



INSTITUTO UNIVERSITÁRIO EGAS MONIZ

MESTRADO INTEGRADO EM MEDICINA DENTÁRIA

**ESTUDO DA MICROINFILTRAÇÃO MARGINAL DE SISTEMAS
ADESIVOS UNIVERSAIS EXPERIMENTAIS, COM E SEM BIS-
GMA, NA VERTENTE *SELF-ETCH***

Trabalho submetido por
André Gonçalo Teodoro Matão
para a obtenção do grau de Mestre em Medicina Dentária

novembro de 2021



INSTITUTO UNIVERSITÁRIO EGAS MONIZ

MESTRADO INTEGRADO EM MEDICINA DENTÁRIA

ESTUDO DA MICROINFILTRAÇÃO MARGINAL DE SISTEMAS ADESIVOS UNIVERSAIS EXPERIMENTAIS, COM E SEM BIS- GMA, NA VERTENTE *SELF-ETCH*

Trabalho submetido por
André Gonçalo Teodoro Matão
para a obtenção do grau de **Mestre** em Medicina Dentária

Trabalho orientado por
Prof. Doutor Mário Cruz Polido

novembro de 2021

DEDICATÓRIA

Dedico a realização deste trabalho aos meus pais e aos meus avós.

AGRADECIMENTOS

Ao meu orientador, Prof. Doutor Mário Polido, pela total disponibilidade em acompanhar-me e ajudar-me durante todo este projeto. Pela boa disposição, tranquilidade e paciência com que sempre me recebeu e orientou. Muito obrigado Professor.

À Prof. Doutora Cristina Manso, por ter cedido várias materiais indispensáveis para a parte experimental deste trabalho, assim como por toda a ajuda e disponibilidade durante o mesmo.

Ao Professor Doutor José de Brito, pela ajuda na parte da análise estatística e pela prontidão de resposta a qualquer dúvida.

Ao Miguel Alves, pela ajuda fulcral durante toda a realização deste trabalho.

A todos os Professores e funcionários da Cooperativa Egas Moniz, que ao longo de oito anos me ensinaram, aturaram e me fizeram sentir como se estivesse em casa.

À Madalena Martins, por tudo o que fez por mim durante todo o meu percurso académico.

À minha Amiga Catarina Nunes, que me acompanhou durante esta longa caminhada de oito anos, desde o primeiro dia que entrámos, no longínquo ano de 2013, até ao último dia. Um “Muito Obrigado” será sempre pouco para tudo aquilo que fez por mim.

Aos meus Amigos, Manel e Rodrigo, que conheci nesta casa e aos quais hoje chamo de irmãos. Obrigado por todas as nossas histórias até hoje vividas e que com toda a certeza continuaram.

Ao Conselho de Praxe, por me ter demonstrando o verdadeiro significado de lealdade e irmandade.

À Catarina Ameixa, que apesar de tudo, fez parte desta fase da minha vida e que esteve “Sempre” ao meu lado, acreditando e fazendo-me acreditar que eu seria capaz. Obrigado por tudo.

À minha colega Catarina Henriques, que esteve comigo durante todos este trabalho de investigação. Sem dúvida, que o companheirismo e ajuda que prestámos um ao outro tornou a realização deste trabalho mais fácil.

A todos os meus amigos que estiveram sempre comigo e acreditaram em mim.

À Margarida, Madalena, Sofia, Inês Lima, Carol, Miguel, João e Leonel, que durante todos estes cinco anos me ajudaram e tornaram a realização deste curso menos complicada.

Por último, às pessoas mais importantes da minha vida, os meus pais, que têm feito ao longo da minha vida os possíveis e os impossíveis para me darem tudo.

RESUMO

Objetivo: Avaliar a microinfiltração marginal de dois sistemas adesivos universais experimentais, com e sem Bis-GMA e de dois sistemas adesivos universais comerciais com Bis-GMA, na vertente *Self-etch*.

