinally sectioned tooth.

After sectioning, the smear layer was artificially simulated (600-grit SiC paper, Buehler Ltd., Lake Bluff, IL, USA) under running water for 60 s, using an automatic-polishing machine (LabolPol-4, Struers A/S, Ballerup, Denmark). According to the experimental group allocation, the samples were restored as described in Table 2.

Self-adhesive composite build-ups, using each assigned material, were carried out by incrementally adding 2 mm layers. Each layer was light-cured for 20 s, at minimal tip distance (~0 mm) using an LED light-curing unit (DB686, Froshan COXO Medical Instruments, Guangdong, China), operating at a mean irradiance at light exit of 900 mW/cm², and with a wavelength range of 420–480 nm. The irradiance was measured with an analog radiometer (Optilux Radiometer SDS/Kerr, Orange, CA, USA) after every four consecutive uses. Each sample was left with a 6 mm self-adhesive composite build-up that was confirmed with a periodontal probe. The full restorative procedure is shown in Figures 3–5.

2.4. Microtensile Bond Strength of Resin Composite–Dentin Interfaces

After storage for 24 h in deionized water in an incubator (37 °C at 100% humidity), the specimens used to test microtensile bond strength (μTBS) were sectioned longitudinally in the mesiodistal (X) and buccal–lingual (Y) directions, under running water, across the bonded interface, and using a hard tissue microtome (Accutom-50, Struers A/S, Ballerup, Denmark). This process resulted in rectangular composite–dentin-bonded beams—excluding the composite–enamel-bonded sticks—with a cross-sectional area of $1.0 \pm 0.2 \text{ mm}^2$, measured using a digital caliper (Storm digital caliper, CDC/N 0 150 mm, Pontoglio, Italy).

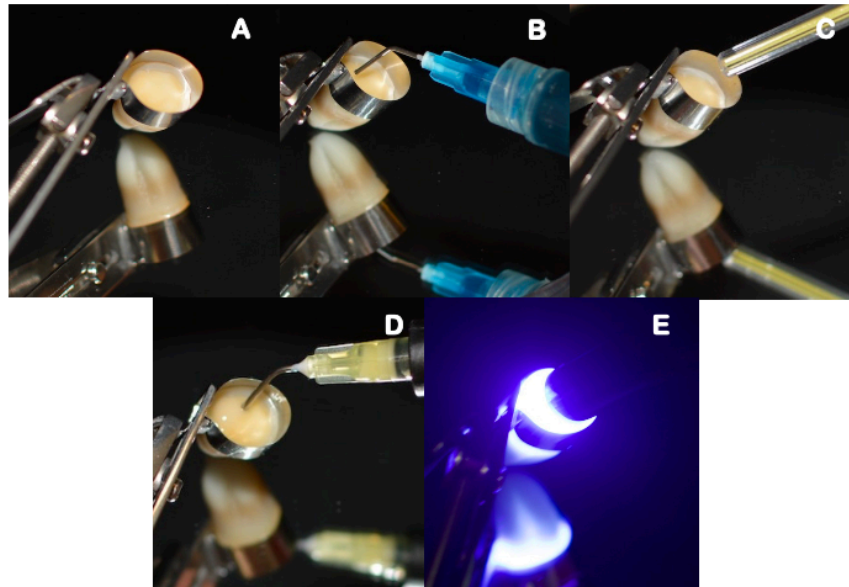


Figure 3. Restorative procedure of the etch-only group, where: (A) is the application of restorative matrix band, (B) etching protocol, (C) rinsing and drying step, (D) application of the flowable self-adhesive composite, and (E) light curing of each increment.

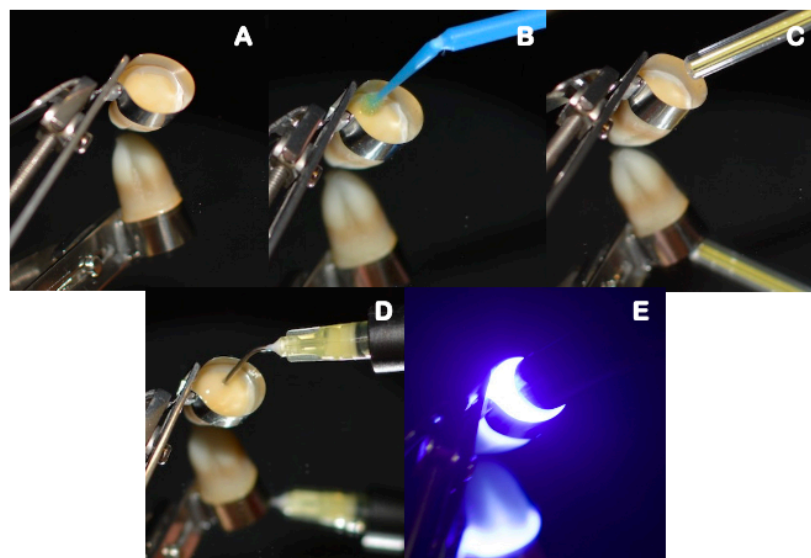


Figure 4. Restorative procedure of the primer co-curing group, where: (A) is the application of the restorative matrix band, (B) application of the primer, (C) drying step, (D) application of the flowable self-adhesive composite, and (E) light curing of each increment.

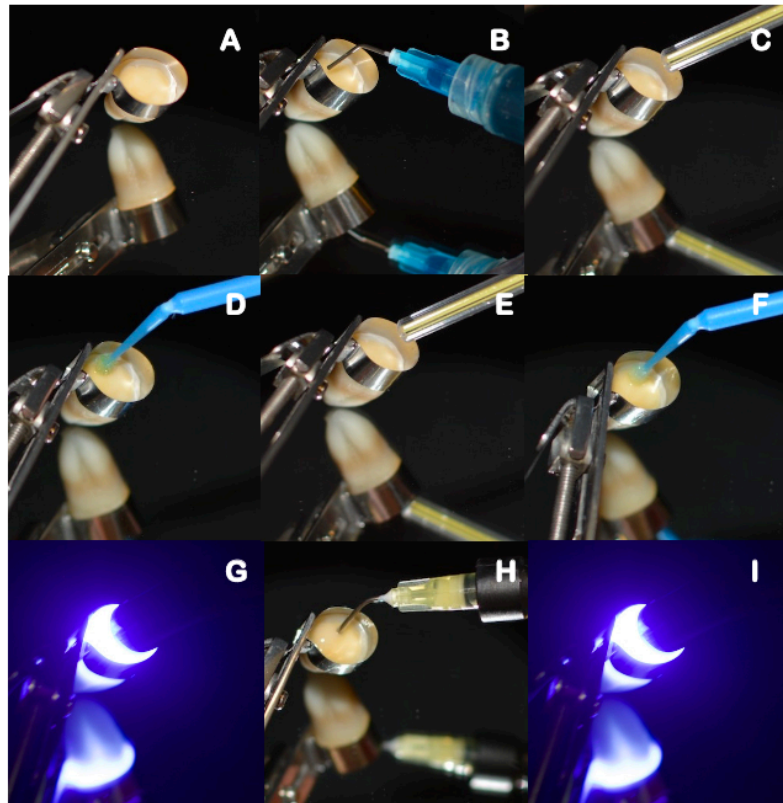


Figure 5. Restorative procedure of the Optibond FL (full etch-and-rinse) group, where: (A) is the application of the restorative matrix band, (B) etching protocol, (C) rinsing and drying step, (D) application of the primer (part I), (E) drying step, (F) application of the bond (part II), (G) light curing of the adhesive, (H) application of the flowable self-adhesive composite, and (I) light curing of each increment.

The microtensile strength test was strictly performed in compliance with ADM guidance recommendations [24]. A universal testing machine (Shimadzu, Autograph AG-IS, Tokyo, Japan) with a load cell of 5 kN was used, operating at a crosshead speed of 0.5 mm/min. The μ TBS (MPa) was calculated by dividing the load at failure by the cross-sectional bonding area (mm^2). The failures were classified either as cohesive (failures that occurred exclusively within dentin or the resin composite), adhesive (failures that occurred exclusively at the composite/dentin interface) or mixed (failures that simultaneously occurred at composite/dentin interface and within dentin/composite). For statistical purposes, and following the ADM guidance, a value was attributed to pre-testing failures (PTF) as a mean between the lowest MPa value recorded for each group and 0 MPa.

2.5. Masson's Trichrome–Light Microscopy

To further characterize the quality of the adhesive interface, 3 additional teeth were prepared for each self-adhesive composite experimental group, using the same procedure as the one described in Section 2.3 and Table 2. After 24 h storage (37°C at 100% humidity), the samples from each group were again sectioned perpendicular to the bonded surface into

1 mm-thick slabs. In total, 9 sections were analyzed for each dentin treatment. Slabs were glued onto methacrylate supports with cyanoacrylate adhesive (Zapit, Dental Ventures of America, Corona, CA, USA) and ground down using a polisher machine (LaboPol-4, Struers A/S, Ballerup, Denmark) with SiC abrasive wet papers of descending grit size (320-, 600-, 1200-, and 4000-grit), until a thickness of 100 μ m was achieved. Differential staining was accomplished with Masson's trichrome, similarly to what was reported in Monticelli et al. (2008) [25]. The protocol used is shown in Table 3. After the coloration, samples were cover-slipped with mounting media and examined by light microscopy (CX41RF, Olympus, Tokyo, Japan) using 100 $\times$ magnification. A photographic record was taken for each sample at low and high magnifications.

Table 3. Step-by-step procedure of Masson's trichrome-staining protocol. Thorough washing was carried out before the protocol, in between dehydration solutions and in subsequent steps also to remove visible surface debris.