Material e Métodos: Foram utilizados 36 dentes molares humanos hígidos, preparadas cavidades classe II de *Black* nas faces mesial e distal e de seguida seccionados em duas metades, gerando 72 espécimes que foram distribuídos aleatoriamente em 6 grupos (n=12): Grupo A: *Scotchbond Universal* (3M ESPE, St. Paul, MN, USA); Grupo B: *FuturaBond® M+* (VOCO GmbH, Cuxhaven, Germany); Grupo C: AE1, sistema adesivo universal experimental com Bis-GMA (Egas Moniz, Almada, Portugal); Grupo D: AE1+MDP, sistema adesivo universal experimental com Bis-GMA (Egas Moniz, Almada, Portugal); Grupo E: AE2, sistema adesivo universal experimental com G-IEMA (Egas Moniz, Almada, Portugal); Grupo F: AE2+MDP, sistema adesivo universal experimental sem Bis-GMA (Egas Moniz, Almada, Portugal).

Após distribuição aleatória dos dentes nos grupos, foram aplicados os sistemas adesivos seguindo as instruções do fabricante com a técnica adesiva *Self-etch*. De seguida foram realizadas restaurações com resina composta Maxima[®] Natural Elegance, em incrementos de 2 mm.

Terminado todo o processo de restauração das amostras, as mesmas foram armazenadas numa estufa, em água destilada a 37°C, durante 24 horas e de seguida submetidas a envelhecimento térmico no termociclador.

Após a termociclagem as amostras foram mergulhadas num banho de fucsina básica a 0,5% durante 24 horas, sendo de seguida seccionadas perpendicularmente ao longo eixo do dente e observadas através de uma lupa estereoscópica tendo em conta os critérios ISO/TS 11405:2015.

Resultados: Não existem diferenças estatisticamente significativas na microinfiltração marginal, entre os sistemas adesivos universais experimentais com Bis-GMA e os sistemas adesivos universais comerciais.

Conclusões: Quando aplicados com a técnica *self-etch*, os adesivos experimentais demonstraram valores de microinfiltração semelhantes aos adesivos comerciais estudados.

Palavras-Chave: *Self-etch*; Microinfiltração; Sistemas adesivos universais; G-IEMA.

ABSTRACT

Objective: Evaluate the marginal microleakage of two experimental universal adhesive systems, with and without Bis-GMA, and commercial universal adhesive systems with Bis-GMA, in the Self-etch approach.

Material and Methods: Thirty-six healthy human molar teeth were used, prepared Black Class II cavities on the mesial and distal sides and then sectioned into two halves, generating 72 specimens that were randomly distributed into 6 groups (n=12): Group A: *Scotchbond Universal* (3M ESPE, St. Paul, MN, USA); Group B: *FuturaBond® M+* (VOCO GmbH, Cuxhaven, Germany); Group C: AE1, experimental universal adhesive system with Bis-GMA (Egas Moniz, Almada, Portugal); Group D: AE1+MDP, experimental universal adhesive system with Bis-GMA (Egas Moniz, Almada, Portugal); Group E: AE2, experimental universal adhesive system with G-IEMA (Egas Moniz, Almada, Portugal); Group F: AE2+MDP, experimental universal adhesive system without Bis-GMA (Egas Moniz, Almada, Portugal).

After random distribution of teeth in groups, adhesive systems were applied following the manufacturer's instructions with the Self-etch adhesive technique. Restorations were then made with Maxima® Natural Elegance composite resin, in 2 mm increments.

After the entire process of restoring the samples, they were stored in an oven, in distilled water at 37°C, for 24 hours and then subjected to thermal aging in a thermocycler.

After thermocycling, the samples were immersed in a bath of 0.5% basic fuchsin for 24 hours, being then sectioned perpendicularly along the long axis of the tooth and observed through a stereoscopic magnifying glass, taking into account the ISO/TS 11405:2015 criteria.

Results: There are no statistically significant differences in marginal microleakage between experimental universal adhesive systems with Bis-GMA and commercial universal adhesive systems.

Conclusions: When applied with the self-etch technique, the experimental adhesives demonstrated microleakage values similar to the commercial adhesives studied.