Reagents	Protocol
Solute A Weigert's hematoxylin A + B in equal parts	1. Dehydration using ethanol at 70%, 90%, and 100% for 20 min each
	2. Washing with distilled water for 15 s
	3. Solute A application for 30 min
	4. Washing with distilled water for 15 s
Solute B 2cc ponceau of 1% xyridine in 1% acetic acid or 1cc of 1% acid fuchsin in 1% acetic acid	5. Warm water for 3 min
	6. Immersion in solute B for 8 min
	7. Application of acetic acid for 10 s
	8. Washing with distilled water for 15 s
Solute C 1% phosphomolybdic acid	9. Immersion in solute C for 40 min
	10. Application of acetic acid for 10 s
	11. Washing with distilled water for 15 s
	12. Contrasting with solute D for 2 min
Solute D 2% Light Green in 1% acetic acid	13. Application of acetic acid for 30 s
	14. Washing with distilled water for 60 s
	15. Dehydration with 70% Ethanol for 2 min
	16. Dehydration with 90% Ethanol for 2 min
	17. Washing with distilled water for 15 s

2.6. Statistical Analysis

In order to compare the microtensile bond strength means, inferential statistics tests were employed using the software Statistical Package for Social Sciences (SPSS) v. 26.0 for Mac (IBM Corporation, Armonk, NY, USA), at a set significance level of 5%. A two-way ANOVA model was used to factor in the two variables that were under study after performing normality and heteroscedasticity tests. Tukey's HSD was used as a post-hoc test.

3. Results

3.1. Microtensile Bond Strength of Composite–Dentin Interfaces

The bond strength result means and the corresponding standard errors can be seen in the bar chart depicted in Figure 6, while the two-way ANOVA results are shown in Table 4.

The two-way ANOVA results revealed that the self-adhesive composite used ($F = 6.0$, $p < 0.018$) and the bonding strategy employed ($F = 444.1$, $p < 0.001$) significantly affected the bond strength to dentin. However, their interaction was not significant ($F = 1.2$, $p = 0.29$). Etching the dentin only revealed the lowest bond strengths (VF_EtchOnly = 2.4 ± 0.8 MPa; CC_EtchOnly = 2.0 ± 0.4 MPa), which were overall significantly different to using a primer (VF_CoCu = 8.8 ± 0.8 MPa; CC_CoCu = 6.3 ± 1.0 MPa) and using the full adhesive (VF_OptiBondFL = 22.4 ± 0.3 MPa; CC_OptibondFL = 21.2 ± 0.4 MPa). Groups VF_EtchOnly were significantly different to VF_PrimerCoCu (Tukey's HSD, $p < 0.001$), CC_PrimerCoCu (Tukey's HSD, $p = 0.003$),

VF_OBFL (Tukey's HSD, $p < 0.001$), and CC_OBFL (Tukey's HSD, $p < 0.001$). Similarly, CC_EtchOnly was also different to all other groups ($p < 0.001$), aside from VF_EtchOnly ($p = 0.99$). The groups where a primer was applied were not significantly different to each other ($p = 0.13$), nor were the groups in which the full etch-and-rinse protocol was undertaken with different self-adhesive composites, i.e., VF_OBFL vs. CC_OBFL ($p = 0.76$).

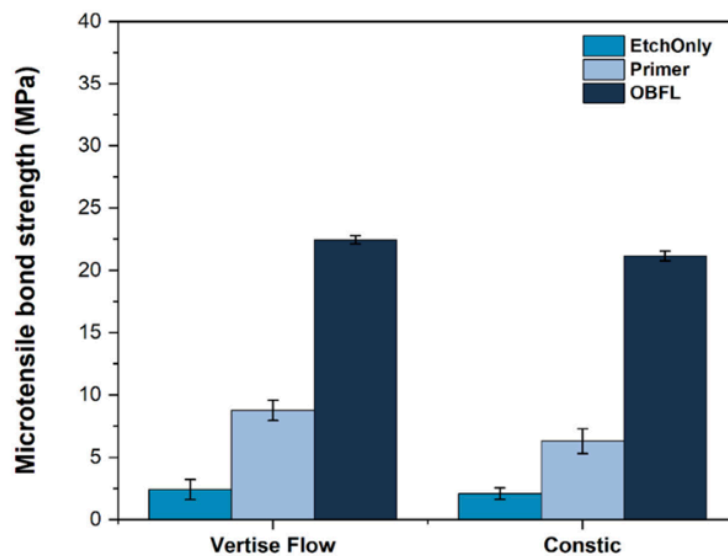


Figure 6. Bar chart comparing different groups in study. Etching dentin, as a stand-alone treatment, revealed the lowest bond strengths, which were significantly different to using a primer by itself and co-curing it together with the self-adhesive composite (Tukey's HSD, $p < 0.05$). However, both of the groups were still significantly inferior to using the full etch-and-rinse protocol. Error bars shown are standard errors of means.

Table 4. ANOVA two-way output table, showing significance for both variables. Df represents degrees of freedom and Z.

	Type III Sum of Squares	df	Mean Square	Z	Sig.
Model	3302.921	5	660.584	179.386	<0.001
Intercept	5315.125	1	5315.125	1443.359	<0.001
Composite	22.277	1	22.277	6.049	0.018
Bonding Strategy	3271.365	2	1635.683	444.181	<0.001
Composite * Bonding Strategy	9.279	2	4.639	1.260	0.294
Pattern	154.664	42	3.682		
Total	8772.710	48			

The two-way ANOVA results revealed that the self-adhesive composite used ($F = 6.0$, $p < 0.018$) and the bonding strategy employed ($F = 444.1$, $p < 0.001$) significantly affected the bond strength to dentin. However, their interaction was not significant ($F = 1.2$, $p = 0.29$). Etching the dentin only revealed the lowest bond strengths (VF_EtchOnly = 2.4 ± 0.8 MPa; CC_EtchOnly = 2.0 ± 0.4 MPa), which were overall signifi-

cantly different to using a primer (VF_CoCu = 8.8 ± 0.8 MPa; CC_CoCu = 6.3 ± 1.0 MPa) and using the full adhesive (VF_OptiBondFL = 22.4 ± 0.3 MPa; CC_OptibondFL = 21.2 ± 0.4 MPa). Groups VF_EtchOnly were significantly different to VF_PrimerCoCu (Tukey's HSD, $p < 0.001$), CC_PrimerCoCu (Tukey's HSD, $p = 0.003$), VF_OBFL (Tukey's HSD, $p < 0.001$), and CC_OBFL (Tukey's HSD, $p < 0.001$). Similarly, CC_EtchOnly was also different to all other groups ($p < 0.001$), aside from VF_EtchOnly ($p = 0.99$). The groups where a primer was applied were not significantly different to each other ($p = 0.13$), nor were the groups in which the full etch-and-rinse protocol was undertaken with different self-adhesive composites, i.e., VF_OBFL vs. CC_OBFL ($p = 0.76$).

3.2. Bond Failure Mode Analysis

The failure mode and corresponding percentage, in relation to the global count of failures seen at the composite–dentin interface (adhesive, cohesive, and mixed), are depicted in Figure 7. In all the groups, the most predominant type of failure was the adhesive, as can be seen in the figure below.

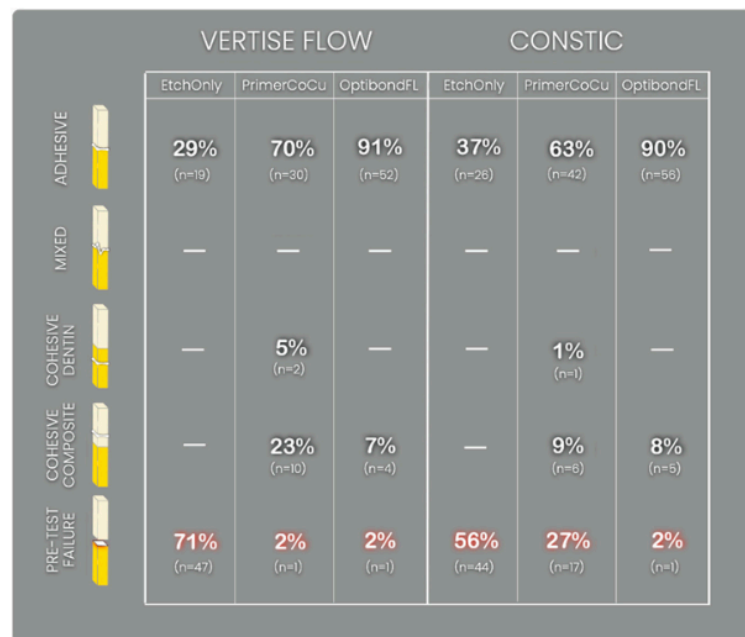


Figure 7. Summary of the fractographic analysis showing the different types of failures seen in each experimental group (presented as %). Pre-test failure indicates beams that fractured before bond strength tests were carried out.

The EtchOnly groups revealed the majority of pre-test failures (>50%), substantiating the low bond strength depicted in Figure 5. The groups where the primer and co-curing strategy were used, or where OptiBond FL was used, revealed far fewer pre-test failures and a higher adhesive failure distribution among the samples.

3.3. Masson's Trichrome–Light Microscopy

Light microscopy images resulting from Masson's trichrome staining, which were divided and then subdivided between the different experimental groups, can be seen below in Figure 8.

When the conventional etch and rinse adhesive was used, a distinct red zone of denuded collagen could be seen at the base of the adhesive interface, although to a lesser degree than what was seen with the groups where only etching was carried out. Within the limitations of the technique, in the primer co-curing group, there was no evidence of incomplete collagen infiltration in the analyzed samples with its subsequent exposure, since the images were (Figure 7) all stained blueish green, without any red lines.

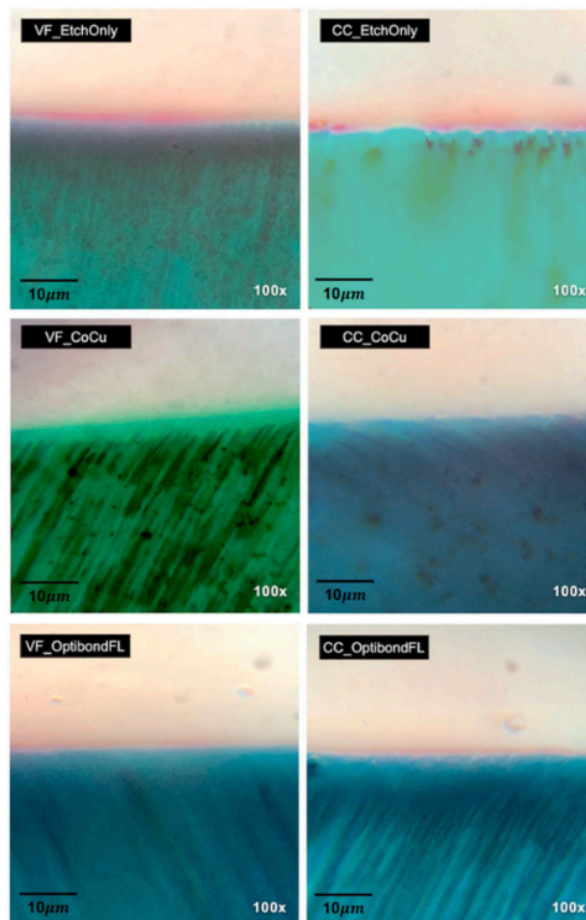


Figure 8. Representative light micrographs of the composite–dentin interfaces, stained with Masson’s trichrome, where: mineralized dentin can be seen in green; the self-adhesive composite or composite/adhesive is shown in light beige, with filler; while the exposed collagen is in red. A greater degree of exposed collagen can be clearly identified in sections belonging to specimens etched with orthophosphoric acid (VF_EtchOnly, CC_EtchOnly). Sections restored with OptiBond FL show less collagen exposure, but which is still visible, while primer and co-curing groups show no visible collagen exposure in the analyzed samples. Original magnification at 100× is shown.

4. Discussion

The natural evolution of resin-based materials—including adhesive systems, proven by many studies and being undertaken in this field, have allowed materials to become

increasingly simplified, while still searching for ways to avoid compromising their effectiveness [20,26]. With the aim of minimizing chair time, technique sensitivity, and complex substrate handling, self-adhesive materials have emerged, and are now considered to be at the forefront of adhesive dentistry [18,27]. The adhesion of self-adhesive composites is specifically described as being based on the incorporation of acidic functional monomers. These may be monomers such as 10-MDP, GPDM, or others, such as 4-methacryloxyethyl trimellitic anhydride (4-META) or 2-methacryloxyethyl phenyl hydrogen phosphate (Phenyl-P), which have the ability to condition enamel and dentin, facilitating the creation of micromechanical retention zones and the eventual formation of chemical bonds between their functional groups and calcium from hydroxyapatite [18,28–30]. Although these strategies may respond to a clinical need, the interaction of these materials with dentin and their consequent bond strength is very limited, with insufficient interfacial interdiffusion [14]. Their poor retention and low sealing ability leads to high failure rates and the longevity of these self-adhesive composites is still very questionable [18,26,28,31].

Adhesion to enamel has proven to be strong and durable, since the simple, yet breakthrough discovery of the micromechanical interlocking in 1955 [18,32,33]. However, adhesion to dentin is much more intricate. In fact, it is only tangible when more complex, time-consuming, and technique-sensitive application procedures are followed [18,34]. Therefore, dentin was the focus of this study.

Currently, there are self-adhesive composites commercially available that reached the market a few years ago, such as VF and CC, which were used in this study. These self-adhesive composites have convergent practical indications. Due to their limited retention, these materials are only employed in the treatment of small, retentive, class I cavities as pit and fissure sealants, or as liners/bases of large class I and II restorations [28]. The hydrophobic–hydrophilic incompatibility between these resin-based materials and the dental substrate are obstacles in obtaining a strong and lasting bond strength, both short- and long-term [9,35]. This is one of the important issues experienced with these materials, although their unsuccess, especially with respect to the clinical failures witnessed, are due to multifactorial issues. This justifies the need to investigate and test new strategies that can improve their clinical behavior. The present study aimed to compare and evaluate the adhesive interface formed by using these two commercial flowable self-adhesive composites when different adhesive strategies are employed.

Considering the results, the groups that reported the lowest microtensile bond strength values (<2.5 MPa), with the highest pre-test failure rates (71% and 51%), were the groups where solely etching was carried out. These poor results are due to the isolated application of orthophosphoric acid, known to affect the integrity of the dental organic matrix, whose structure corresponds to about 90% of type I collagen [36]. When the self-adhesive composite is placed over the conditioned substrate without a primer, due to its hydrophobic properties and overall viscosity, it will not be able to reach the full depth of demineralization, thereby compromising the restorative interface [18,33]. Poor infiltration and limited interaction lead to very low bond strength values, results that have also been corroborated in former studies that evaluated these materials [9,10].

To further simplify the restorative procedure, the co-curing technique was introduced. In this technique, the polymerization of the primer/adhesive and the self-adhesive composite occurs simultaneously [23,37,38]. Notably, these groups exhibited three-fold higher bond strength values than the groups where etching was carried out as a stand-alone treatment. Thus, the primer, due to its chemical composition, i.e., the presence of solvents and hydrophilic functional monomers capable of conditioning the dentin substrate and chemically binding to the calcium ions of hydroxyapatite (such as HEMA and GPDM in VF), provides advantages when the cavity involves dentin [18,29,33]. The light microscopy image results suggest an insufficient infiltration of the acid-etched demineralized dentin. Within the limitations of this investigation, this leads to the belief that the insufficient infiltration may be linked to viscosity and hydrophobicity–hydrophilicity incompatibility of the self-adhesive composite. The micromechanical retention guaranteed by the etching

protocol alone, upon collagen exposure, did not allow for a correct hybrid layer formation, as hinted by Delgado et al. (2019) [31]. However, there are other materials and substrate characteristics that could impact the infiltration into the acid-etched demineralized dentin, and this warrants further research. These include the chemical composition of the composite, specifically, the type of monomers and their filler load and the moisture content of the acid-etched dentin [39,40]. Nevertheless, the primer alone and its co-curing potentially allowed for the formation of a hybrid layer, tripling the bond strength. The OBFL primer, despite being acidic due to the presence of the GPDM and PAMA monomers, is not a true self-etch primer, but rather an etch-and-rinse primer, which justifies the incomplete smear-layer removal and the low results compared to the full adhesive strategy [7,41–43]. In addition, the co-curing technique is not ideal for polymerization. The opacity and viscosity of the resin that comes on top—due to the presence of fillers—limits light penetration, which may not reach the depth of primer infiltration [44,45]. If the monomers are not fully polymerized, the cohesive properties of the adhesive interface are compromised, decreasing the bond strength, and affecting the overall adhesion mechanism [46].

The use of a primer as a pre-treatment strategy can be promising since it inevitably improves the wettability of hydrophobic resins. However, its chemistry must be optimized, and the polymerization technique must be improved to enable its application supported by the co-curing technique. Achieving this in the future may lead to higher bond strength values, while also limiting the hydrolytic degradation bound to occur in resin-based materials [36]. Different types of monomers used in the formulations of the primer, such as HEMA and GPDM, will influence the general properties of the resulting polymer, its bonding potential, and its susceptibility towards degradation. This affects the hybrid layer in dentin formed upon in situ polymerization [46,47]. The OptiBond™ FL primer, with GPDM as its functional monomer, is able to infiltrate the water-rich collagen network. However, due to its hydrophilicity, also marked by HEMA, it is also prone to hydrolytic degradation, and forms semi-permeable membranes that can contribute to hybrid layers' deterioration [48,49].

Although CC contains the functional monomer 10-MDP, as opposed to VF, which contains GPDM, both show similar results, contradicting the results obtained by Poitevin et al. (2013) [9]. Still, and as expected, the groups where the full adhesive system was applied showed the highest bond strength results. This is mainly because OBFL is claimed to be the gold standard of etch-and-rinse dental adhesives, with an outstanding and consistent performance with respect to bond strength and a hybrid layer quality verified regularly through in vitro and in vivo research [42,50,51]. The inter-diffusion zone of OBFL is known to be thick and uniform, as reported previously in the literature and corroborated in this study [52].

In agreement with Yuan et al. (2015), most of the failures are adhesive since this test method allows for the elimination of most of the cohesive failures in both dentin and resin [24,53,54].

To achieve self-adhesion, a relatively viscous resin composite must contain functional monomers capable of producing an effective ionic bond since they cannot penetrate deeply [9,53]. Thus, one of the strategies to improve the adhesion of these resins may involve increasing their interactive area by reducing their viscosity. This may be achieved by limiting the filler load of the mixture [44]. Yet, doing this will likely result in higher polymerization shrinkage, which is undesirable for bonding outcomes due to the generation of interfacial defects [55,56]. Thus, tailoring these material properties requires careful consideration to achieve a correct balance between the different properties if better adhesion is to be achieved.

Masson's trichome staining protocol enabled conclusions to be drawn regarding the identification of the microscopical layer constituents of the resin-dentin interface. This has been similarly accomplished in previous studies [57–60]. Based on the images obtained, it was possible to infer what was suspected in the microtensile bond strength results, discussed above. Indeed, the groups that used a separate etching step on its own revealed

a higher thickness of the red-stained layer, indicating the presence of collagen fibrils that were not impregnated by resin and were thus exposed. This makes them susceptible to hydrolytic and enzymatic degradation, compromising the restorative interface as shown in the microtensile bond strength data over the years [47,61,62]. This layer was evidently thicker in these groups, proving that without a priming step, the self-adhesive composite cannot penetrate effectively and reach the demineralization depth. This may mean that the viscous material is collapsing and plasticizing the collagen further and forming an agglomeration of particles on top of the etch dentin, which makes it in turn even harder to infiltrate and envelop fibrils, justifying the low bond strength results [25,46,63]. In the OBFL group, a red stain is also visible. This is because the primer fails to reach the entire demineralization front, which can range from 8 μm to 10 μm , for 15 s of orthophosphoric acid (37.5%), again leaving some collagen fibrils bare [64].

In the groups where a primer was applied and co-cured, it is possible to observe dentin surfaces stained entirely in light green, which demonstrates, as expected, the absence of exposed collagen. The priming technique facilitates a simultaneous demineralization and penetration of the dentin surface, with a shallower hybrid layer formation [34,65]. By using an acidic primer to demineralize dentin and afterwards applying a self-adhesive flowable composite, we were able to polymerize both *in situ*, potentially guaranteeing an increase in marginal seal and reduction of hydrolysis mechanisms [29,65]. It is important to consider that in the two-bottle system, the adhesive part is supposed to act as a hydrophobic, impervious coating to protect the hybrid layer by preventing hydrolytic degradation [18,47]. In this case, the layer of self-adhesive composite, placed on top of the primer, potentially works even better as a bond-protecting layer and sealant since it is more hydrophobic.