Keywords: Self-etch; Microleakage; universal adhesive system; G-IEMA.

ÍNDICE GERAL

I	INTRODUÇÃO	13
1.1.	Esmalte	14
1.2.	Dentina.....	15
1.3.	Sistemas adesivos dentários.....	16
1.3.1.	Self-Etch	18
1.3.2.	Sistemas adesivos universais	20
1.3.2.1.	Composição	22
1.3.2.2.	10-MDP	24
1.3.2.3.	Bis-GMA	25
1.3.2.4.	G-IEMA.....	26
1.4.	Adesão aos tecidos dentários.....	29
1.4.1.	Adesão ao Esmalte.....	31
1.4.2.	Adesão à Dentina.....	32
1.5.	Microinfiltração marginal.....	33
1.5.1.	Técnicas de avaliação	34
1.5.2.	Técnica de penetração de corantes	35
1.6.	Termociclagem	36
II	OBJETIVOS	39
2.1.	Hipóteses experimentais	39
III	MATERIAIS E MÉTODOS.....	41
IV	RESULTADOS	55
V	DISCUSSÃO	59
VI	CONCLUSÃO.....	67
VII	PERSPETIVAS FUTURAS.....	69
VIII	REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	71

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1: Classificação dos sistemas adesivos	18
Figura 2: Estrutura química do Bis-GMA (retirada e adaptada de Vasconcelos e Cruz 2019 ⁵⁾)	26
Figura 3: Estrutura química do G-IEMA (retirada e adaptada de Vasconcelos e Cruz 2019 ⁵⁾)	28
Figura 4: Máquina de preparo das cavidades	42
Figura 5: 1- Dente em suporte de acrílico (1); 2- Dente em suporte de acrílico (2)	42
Figura 6: Preparação da cavidade.....	43
Figura 7: 1- Cavidade classe II; 2- Cavidade classe II.....	43
Figura 8: Resina Maxima [®] Natural Elegance cor A2/B2 (Henry Schein Services GmbH, Langen, Germany); Composição: Metacrilatos; vidro de bário silanizado; sílica amórfica hidrofobizada; Lote/Validade: K35198;12/2023.....	46
Figura 9: Espátula angulada	47
Figura 10: Protocolo de preparação: 1- Aplicação do adesivo; 2- Secagem com ar; 3- Fotopolimerização do adesivo; 4- Aplicação da resina composta; 5- Fotopolimerização da resina; 6- Cavidades restauradas.....	47
Figura 11: COXO DB 686 (Foshan COXO Medical Instrument Co. Ltd)	47
Figura 12: Demetron 100 (Danbury, CT, USA).....	48
Figura 13: Estufa Memmert INE 400 (Mettler, Germany)	48
Figura 14: Termociclador THE1100/1200 (SD Mechatronik GmbH, Feldkirchen-Westerham, Germany).....	49
Figura 15: Verniz de unhas (KIKO, Bergamo, Italy).....	49
Figura 16: Fucsina básica a 0,5%.....	50
Figura 17: Amostra imersas em Fucsina básica a 0,5%.....	50
Figura 18: 1- Amostras pronta para ser seccionada; 2- Amostra seccionada.....	51
Figura 19: Amostra seccionada com infiltração.....	51
Figura 20: Micrómetro de tecidos duros com refrigeração (Accutom-50, Struers, Denmark).....	52
Figura 21: Lupa esteoroscópica Leica MZ6 (Leica Microsystems GmbH, Wetzlar, Alemanha)	53

Figura 22: 1: Amostra sem em penetração do corante = 0; 2: Amostra com penetração do corante ao nível do esmalte = 1; 3: Amostra com penetração do corante ao nível da dentina, sem atingir a parede pulpar da restauração = 2; 4: Amostra com Penetração do corante ao nível da dentina, atingindo a parede pulpar da restauração = 3.	53
Figura 23: Modelo Fitting Information (Modelo Cauchit).....	56
Figura 24: Psedo R-Square (Modelo Cauchit)	56