Dentin is made up of a significant organic portion, and water, which is what makes bonding challenging [66]. During the bonding procedure, the same amount of water remaining in demineralized dentin, after etching, should be replaced by an equal amount of resin co-monomers. This is ideal, and this exchange, although not complete, is only possible because of the primer [67]. The primer increases the surface energy and receptivity of dentin to a hydrophobic resin, making hybridization possible [9,68,69]. This hybridization process does not occur with self-adhesive composites. Solvents play a vital role in granting the ability of the monomers to correctly interdiffuse in the water-rich organic content of dentin. They also act as diluents to reduce the overall viscosity of the resin. However, self-evidently, self-adhesive composites do not have solvents, which limits monomer diffusion into demineralized dentin. It is thought that the viscosity of these self-adhesive materials may be responsible for compressing and collapsing the collagen network, making it even more impenetrable. This explains why these flowable self-adhesive composites cannot, in any form, hybridize demineralized dentin on their own [70].

It is important to stress that the results obtained with the microscopical images are not free of limitations. They provide a qualitative assessment, and they should only be considered together with an appropriate quantitative analysis, as in this study, used to complement the bond strength data [25,57,58]. In the method used, interfacial defects, voids, or gaps smaller than 1 μm are undetectable. Thus, other imaging techniques such as TEM and SEM should be used to provide more information, with a higher resolving power; however, a sufficient bond is often needed to withstand sample preparation for these techniques, which is difficult to achieve with self-adhesive composites. For this reason, light microscopy was employed as an easier option.

Although the results show a tendency for improvement, when compared to the negative control where only etching was carried out, the self-adhesive composites still performed better when associated with an etch-and-rinse adhesive. Hence, it is important to investigate and combine the advantages of an acidic primer capable of demineralization and a self-adhesive composite that is fluid enough to enable an interaction between the resin monomers and the dentin substrate. This study is the starting point for further research and improvements of this material class.

5. Conclusions

It was possible to conclude that the commercial self-adhesive composites benefit from application steps to achieve bonding to dentin. The best bond strength results were seen when these materials were used with an etch-and-rinse adhesive. However, placing these composites on a surface treated with a primer, in comparison to an etched surface only, was revealed to be more beneficial. This may suggest that, within limitations, factors such as the viscosity, the hydrophobicity–hydrophilicity mismatch, and the insufficient wettability of the substrate seen with these materials may be crucial problems. In fact, the co-curing strategy used showed less collagen exposure at the resin–dentin interface than other experimental groups. Thus, etching dentin to improve bonding does not seem to be indicated with these materials. It is important to continue to make efforts to improve this class of materials in order to enable quicker, more effective, and less technique-sensitive restorative treatments.

Author Contributions: Conceptualization, A.H.S.D.; methodology, A.H.S.D. and M.I.; formal analysis, A.H.S.D., A.M.A., J.V.e.C. and M.P.; investigation, M.I.; resources, M.P.; data curation, A.H.S.D. and J.V.e.C.; writing—original draft preparation, M.I. and A.H.S.D.; writing—review and editing, M.I., J.V.e.C., A.M.A. and M.P.; supervision, J.V.e.C., A.M.A. and A.H.S.D.; project administration, M.P., A.M.A. and A.H.S.D. All authors have read and agreed to the published version of the manuscript.

Funding: This research received no external funding.

Institutional Review Board Statement: Not applicable.

Informed Consent Statement: Not Applicable.

Data Availability Statement: Data are available upon request from the corresponding author.

Acknowledgments: The authors acknowledge Antônio Alves de Matos and Sandra Ribeiro for their help.

Conflicts of Interest: The authors declare no conflict of interest.

References

1. Moszner, N.; Hirt, T. New Polymer-Chemical Developments in Clinical Dental Polymer Materials: Enamel-Dentin Adhesives and Restorative Composites. *J. Polym. Sci. A Polym. Chem.* **2012**, *50*, 4369–4402. [\[CrossRef\]](#)
2. Magne, P. Composite Resins and Bonded Porcelain: The Postamalgam Era? *J. Calif. Dent. Assoc.* **2006**, *34*, 135–147. [\[CrossRef\]](#) [\[PubMed\]](#)
3. Milosevic, M. Polymerization Mechanics of Dental Composites—Advantages and Disadvantages. *Proc. Procedia Eng.* **2016**, *149*, 13–320. [\[CrossRef\]](#)
4. Drummond, J.L. Degradation, Fatigue and Failure of Resin Dental Composite Materials. *J. Dent. Res.* **2008**, *87*, 710. [\[CrossRef\]](#) [\[PubMed\]](#)
5. al Sunbul, H.; Silikas, N.; Watts, D.C. Polymerization Shrinkage Kinetics and Shrinkage-Stress in Dental Resin-Composites. *Dent. Mater.* **2016**, *32*, 998–1006. [\[CrossRef\]](#) [\[PubMed\]](#)
6. Hashimoto, M.; Nagano, F.; Endo, K.; Ohno, H. A Review: Biodegradation of Resin-Dentin Bonds. *Jpn. Dent. Sci. Rev.* **2011**, *47*, 5–12. [\[CrossRef\]](#)
7. van Landuyt, K.L.; Snauwaert, J.; de Munck, J.; Peumans, M.; Yoshida, Y.; Poitevin, A.; Coutinho, E.; Suzuki, K.; Lambrechts, P.; van Meerbeek, B. Systematic Review of the Chemical Composition of Contemporary Dental Adhesives. *Biomaterials* **2007**, *28*, 3757–3785. [\[CrossRef\]](#)
8. Ozel Bektas, O.; Eren, D.; Akin, E.G.; Akin, H. Evaluation of a Self-Adhering Flowable Composite in Terms of Micro-Shear Bond Strength and Microleakage. *Acta Odontol. Scand.* **2013**, *71*, 541–546. [\[CrossRef\]](#)
9. Poitevin, A.; de Munck, J.; van Ende, A.; Suyama, Y.; Mine, A.; Peumans, M.; van Meerbeek, B. Bonding Effectiveness of Self-Adhesive Composites to Dentin and Enamel. *Dent. Mater.* **2013**, *29*, 221–230. [\[CrossRef\]](#)
10. Peterson, J.; Rizk, M.; Hoch, M.; Wiegand, A. Bonding Performance of Self-Adhesive Flowable Composites to Enamel, Dentin and a Nano-Hybrid Composite. *Odontology* **2018**, *106*, 171–180. [\[CrossRef\]](#)
11. van Meerbeek, B.; Frankenberger, R. On Our Way towards Self-Adhesive Restorative Materials? *J. Adhes. Dent.* **2019**, *21*, 295–296. [\[CrossRef\]](#)
12. Maj, A.; Trzcionka, A.; Twardawa, H.; Tanasiewicz, M. A Comparative Clinical Study of the Self-Adhering Flowable Composite Resin Vertise Flow and the Traditional Flowable Composite Resin Premise Flowable. *Coatings* **2020**, *10*, 800. [\[CrossRef\]](#)
13. David, C.; Cardoso de Cardoso, G.; Isolan, C.P.; Piva, E.; Moraes, R.R.; Cuevas-Suarez, C.E. Bond Strength of Self-Adhesive Flowable Composite Resins to Dental Tissues: A Systematic Review and Meta-Analysis of in Vitro Studies. *J. Prosthet. Dent.* **2021**. [\[CrossRef\]](#)

14. Delgado, A.H.S.; Almuusa, A.; Eshmawi, Y.; Xia, W.; Ashley, P.; Young, A.M. Novel Self-Bonding Composites: Resin-Dentin Interfacial Chemistry. *Ann. Med.* **2019**, *51*, 97. [\[CrossRef\]](#)
15. van Dijken, J.W.V.; Pallesen, U.; Benetti, A. A Randomized Controlled Evaluation of Posterior Resin Restorations of an Altered Resin Modified Glass-Ionomer Cement with Claimed Bioactivity. *Dent. Mater.* **2019**, *35*, 335–343. [\[CrossRef\]](#)
16. Meharry, M.R.; Schwartz, J.; Montalvo, A.; Mueller, D.; Mitchell, J.C. Comparison of 2 Self-Adhesive Resin Cements with or without a Self-Etching Primer. *Gen. Dent.* **2020**, *68*, 22–28.
17. Kim, B.N.; Son, S.A.; Park, J.K. Effect of Exclusive Primer and Adhesive on Microtensile Bond Strength of Self-Adhesive Resin Cement to Dentin. *Materials* **2020**, *13*, 2353. [\[CrossRef\]](#)
18. van Meerbeek, B.; Yoshihara, K.; van Landuyt, K.; Yoshida, Y.; Peumans, M. From Buonocore's Pioneering Acid-Etch Technique to Self-Adhering Restoratives. A Status Perspective of Rapidly Advancing Dental Adhesive Technology. *J. Adhes. Dent.* **2020**, *22*, 7–34. [\[CrossRef\]](#)
19. Frankenberger, R.; Lopes, M.; Perdigão, J.; Ambrose, W.W.; Rosa, B.T. The Use of Flowable Composites as Filled Adhesives. *Dent. Mater.* **2002**, *18*, 227–238. [\[CrossRef\]](#)
20. Al-Nabulsi, M.; Daud, A.; Yiu, C.; Omar, H.; Sauro, S.; Fawzy, A.; Daoood, U. Co-Blend Application Mode of Bulk Fill Composite Resin. *Materials* **2019**, *12*, 2504. [\[CrossRef\]](#)
21. Viswanathan, R.; Shashibhushan, K.K.; Subba Reddy, V.V. Short Communication: Pre- and Co-Curing Effect of Adhesives on Shear Bond Strengths of Composite Resins to Primary Enamel and Dentine: An in Vitro Study. *Eur. Arch. Paediatr. Dent.* **2011**, *12*, 308–311. [\[CrossRef\]](#)
22. Knight, G.M.; McIntyre, J.M. Bond Strengths between Composite Resin and Auto Cure Glass Ionomer Cement Using the Co-Cure Technique. *Aust. Dent. J.* **2006**, *51*, 175–179. [\[CrossRef\]](#)
23. Vukelja, J.; Sever, E.K.; Sever, I.; Krmek, S.J.; Tarle, Z. Effect of Conventional Adhesive Application or Co-Curing Technique on Dentin Bond Strength. *Materials* **2021**, *14*, 7664. [\[CrossRef\]](#)
24. Armstrong, S.; Breschi, L.; Özcan, M.; Pfefferkorn, F.; Ferrari, M.; van Meerbeek, B. Academy of Dental Materials Guidance on in Vitro Testing of Dental Composite Bonding Effectiveness to Dentin/Enamel Using Micro-Tensile Bond Strength (MTBS) Approach. *Dent. Mater.* **2017**, *33*, 133–143. [\[CrossRef\]](#)
25. Monticelli, F.; Osorio, R.; Mazzitelli, C.; Ferrari, M.; Toledano, M. Limited Decalcification/Diffusion of Self-Adhesive Cements into Dentin. *J. Dent. Res.* **2008**, *87*, 974–979. [\[CrossRef\]](#)
26. Yao, C.; Ahmed, M.H.; Okazaki, Y.; van Landuyt, K.L.; Huang, C.; van Meerbeek, B. Bonding Efficacy of a New Self-Adhesive Restorative onto Flat Dentin vs Class-I Cavity-Bottom Dentin. *J. Adhes. Dent.* **2020**, *22*, 65–77. [\[CrossRef\]](#)
27. Latta, M.A.; Radniecki, S.M. Bond Strength of Self-Adhesive Restorative Materials Affected by Smear Layer Thickness but Not Dentin Desiccation. *J. Adhes. Dent.* **2020**, *22*, 79–84. [\[CrossRef\]](#)
28. Brueckner, C.; Schneider, H.; Haak, R. Shear Bond Strength and Tooth-Composite Interaction with Self-Adhering Flowable Composites. *Oper. Dent.* **2017**, *42*, 90–100. [\[CrossRef\]](#)
29. Nikaido, T.; Inoue, G.; Takagaki, T.; Waidyasekera, K.; Iida, Y.; Shinohara, M.S.; Sadr, A.; Tagami, J. New Strategy to Create “Super Dentin” Using Adhesive Technology: Reinforcement of Adhesive-Dentin Interface and Protection of Tooth Structures. *Jpn. Dent. Sci. Rev.* **2011**, *47*, 31–42. [\[CrossRef\]](#)
30. Latta, M.A.; Tsujimoto, A.; Takamizawa, T.; Barkmeier, W.W. Enamel and Dentin Bond Durability of Self-Adhesive Restorative Materials. *J. Adhes. Dent.* **2020**, *22*, 99–105. [\[CrossRef\]](#)
31. Valizadeh, S.; Hashemi, S.F.; Hashemikamangar, S.S.; Kharazifard, M.J. Microleakage of a Self-Adhesive Composite of Class V Cavities: Effect of Surface Treatment and Thermocycling. *J. Contemp. Dent. Pract.* **2020**, *21*, 781–786. [\[CrossRef\]](#) [\[PubMed\]](#)
32. Buonocore, M.G. A Simple Method of Increasing the Adhesion of Acrylic Filling Materials to Enamel Surfaces. *J. Dent. Res.* **1955**, *34*, 849–853. [\[CrossRef\]](#) [\[PubMed\]](#)
33. Perdigão, J.; Araujo, E.; Ramos, R.Q.; Gomes, G.; Pizzolotto, L. Adhesive Dentistry: Current Concepts and Clinical Considerations. *J. Esthet. Restor. Dent.* **2021**, *33*, 51–68. [\[CrossRef\]](#) [\[PubMed\]](#)
34. van Meerbeek, B.; Yoshihara, K.; Yoshida, Y.; Mine, A.; de Munck, J.; van Landuyt, K.L. State of the Art of Self-Etch Adhesives. *Dent. Mater.* **2011**, *27*, 17–28. [\[CrossRef\]](#)
35. Fugolin, A.P.P.; Pfeifer, C.S. New Resins for Dental Composites. *J. Dent. Res.* **2017**, *96*, 1085–1091. [\[CrossRef\]](#)
36. Breschi, L.; Maravic, T.; Cunha, S.R.; Comba, A.; Cadenaro, M.; Tjäderhane, L.; Pashley, D.H.; Tay, F.R.; Mazzoni, A. Dentin Bonding Systems: From Dentin Collagen Structure to Bond Preservation and Clinical Applications. *Dent. Mater.* **2018**, *34*, 78–96. [\[CrossRef\]](#)
37. Chapman, J.L.; Burgess, J.O.; Holst, S.; Sadan, A.; Blatz, M.B. Precuring of Self-Etching Bonding Agents and Its Effect on Bond Strength of Resin Composite to Dentin and Enamel. *Quintessence Int.* **2007**, *38*, 637–641.
38. Abdelaziz, K.M.; Saleh, A.A. Influence of Adhesive-Composite Application Modalities on Their Bonding to Tooth Structure and Resistance of the Performed Restorations to Failure. *J. Dent. Sci.* **2018**, *13*, 378–385. [\[CrossRef\]](#)
39. Armstrong, S.R.; Keller, J.C.; Boyer, D.B. The Influence of Water Storage and C-Factor on the Dentin-Resin Composite Microtensile Bond Strength and Debond Pathway Utilizing a Filled and Unfilled Adhesive Resin. *Dent. Mater.* **2001**, *17*, 268–276. [\[CrossRef\]](#)
40. Kumar, D.; Bolskar, R.D.; Mutreja, I.; Jones, R.S. Methacrylate Polymers With “Flipped External” Ester Groups: A Review. *Front. Dent. Med.* **2022**, *0*, 41. [\[CrossRef\]](#)
41. Hashimoto, M.; Ohno, H.; Kaga, M.; Sano, H.; Tay, F.R.; Oguchi, H.; Araki, Y.; Kubota, M. Over-Etching Effects on Micro-Tensile Bond Strength and Failure Patterns for Two Dentin Bonding Systems. *J. Dent.* **2002**, *30*, 99–105. [\[CrossRef\]](#)