ÍNDICE DE TABELAS

Tabela 1: Sistemas Adesivos: Composição, Lote, Validade e pH	44
Tabela 2: Instruções da aplicação dos adesivos usados segundo os fabricantes	45
Tabela 3: Resultados do grau de infiltração dos grupos estudados	55
Tabela 4: Adesivos utilizados.....	57
Tabela 5: Tipos de tratamento	57
Tabela 6: Tabela de resultados estatísticos.....	57

LISTA DE ABREVIATURAS

- AE1** – Adesivo Experimental com Bis-GMA
AE2 – Adesivo Experimental com G-IEMA
BPA – Bisfenol A
Bis-GMA – Bisfenol A-glicidil metacrilato
CQ – Conforoquinona
FUT – *Futurabond*[®] M+
HAp – Hidroxiapatite
IUEM – Instituto Universitário Egas Moniz
G-IEMA – G(2)-Metacrilato de 2-isocianoetilo
HEMA – Hidroxietil metacrilato
μm – Micrómetro
mm – Milímetros
mW/cm² – Mili-watt por centímetro quadrado
nm – Nanómetros
pH – Potencial de hidrogénio
Fenil-P – 2-metacriloxietil fenil hidrogeno fosfato
SBU – *Scotchbond*TM *Universal*
TEGMA – Dimetacrilato de trietilenoglicol
UDMA – Uretano-dimetacrilato
10-MDP – 10-metacrilóiloxidecil dihidrogenofosfato
4-MET – 4-Metacriloxietil trimelítico

I INTRODUÇÃO

Desde a sua introdução em 1955 por Buonocore, que os materiais dentários adesivos têm sofrido constantes desenvolvimentos e evoluções com o objetivo de melhorar a dentisteria restauradora moderna.¹ Apesar de todos os avanços alcançados nos últimos 65 anos, a interface adesiva formada entre o material restaurador e o substrato dentário tem demonstrado ser um dos maiores desafios da dentisteria adesiva.^{1,2}

O principal desafio dos adesivos dentários atuais tem-se centrado na procura de uma adesão eficaz e de igual modo em substratos dentários de natureza diferente.³ A adesão ao esmalte já está comprovada como duradoura e eficaz.³ Contudo, a adesão à dentina é ainda hoje um desafio em consequência da sua natureza orgânica e húmida.^{3,5,6}

A adesão do material restaurador à estrutura dentária ocorre por via dos adesivos dentários que se apresentam como soluções constituídas por monómeros de resina, solventes e iniciadores de polimerização.³

Os sistemas adesivos universais são os mais recentes introduzidos no mercado, oferecendo ao médico dentista a possibilidade de escolher a técnica de utilização que melhor se adequa ao tratamento, seja ela a técnica *etch-and-rinse*, *self-etch* ou *selective enamel etching*.³ Apesar de todos os benefícios trazidos com a simplificação da técnica, limitações como a degradação hidrolítica na interface adesiva continuam a ser observadas.⁷ Como consequência da degradação da interface adesiva, irá ocorrer a infiltração de bactérias e fluídos orais, que comprometerá a longevidade da restauração e consequentemente a formação de cáries secundárias. A este fenómeno dá-se o nome de microinfiltração.⁸

Com o objetivo de combater a microinfiltração, novas estratégias têm sido propostas, nomeadamente a introdução de novos monómeros com vista à melhoria das taxas de conversão, redução da contração de polimerização e o aumento da penetração do adesivo na dentina.^{5,6}

Monómeros funcionais como o 10-MDP, que apresenta uma íntima ligação ao cálcio da hidroxiapatite, já são encontrados na constituição dos adesivos universais com o intuito

de reforçar e melhorar a retenção micromecânica à estrutura dentária a partir de ligações químicas.^{5,6}

Apesar de todas as vantagens apresentadas pelos adesivos universais, são também encontradas algumas limitações na sua utilização. A presença de água é necessária para a interação dos monómeros com o esmalte e a dentina, contudo, os restos residuais da mesma atuam negativamente na degradação hidrolítica da interface adesiva. É também encontrado na sua composição o composto Bis-GMA. Este monómero contém na sua formulação bisfenol A, que tem sido descrito como um agente citotóxico e com atividade estrogénica da qual a sua libertação pode ter um impacto negativo na saúde humana.^{5,6}