42. Moosavi, H.; Kimyai, S.; Forghani, M.; Khodadadi, R. The Clinical Effectiveness of Various Adhesive Systems: An 18-Month Evaluation. *Oper. Dent.* **2013**, *38*, 134–141. [\[CrossRef\]](#) [\[PubMed\]](#)
43. Peumans, M.; Wouters, L.; de Munck, J.; van Meerbeek, B.; van Landuyt, K. Nine-Year Clinical Performance of a HEMA-Free One-Step Self-Etch Adhesive in Noncarious Cervical Lesions. *J. Adhes. Dent.* **2018**, *20*, 195–203. [\[CrossRef\]](#) [\[PubMed\]](#)
44. St-Pierre, L.; Chen, L.; Qian, F.; Vargas, M.A. Effect of Adhesive Filler Content on Marginal Adaptation of Class II Composite Resin Restorations. *J. Oper. Esthet. Dent.* **2017**, *2*, 1–7. [\[CrossRef\]](#)
45. Wang, J.; Yu, Q.; Yang, Z. Effect of Loading Chemically and Mechanically Pre-Treated Fumed Silica as Filler on an Etch & Rinse Model Dental Adhesive. *J. Adhes. Sci. Technol.* **2018**, *32*, 527–541. [\[CrossRef\]](#)
46. Azad, E.; Atai, M.; Zandi, M.; Shokrollahi, P.; Solhi, L. Structure–Properties Relationships in Dental Adhesives: Effect of Initiator, Matrix Monomer Structure, and Nano-Filler Incorporation. *Dent. Mater.* **2018**, *34*, 1263–1270. [\[CrossRef\]](#)
47. Silva e Sousa Junior, M.H.; Carneiro, K.G.K.; Lobato, M.F.; Silva e Souza, P.d.A.R.; Góes, M.F. Adhesive Systems: Important Aspects Related to Their Composition and Clinical Use. *J. Appl. Oral. Sci.* **2010**, *18*, 207–214. [\[CrossRef\]](#)
48. Tay, F.R.; Pashley, D.H. Have Dentin Adhesives Become Too Hydrophilic? *J. Can. Dent. Assoc.* **2003**, *69*, 729–731b.
49. Eliades, A.; Birpou, E.; Eliades, T.; Eliades, G. Self-Adhesive Restoratives as Pit and Fissure Sealants: A Comparative Laboratory Study. *Dent. Mater.* **2013**, *29*, 752–762. [\[CrossRef\]](#)
50. Peumans, M.; de Munck, J.; van Landuyt, K.L.; Poitevin, A.; Lambrechts, P.; van Meerbeek, B. A 13-Year Clinical Evaluation of Two Three-Step Etch-and-Rinse Adhesives in Non-Carious Class-V Lesions. *Clin. Oral. Investig.* **2012**, *16*, 129–137. [\[CrossRef\]](#)
51. Perdigão, J.; Dutra-Corrêa, M.; Saraceni, C.H.C.; Ciaramicoli, M.T.; Kiyan, V.H.; Queiroz, C.S. Randomized Clinical Trial of Four Adhesion Strategies: 18-Month Results. *Oper. Dent.* **2012**, *37*, 3–11. [\[CrossRef\]](#) [\[PubMed\]](#)
52. Stavridakis, M.; Krejci, I.; Magne, P. Immediate Dentin Sealing of Onlay Preparations: Thickness of Pre-Cured Dentin Bonding Agent and Effect of Surface Cleaning. *Oper. Dent.* **2005**, *30*, 747–757. [\[PubMed\]](#)
53. Yuan, H.; Li, M.; Guo, B.; Gao, Y.; Liu, H.; Li, J. Evaluation of Microtensile Bond Strength and Microleakage of a Self-Adhering Flowable Composite. *J. Adhes. Dent.* **2015**, *17*, 535–543. [\[CrossRef\]](#) [\[PubMed\]](#)
54. Sano, H.; Chowdhury, A.F.M.A.; Saikaew, P.; Matsumoto, M.; Hoshika, S.; Yamauti, M. The Microtensile Bond Strength Test: Its Historical Background and Application to Bond Testing. *Jpn. Dent. Sci. Rev.* **2020**, *56*, 24–31. [\[CrossRef\]](#) [\[PubMed\]](#)
55. Soares, C.J.; Faria-E-Silva, A.L.; Rodrigues, M.d.P.; Fernandes Vilela, A.B.; Pfeifer, C.S.; Tantbirojn, D.; Versluis, A. Polymerization Shrinkage Stress of Composite Resins and Resin Cements—What Do We Need to Know? *Braz. Oral. Res.* **2017**, *31*, 49–63. [\[CrossRef\]](#)
56. Dickens, S.H.; Cho, B.H. Interpretation of Bond Failure through Conversion and Residual Solvent Measurements and Weibull Analyses of Flexural and Microtensile Bond Strengths of Bonding Agents. *Dent. Mater.* **2005**, *21*, 354–364. [\[CrossRef\]](#)
57. Toledano, M.; Aguilera, F.S.; Sauro, S.; Cabello, I.; Osorio, E.; Osorio, R. Load Cycling Enhances Bioactivity at the Resin-Dentin Interface. *Dent. Mater.* **2014**, *30*, e169–e188. [\[CrossRef\]](#)
58. Osorio, R.; Cabello, I.; Medina-Castillo, A.L.; Osorio, E.; Toledano, M. Zinc-Modified Nanopolymers Improve the Quality of Resin–Dentin Bonded Interfaces. *Clin. Oral. Investig.* **2016**, *20*, 2411–2420. [\[CrossRef\]](#)
59. Stape, T.H.S.; Tjäderhane, L.; Marques, M.R.; Aguiar, F.H.B.; Martins, L.R.M. Effect of Dimethyl Sulfoxide Wet-Bonding Technique on Hybrid Layer Quality and Dentin Bond Strength. *Dent. Mater.* **2015**, *31*, 676–683. [\[CrossRef\]](#)
60. Apolonio, F.M.; de Souza, L.C.; E Silva, F.C.F.A.; Yamauti, M.; Breschi, L.; Saboia, V.D.P.A. Evaluation of Resin/Dentin Bonded Interfaces Formed by Different Adhesive Strategies and Exposed to NaOCl Challenge. *Int. J. Adhes. Adhes.* **2015**, *59*, 21–26. [\[CrossRef\]](#)
61. Spencer, P.; Ye, Q.; Park, J.; Topp, E.M.; Misra, A.; Marangos, O.; Wang, Y.; Bohaty, B.S.; Singh, V.; Sene, F.; et al. Adhesive/Dentin Interface: The Weak Link in the Composite Restoration. *Ann. Biomed. Eng.* **2010**, *38*, 1989–2003. [\[CrossRef\]](#) [\[PubMed\]](#)
62. Ye, Q.; Spencer, P.; Yuca, E.; Tamerler, C. Engineered Peptide Repairs Defective Adhesive–Dentin Interface. *Macromol. Mater. Eng.* **2017**, *302*, 1600487. [\[CrossRef\]](#) [\[PubMed\]](#)
63. de Oliveira, N.G.; Lima, A.S.L.C.; da Silveira, M.T.; de Souza Araújo, P.R.; de Melo Monteiro, G.Q.; de Vasconcelos Carvalho, M. Evaluation of Postoperative Sensitivity in Restorations with Self-Adhesive Resin: A Randomized Split-Mouth Design Controlled Study. *Clin. Oral. Investig.* **2020**, *24*, 1829–1835. [\[CrossRef\]](#) [\[PubMed\]](#)
64. Delgado, A.H. *Characterization of Dental Bonding Systems and Commercial versus Novel Self-Adhesive Restoratives*; Eastman Dental Institute: London, UK, 2021.
65. Hanabusa, M.; Mine, A.; Kuboki, T.; Momoi, Y.; van Ende, A.; van Meerbeek, B.; de Munck, J. Bonding Effectiveness of a New “multi-Mode” Adhesive to Enamel and Dentine. *J. Dent.* **2012**, *40*, 475–484. [\[CrossRef\]](#) [\[PubMed\]](#)
66. Bertassoni, L.E.; Orgel, J.P.R.; Antipova, O.; Swain, M.V. The Dentin Organic Matrix—Limitations of Restorative Dentistry Hidden on the Nanometer Scale. *Acta Biomater.* **2012**, *8*, 2419–2433. [\[CrossRef\]](#)
67. Pashley, D.H.; Tay, F.R.; Breschi, L.; Tjäderhane, L.; Carvalho, R.M.; Carrilho, M.; Tezvergil-Mutluay, A. State of the Art Etch-and-Rinse Adhesives. *Dent. Mater.* **2011**, *27*, 1–16. [\[CrossRef\]](#)
68. Fusayama, T.; Nakamura, M.; Kurosaki, N.; Iwaku, M. Non-Pressure Adhesion of a New Adhesive Restorative Resin. *J. Dent. Res.* **1979**, *58*, 1364–1370. [\[CrossRef\]](#)
69. Nakahayashi, N.; Nakamura, M.; Nohoroi, Y. Hybrid Layer as a Dentin-Bonding Mechanism. *J. Esthet. Dent.* **1991**, *3*, 133–138. [\[CrossRef\]](#)
70. HS Delgado, A.; Belmar Da Costa, M.; Polido, M.C.; Mano Azul, A.; Sauro, S. Collagen-Depletion Strategies in Dentin as Alternatives to the Hybrid Layer Concept and Their Effect on Bond Strength: A Systematic Review. *Sci. Rep.* **2022**, *12*, 13028. [\[CrossRef\]](#)

V. CONCLUSÕES

Foi possível concluir que as resinas compostas auto-adesivas comerciais podem beneficiar de etapas de aplicação, como pré-tratamentos, a fim de estabelecer adesão à dentina. Os melhores resultados de resistência adesiva foram observados quando estes materiais foram utilizados com um sistema adesivo *gold standard* E&R de três passos. Contudo, é considerado promissor comprovar que a utilização exclusiva de um *primer*, apresentou um desempenho superior quando comparado com o uso exclusivo de ácido. Isto revela que a microretenção mecânica não é tão crucial quanto a energia de superfície e hidrofilicidade garantida pelo *primer*, na interação com a dentina.

Estes resultados sugerem também que o fraco desempenho habitual destes compósitos se prende com limitações relacionadas com a sua viscosidade e consequente insuficiente molhabilidade e infiltração. De facto, a estratégia de *co-curing* exibiu uma menor exposição de colagénio na interface resina-dentina do que outros grupos experimentais. Assim, o condicionamento ácido da dentina para melhorar a adesão não parece ser indicado nesta classe de materiais. Este estudo abre caminho para investigação futura no que toca à otimização da adesividade das resinas auto-adesivas atuais.

a) Relevância Clínica

Dado que a adesão à dentina permanece um conceito particularmente desafiante, a procura por materiais que permitam diminuir a sensibilidade da técnica e alcançar uma ligação forte, confiável e durável demonstra ser pertinente. Com a redução dos tempos de consulta e com o objetivo principal de obter uma reprodutibilidade de protocolos clínicos surge a necessidade de investigar e melhorar as propriedades das resinas compostas auto-adesivas comercializadas. Este estudo, ao comprovar que a utilização exclusiva de *primer* aumentou em cerca de três vezes a resistência adesiva da interface resina-dentina, quando comparado com o uso exclusivo do condicionamento ácido, promove uma contribuição adicional nos fatores que determinam o desempenho das resinas auto-adesivas atuais. Este estudo serve de ponto de partida para novas investigações, com vista à criação de novas formulações e pré-tratamentos de superfície que colmatem problemas de molhabilidade desta classe de materiais.

VI. PERSPETIVAS FUTURAS

Tendo em conta o trabalho desenvolvido, em investigações futuras será relevante:

- Manter o desenho experimental do presente estudo e explorar outras técnicas de rastreio, como a microscopia confocal e espectroscopia de *Raman*, a fim de caracterizar a penetração monomérica e parâmetros como a taxa de conversão na interface dente-resina
- Formular diferentes resinas auto-adesivas experimentais, variando a sua viscosidade (rácio pó para líquido) e investigar o efeito na resistência adesiva e taxa de penetração, através de microscopia confocal
- Otimização da técnica de *co-curing*, através da investigação de diferentes tempos de polimerização e diferentes sistemas de fotoiniciação em *primers* experimentais, a fim de se perceber qual a melhor estratégia de *co-curing* entre *primer* e resina *flowable*

VII. BIBLIOGRAFIA

- Abdelaziz, K. M., & Saleh, A. A. (2018). Influence of adhesive-composite application modalities on their bonding to tooth structure and resistance of the performed restorations to failure. *Journal of Dental Sciences*, 13(4), 378–385. <https://doi.org/10.1016/j.jds.2018.08.003>
- Al-Nabulsi, M., Daud, A., Yiu, C., Omar, H., Sauro, S., Fawzy, A., & Daoood, U. (2019). Co-blend application mode of bulk fill composite resin. *Materials*, 12(16). <https://doi.org/10.3390/ma12162504>
- Armstrong, S., Breschi, L., Özcan, M., Pfefferkorn, F., Ferrari, M., & Van Meerbeek, B. (2017). Academy of Dental Materials guidance on in vitro testing of dental composite bonding effectiveness to dentin/enamel using micro-tensile bond strength (μ TBS) approach. *Dental Materials*, 33(2), 133–143. <https://doi.org/10.1016/j.dental.2016.11.015>
- Bayne, S. C., Ferracane, J. L., Marshall, G. W., Marshall, S. J., & Van Noort, R. (2019). The Evolution of Dental Materials over the Past Century: Silver and Gold to Tooth Color and Beyond. *Journal of Dental Research*, 98(3), 257–265. <https://doi.org/10.1177/0022034518822808>
- Bertassoni, L. E., Orgel, J. P. R., Antipova, O., & Swain, M. v. (2012). The dentin organic matrix - Limitations of restorative dentistry hidden on the nanometer scale. In *Acta Biomaterialia* (Vol. 8, Issue 7, pp. 2419–2433). Elsevier Ltd. <https://doi.org/10.1016/j.actbio.2012.02.022>
- Breschi, L., Maravic, T., Cunha, S. R., Comba, A., Cadenaro, M., Tjäderhane, L., Pashley, D. H., Tay, F. R., & Mazzoni, A. (2018). Dentin bonding systems: From dentin collagen structure to bond preservation and clinical applications. In *Dental Materials* (Vol. 34, Issue 1, pp. 78–96). Elsevier Inc. <https://doi.org/10.1016/j.dental.2017.11.005>
- Breschi, L., Mazzoni, A., Ruggeri, A., Cadenaro, M., di Lenarda, R., & de Stefano Dorigo, E. (2008). Dental adhesion review: Aging and stability of the bonded interface. In *Dental Materials* (Vol. 24, Issue 1, pp. 90–101). <https://doi.org/10.1016/j.dental.2007.02.009>
- Brueckner, C., Schneider, H., & Haak, R. (2017). Shear bond strength and tooth-composite interaction with self-adhering flowable composites. *Operative Dentistry*, 42(1), 90–100. <https://doi.org/10.2341/15-365-L>

- Buonocore, M. G. (1955). A simple method of increasing the adhesion of acrylic filling materials to enamel surfaces. *Journal of Dental Research*, 34(6), 849–853. <https://doi.org/10.1177/00220345550340060801>
- Cadenaro, M., Antonioli, F., Sauro, S., Tay, F. R., Lenarda, R. di, Prati, C., Biasotto, M., Contardo, L., & Breschi, L. (2005). Degree of conversion and permeability of dental adhesives. In *Eur J Oral Sci* (Vol. 113).
- Cadenaro, M., Breschi, L., Rueggeberg, F. A., Suchko, M., Grodin, E., Agee, K., di Lenarda, R., Tay, F. R., & Pashley, D. H. (2009). Effects of residual ethanol on the rate and degree of conversion of five experimental resins. *Dental Materials*, 25(5), 621–628. <https://doi.org/10.1016/j.dental.2008.11.005>
- Chapman, J. L., Burgess, J. O., Holst, S., Dr, P.-D., Dent, M., Sadan, A., & Blatz, M. B. (2007). Precuring of self-etching bonding agents and its effect on bond strength of resin composite to dentin and enamel. *Quintessence International*, 38.
- da Rosa, W. L. D. O., Piva, E., & da Silva, A. F. (2015). Bond strength of universal adhesives: A systematic review and meta-analysis. In *Journal of Dentistry* (Vol. 43, Issue 7, pp. 765–776). Elsevier Ltd. <https://doi.org/10.1016/j.jdent.2015.04.003>
- David, C., Cardoso de Cardoso, G., Isolan, C. P., Piva, E., Moraes, R. R., & Cuevas-Suarez, C. E. (2021). Bond strength of self-adhesive flowable composite resins to dental tissues: A systematic review and meta-analysis of in vitro studies. *The Journal of prosthetic dentistry*, S0022-3913(21)00102-5. Advance online publication. <https://doi.org/10.1016/j.prosdent.2021.02.020>
- Delgado, A. H. S., Almuusa, A., Eshmawi, Y., Xia, W., Ashley, P., & Young, A. M. (2019). Novel self-bonding composites: resin-dentin interfacial chemistry. *Annals of Medicine*, 51(sup1), 97–97. <https://doi.org/10.1080/07853890.2018.1562698>
- Delgado, A. N. H. S., & Young, A. M. (2021). Methacrylate peak determination and selection recommendations using ATR-FTIR to investigate polymerisation of dental methacrylate mixtures. *PLoS ONE*, 16(6 June). <https://doi.org/10.1371/journal.pone.0252999>
- Delgado, A. H. (2021). *Characterization of dental bonding systems and commercial versus novel self-adhesive restoratives*. Eastman Dental Institute.
- Eckert, G. J., & Platt, J. A. (2007). A statistical evaluation of microtensile bond strength methodology for dental adhesives. *Dental Materials*, 23(3), 385–391. <https://doi.org/10.1016/j.dental.2006.02.007>
- Eick, J. D., Gwinnett, A. J., Pashley, D. H., & Robinson, S. J. (1997). Current concepts on adhesion to dentin. In *Critical Reviews in Oral Biology and Medicine* (Vol. 8, Issue 3,

- pp. 306–335). Intern. and American Associations for Dental Research. <https://doi.org/10.1177/10454411970080030501>
- Frassetto, A., Breschi, L., Turco, G., Marchesi, G., di Lenarda, R., Tay, F. R., Pashley, D. H., & Cadenaro, M. (2016). Mechanisms of degradation of the hybrid layer in adhesive dentistry and therapeutic agents to improve bond durability - A literature review. *Dental Materials*, 32(2), e41–e53. <https://doi.org/10.1016/j.dental.2015.11.007>
- Fugolin, A. P. P., & Pfeifer, C. S. (2017). New Resins for Dental Composites. In *Journal of Dental Research* (Vol. 96, Issue 10, pp. 1085–1091). SAGE Publications Inc. <https://doi.org/10.1177/0022034517720658>
- Hanabusa, M., Mine, A., Kuboki, T., Momoi, Y., Van Ende, A., Van Meerbeek, B., & de Munck, J. (2012). Bonding effectiveness of a new “multi-mode” adhesive to enamel and dentine. *Journal of Dentistry*, 40(6), 475–484. <https://doi.org/10.1016/j.jdent.2012.02.012>
- Inglês, M., Vasconcelos E Cruz, J., Mano Azul, A., Polido, M., & Delgado, A. H. S. (2022). Comparative Assessment of Different Pre-Treatment Bonding Strategies to Improve the Adhesion of Self-Adhesive Composites to Dentin. *Polymers*, 14(3945). <https://doi.org/10.3390/polym14193945>
- Karana, E., Barati, B., Rognoli, V., & Van der Laan, A. Z. (2015). Material Driven Design (MDD): A Method to Design for Material Experiences. *International Journal of Design*, 9(2). www.ijdesign.org
- Latta, M. A., & Radniecki, S. M. (2020). Bond Strength of Self-Adhesive Restorative Materials Affected by Smear Layer Thickness but not Dentin Desiccation. *The Journal of Adhesive Dentistry*, 22(1), 79–84. <https://doi.org/10.3290/j.jad.a43932>
- Latta, M. A., Tsujimoto, A., Takamizawa, T., & Barkmeier, W. W. (2020). Enamel and Dentin Bond Durability of Self-Adhesive Restorative Materials. *J Adhes Dent*, 22(1), 99–105. <https://doi.org/10.3290/j.jad.a43996>
- Loshaek, S. & Fox, T.G. (1953) Cross-linked Polymers. I. Factors Influencing the Efficiency of Cross-linking in Copolymers of Methyl Methacrylate and Glycol Dimethacrylates. *Journal of the American Chemical Society*. 75 (14), 3544– 3550.
- Mosznar, N., & Hirt, T. (2012). New polymer-chemical developments in clinical dental polymer materials: Enamel-dentin adhesives and restorative composites. In *Journal of Polymer Science, Part A: Polymer Chemistry* (Vol. 50, Issue 21, pp. 4369–4402). <https://doi.org/10.1002/pola.26260>

- Naga, A. A. el, Yousef, M., Ramadan, R., Bahgat, S. F., & Alshawwa, L. (2015). Does the use of a novel self-adhesive flowable composite reduce nanoleakage? *Clinical, Cosmetic and Investigational Dentistry*, 7, 55–64. <https://doi.org/10.2147/CCIDE.S80462>
- Nikaido, T., Inoue, G., Takagaki, T., Waidyasekera, K., Iida, Y., Shinohara, M. S., Sadr, A., & Tagami, J. (2011). New strategy to create “Super Dentin” using adhesive technology: Reinforcement of adhesive-dentin interface and protection of tooth structures. In *Japanese Dental Science Review* (Vol. 47, Issue 1, pp. 31–42). <https://doi.org/10.1016/j.jdsr.2010.04.002>
- Pashley, D. H., Tay, F. R., Breschi, L., Tjäderhane, L., Carvalho, R. M., Carrilho, M., & Tezvergil-Mutluay, A. (2011). State of the art etch-and-rinse adhesives. *Dental Materials*, 27(1), 1–16. <https://doi.org/10.1016/j.dental.2010.10.016>
- Perdigão, J., Araujo, E., Ramos, R. Q., Gomes, G., & Pizzolotto, L. (2021). Adhesive dentistry: Current concepts and clinical considerations. In *Journal of Esthetic and Restorative Dentistry* (Vol. 33, Issue 1, pp. 51–68). Blackwell Publishing Ltd. <https://doi.org/10.1111/jerd.12692>
- Perdigão, J., Geraldeli, S., & Hodges, J. S. (2003). Total-etch versus self-etch adhesive: Effect on postoperative sensitivity. *Journal of the American Dental Association*, 134(12), 1621–1629. <https://doi.org/10.14219/jada.archive.2003.0109>
- Perdigão, J., & Loguercio, A. D. (2014). Universal or Multi-mode Adhesives: Why and How? *The Journal of Adhesive Dentistry*, 16(2), 193–194. <https://doi.org/10.1016/j>
- Peterson, J., Rizk, M., Hoch, M., & Wiegand, A. (2018). Bonding performance of self-adhesive flowable composites to enamel, dentin and a nano-hybrid composite. *Odontology*, 106(2), 171–180. <https://doi.org/10.1007/s10266-017-0324-3>
- Peumans, M., Wouters, L., de Munck, J., Meerbeek, B. Van, Kirsten, /, & Landuyt, V. (2018). Nine-year Clinical Performance of a HEMA-free One-step Self-etch Adhesive in Noncarious Cervical Lesions. *J Adhes Dent*, 20(3), 195–203. <https://doi.org/10.3290/j.jad.a40630>
- Poitevin, A., de Munck, J., Van Ende, A., Suyama, Y., Mine, A., Peumans, M., & Van Meerbeek, B. (2013). Bonding effectiveness of self-adhesive composites to dentin and enamel. *Dental Materials*, 29(2), 221–230. <https://doi.org/10.1016/j.dental.2012.10.001>
- Sano, H., Chowdhury, A. F. M. A., Saikaew, P., Matsumoto, M., Hoshika, S., & Yamauti, M. (2020). The microtensile bond strength test: Its historical background and application to bond testing. In *Japanese Dental Science Review* (Vol. 56, Issue 1, pp. 24–31). Elsevier Ltd. <https://doi.org/10.1016/j.jdsr.2019.10.001>