Posto isto, tem sido estudada a hipótese de utilização de dendrímeros como o G-IEMA em substituição do Bis-GMA. Segundo os autores, a utilização deste dendrímero em adesivos dentários pode ser promissora, contribuindo para a produção de materiais mais hidrofóbicos e com propriedades físicas e mecânica melhoradas.^{5,6}

1.1. Esmalte

O esmalte é a substância mais dura do corpo humano, servindo como estrutura protetora externa da coroa dentária, formando uma barreira contra vários tipos de forças (químicas, físicas e térmicas) prejudiciais à vitalidade pulpar. Apresenta na sua constituição 96% de matéria inorgânica, 1% de matéria orgânica e 3% de água, formando uma estrutura acelular e avascular.⁹⁻¹²

Todo o processo de formação e mineralização do esmalte é chamado de amelogenese, um processo liderado por células denominadas de ameloblastos. A sua regulação é feita através de vários estágios, nos quais se destacam o estágio de secreção e maturação. No estágio de secreção, o ameloblasto vai sintetizar e secretar uma sequência de proteínas estruturais, dando início à mineralização. Já no estágio de maturação ocorrem dois processos principais: a degradação, a remoção do material orgânico e aumento da mineralização, com a deposição de fosfato de cálcio. O resultado é um tecido extremamente duro e mineralizado, com aproximadamente 98% de matéria mineral.¹⁰

A porção inorgânica do esmalte é majoritariamente material mineral, compreendendo uma estrutura composta fundamentalmente por cristais de hidroxiapatite (HAp), por fosfato de cálcio cristalino e apatite, nas formas hidroxi, carbonatada ou fluoretada, com cerca de 50 nm (nanômetros) de diâmetro. A estrutura básica do esmalte é formada por milhões de cristais de HAp. Estes encontram-se agrupados numa conformação prismática chamada de prismas do esmalte. Cada prisma apresenta cerca de 5 µm de diâmetro e é constituído principalmente por cristais de HAp, no entanto, também apresentam na sua composição matéria mineral como cálcio (37%), fosfato (17%) e vestígios de sódio, magnésio, cloro, carbonato, potássio e fluor, representando menos de 1%.^{9,10,13}

O conteúdo orgânico é composta por proteínas do esmalte: amelogenina, enamulina, tufelina, ameloblastina, bainhalina e amelina. Estas proteínas de natureza não colagénica, juntamente com as metaloproteínases e serinaproteínases vão influenciar o desempenho químico e físico do tecido do esmalte no estágio de maturação, permitindo assim crescimento dos cristais de HAp.^{13,14}

A estrutura de esmalte formada exibe uma aparência prismática característica, composta por primas, cada um formado por um único ameloblasto e que se dispõe desde a junção amelo-dentinária até à superfície do esmalte e rodeado por matéria interprismática.¹⁰

Deste modo, o esmalte apresenta padrões de dureza e resistência à fratura complexos. No entanto, como não apresenta na sua constituição células vivas, terminada a sua formação não têm capacidade de reparação nem regeneração.¹⁰

1.2. Dentina

A dentina compõe a generalidade do tecido dentário. Apresenta uma estrutura tubular intimamente ligada à polpa e protegida externamente pelo esmalte.¹⁵ É um composto biológico que contém na sua composição aproximadamente 50% de matéria inorgânica como a HAp, 30% de matéria orgânica e 20% em volume de água.¹⁶⁻¹⁸

Na sua composição, encontram-se cristais de HAp depositados numa rede de fibras de colagénio (tipo I), assim como inúmeros túbulos dentinários preenchidos por líquido que atravessam a dentina desde a polpa até à junção amelo-dentinária.^{19,20} A dentina também pode diferir em várias áreas do dente, que dependerá da proximidade ao tecido pulpar bem como do estado de desmineralização em que se encontra. Estas diferenças poderão afetar negativamente as suas propriedades mecânicas, assim como o sucesso da adesão à dentina.^{16,18,19}