- Schwendicke, F., Göstemeyer, G., Blunck, U., Paris, S., Hsu, L. Y., & Tu, Y. K. (2016). Directly placed restorative materials: Review and network meta-analysis. In *Journal of Dental Research* (Vol. 95, Issue 6, pp. 613–622). SAGE Publications Inc. <https://doi.org/10.1177/0022034516631285>
- Siqueira, F., Andres, /, Cardenas, M., Felipe Gutierrez, M., Malaquias, P., Hass, V., Reis, A., Loguercio, A. D., & Perdigão, J. (2016). Laboratory Performance of Universal Adhesive Systems for Luting CAD/CAM Restorative Materials. *The Journal of Adhesive Dentistry*, 18(4), 331–340. <https://doi.org/10.3290/j.jad.a36519>
- Spencer, P., Ye, Q., Park, J., Topp, E. M., Misra, A., Marangos, O., Wang, Y., Bohaty, B. S., Singh, V., Sene, F., Eslick, J., Camarda, K., & Katz, J. L. (2010). Adhesive/dentin interface: The weak link in the composite restoration. *Annals of Biomedical Engineering*, 38(6), 1989–2003. <https://doi.org/10.1007/s10439-010-9969-6>
- Tay, F. R., & Pashley, D. H. (2003). Have Dentin Adhesives Become Too Hydrophilic? In *Journal of the Canadian Dental Association* (Vol. 69, Issue 11).
- Valizadeh, S., Hashemi, S. F., Hashemikamangar, S. S., & Kharazifard, M. J. (2020). Microleakage of a self-adhesive composite of class V cavities: Effect of surface treatment and thermocycling. *Journal of Contemporary Dental Practice*, 21(7), 781–786. <https://doi.org/10.5005/JP-JOURNALS-10024-2878>
- Van Landuyt, K. L., Snauwaert, J., de Munck, J., Peumans, M., Yoshida, Y., Poitevin, A., Coutinho, E., Suzuki, K., Lambrechts, P., & Van Meerbeek, B. (2007). Systematic review of the chemical composition of contemporary dental adhesives. In *Biomaterials* (Vol. 28, Issue 26, pp. 3757–3785). <https://doi.org/10.1016/j.biomaterials.2007.04.044>
- Van Meerbeek, B., de Munck, J., Yoshida, Y., Inoue, S., & et al. (2003). Buonocore memorial lecture. Adhesion on enamel and dentin: current status and future challenges. *Operative Dentistry*, 28(3), 215–235.
- Van Meerbeek, B., & Frankenberger, R. (2019). On our way towards self-adhesive restorative materials? *The Journal of Adhesive Dentistry*, 21(4), 295–296.
- Van Meerbeek, B., Peumans, M., Poitevin, A., Mine, A., Van Ende, A., Neves, A., & de Munck, J. (2010). Relationship between bond-strength tests and clinical outcomes. In *Dental Materials* (Vol. 26, Issue 2). <https://doi.org/10.1016/j.dental.2009.11.148>
- Van Meerbeek, B., & Yoshihar B A Professor, K. (2014). Clinical Recipe for Durable Dental Bonding: Why and How? *The Journal of Adhesive Dentistry*, 16(1), 94–94.
- Van Meerbeek, B., Yoshihara, K., Van Landuyt, K., Yoshida, Y., & Peumans, M. (2020a). From Buonocore's Pioneering Acid-Etch Technique to Self-Adhering Restoratives. A

- Status Perspective of Rapidly Advancing Dental Adhesive Technology. *The Journal of Adhesive Dentistry*, 22(1), 7–34. <https://doi.org/10.3290/j.jad.a43994>
- Van Meerbeek, B., Yoshihara, K., Van Landuyt, K., Yoshida, Y., & Peumans, M. (2020b). From Buonocore's Pioneering Acid-Etch Technique to Self-Adhering Restoratives. A Status Perspective of Rapidly Advancing Dental Adhesive Technology. *The Journal of Adhesive Dentistry*, 22(1), 7–34. <https://doi.org/10.3290/j.jad.a43994>
- Van Meerbeek, B., Yoshihara, K., Yoshida, Y., Mine, A., de Munck, J., & Van Landuyt, K. L. (2011). State of the art of self-etch adhesives. *Dental Materials*, 27(1), 17–28. <https://doi.org/10.1016/j.dental.2010.10.023>
- Viswanathan, R., Shashibhushan, K. K., & Subba Reddy, V. v. (2011). Pre-and co-curing of adhesives to primary teeth. *European Archives of Paediatric Dentistry*, 12(6), 308–311.
- Vukelja, J., Sever, E. K., Sever, I., Krmek, S. J., & Tarle, Z. (2021). Effect of conventional adhesive application or co-curing technique on dentin bond strength. *Materials*, 14(24). <https://doi.org/10.3390/ma14247664>
- Yao, C., Ahmed, M. H., Okazaki, Y., Van Landuyt, K. L., Huang, C., & Van Meerbeek, B. (2020). Bonding Efficacy of a New Self-Adhesive Restorative onto Flat Dentin vs Class-I Cavity-bottom Dentin. *The Journal of Adhesive Dentistry*, 22(1), 65–77. <https://doi.org/10.3290/j.jad.a43999>
- Yoshida, Y., Van Meerbeek, B., Nakayama, Y., Yoshioka, M., Snauwaert, J., Abe, Y., Lambrechts, P., Vanherle, G., & Okazaki, M. (2001). Adhesion to and decalcification of hydroxyapatite by carboxylic acids. *Journal of Dental Research*, 80(6), 1565–1569. <https://doi.org/10.1177/00220345010800061701B>
- Yoshida, Y., Yoshihara, K., Hayakawa, S., Nagaoka, N., Okihara, T., Matsumoto, T., Minagi, S., Osaka, A., Van Landuyt, K., & Van Meerbeek, B. (2012). HEMA inhibits interfacial nano-layering of the functional monomer MDP. *Journal of Dental Research*, 91(11), 1060–1065. <https://doi.org/10.1177/0022034512460396>
- Yoshihara, K., Nagaoka, N., Yoshida, Y., Van Meerbeek, B., & Hayakawa, S. (2019). Atomic level observation and structural analysis of phosphoric-acid ester interaction at dentin. *Acta Biomaterialia*, 97, 544–556. <https://doi.org/10.1016/j.actbio.2019.08.029>
- Yoshioka, M., Yoshida, Y., Inoue, S., Lambrechts, P., Vanherle, G., Nomura, Y., Okazaki, M., Shintani, H., & Meerbeek, B. Van. (2002). Adhesion/decalcification mechanisms of acid interactions with human hard tissues. *J Biomed Mater Res.*, 59(1), 56–62.

Yuan, H., Li, M., Guo, B., Gao, Y., Liu, H., & Li, J. (2015). Evaluation of Microtensile Bond Strength and Microleakage of a Self-adhering Flowable Composite. *The Journal of Adhesive Dentistry*, 17(6), 535–543. <https://doi.org/10.3290/j.jad.a35253>

Anexo I



Comissão de Ética EGAS MONIZ

Proc. Interno nº 1063

Ex.ma Senhora
Magali Gomes Inglês

Monte de Caparica, 24 de fevereiro de 2022.

Ex.ma Senhora,

Em resposta ao Pedido de Parecer que submeteu à apreciação da Comissão de Ética da Egas Moniz, com o tema denominado **"Benefício da aplicação de um primer e da sua co-polimerização com resinas compostas auto-adesivas aplicadas em dentina"**, foi aprovado por unanimidade.

A Presidente da Comissão de Ética da Egas Moniz


Prof.ª Doutora Maria Fernanda de Mesquita

Anexo II



Autorização para realização de trabalho de projeto final do Mestrado Integrado em Medicina Dentária no laboratório de Biomateriais do Instituto Universitário Egas Moniz

Declara-se que o aluno Magali Gomes Inglês (113106) pode utilizar o Laboratório de Biomateriais do Instituto Universitário Egas Moniz para realização da investigação intitulada "Benefício da aplicação de um primer e da sua co-polimerização com resinas compostas auto-adesivas aplicadas em dentina".

A utilização do laboratório somente poderá ser efetuada dentro do horário a estipular para cada projeto.

Monte da Caparica, 16 de Nov de 2021

O Diretor do Laboratório de Biomateriais
(Prof. Doutor Mário Polido)

Assinado por: MÁRIO HUMBERTO DOS SANTOS
CRUZ POLIDO
Num. de Identificação: 05329287
Data: 2021.11.16 16:12:48+00'00'



Anexo III



EGAS MONIZ

Declaração da Direção Clínica para cedência de dentes do BDH para realização do trabalho de projeto final do Mestrado Integrado de Medicina Dentária

Código | IMP.CDEM.04_01

IDENTIFICAÇÃO DO ESTUDANTE: Magali Gomes Inglês

TÍTULO DO TRABALHO: "Benefício da aplicação de um *primer* e da sua co-polimerização com resinas compostas auto-adesivas aplicadas em dentina"

Excelentíssima Professora Doutora Fernanda de Mesquita – Presidente da Comissão de Ética,

A aluna Magali Gomes Inglês pode utilizar dentes 40 do Banco de Dentes Humanos (BDH) da Clínica Dentária Egas Moniz (CDEM).

Aguardo a aprovação da Comissão Científica e da Comissão de Ética, para cedência dos dentes.

Atenciosamente, com os melhores cumprimentos

Monte da Caparica, 16 de outubro de 2021

Direção Clínica