A dentina é constituída por uma estrutura tubular onde cada túbulo apresenta um formato de cone invertido, sendo a área com maior diâmetro voltada para a polpa. Os túbulos dentinários, que se dispõem do complexo pulpar até à junção amelo-dentinária, são circundados por uma dentina intratubular extremamente mineralizada e limitada por uma dentina intertubular rica em matéria orgânica (fibras de colagénio tipo I).^{15,20}

A sua componente orgânica é compreendida maioritariamente por colagénio tipo I podendo também ser encontrado substratos de colagénio tipo V e III.¹⁸

Durante o desenvolvimento do dente humano podem ser encontrados 3 tipos de dentina. A dentina primária, é a primeira a ser formada e o seu desenvolvimento ocorre à ao contato oclusal com o dente antagonista. Após a formação completa da dentina primária, é iniciada a formação da dentina secundária a um ritmo mais lento, com deposição continua e que diminui ao longo da vida. Por fim, a dentina terciária, também classificada como dentina reativa ou dentina reparadora, é formada em resposta a uma agressão externa como cárie, trauma, ou em consequência do processo de envelhecimento.^{16,22}

1.3. Sistemas adesivos dentários

Uma diversidade de sistemas adesivos tem sido desenvolvida com o intuito de simplificar o seu uso durante a prática clínica, sem em contrapartida prejudicar a sua resistência e propriedades mecânicas.²³

Atualmente os sistemas adesivos dentários são classificados segundo três parâmetros: o tratamento da *smear layer* (camada de fragmentos gerados pela instrumentação mecânica da cavidade dentária constituída por cristais de HAp, colagénio desnaturado e bactérias), estratégia adesiva e a sua geração.^{20,24,25}

Com o crescente desenvolvimento dos sistemas adesivos dentários nas últimas décadas, Van Meerbeek *et al.* em 2003, classificou os adesivos dentários consoante o tipo de condicionamento da superfície dentária (*etch-and-rinse* ou *self-etch*), mas também pelo número de etapas de aplicação (Figura 1).²⁶

Sistemas adesivos nos quais ocorre a remoção total da *smear layer* são classificados de *etch-and-Rinse*. Esta estratégia está preconizada como sendo possível ser aplicada em três ou duas etapas, sendo que a etapa do condicionamento ácido é sempre necessária e precedida por lavagem e secagem, seguida da aplicação do *primer* e do *bond*, sendo estes dois últimos constituintes possíveis de serem aplicados em conjunto ou separado.^{20,24,26}

Por outro lado, sistemas adesivos que incorporem a *smear layer* na interface adesiva e não necessitem de um condicionamento ácido prévio em separado são classificados como *self-etch*. Este tipo de sistema adesivo não requer a etapa de condicionamento ácido em consequência de conterem *primers* acídicos capazes de, ao mesmo tempo, condicionar e impregnar a superfície.^{20,25,26} Existem duas técnicas de aplicação destes sistemas adesivos *self-etch*, podendo estas ser apresentadas em uma ou duas etapas.^{25,26} Quando aplicado em duas etapas, o adesivo é constituído por duas soluções em separado, um *primer* acídico e o adesivo/*bond*. Na aplicação em uma só etapa, também conhecido por *all-in-one*, todos os constituintes encontram-se em uma só solução.^{1,25}

Recentemente, o termo “Sistemas Adesivos Universais” ou Multimodo foi introduzido, oferecendo ao médico dentista sistemas adesivos que podem ser aplicados de acordo com a sua escolha pessoal, seja em modo *etch-and-rinse*, *self-etch* ou com a combinação de um ataque seletivo do esmalte seguido da aplicação de um *self-etch* de um passo, denominado de *selective enamel etching*.^{20,24,25}

Independentemente da existência de uma vasta variedade de sistemas adesivos, a presença específica de monómeros de resina combinados com solventes orgânicos contendo iniciadores e inibidores de polimerização, são componentes comuns a todos.^{3,27}

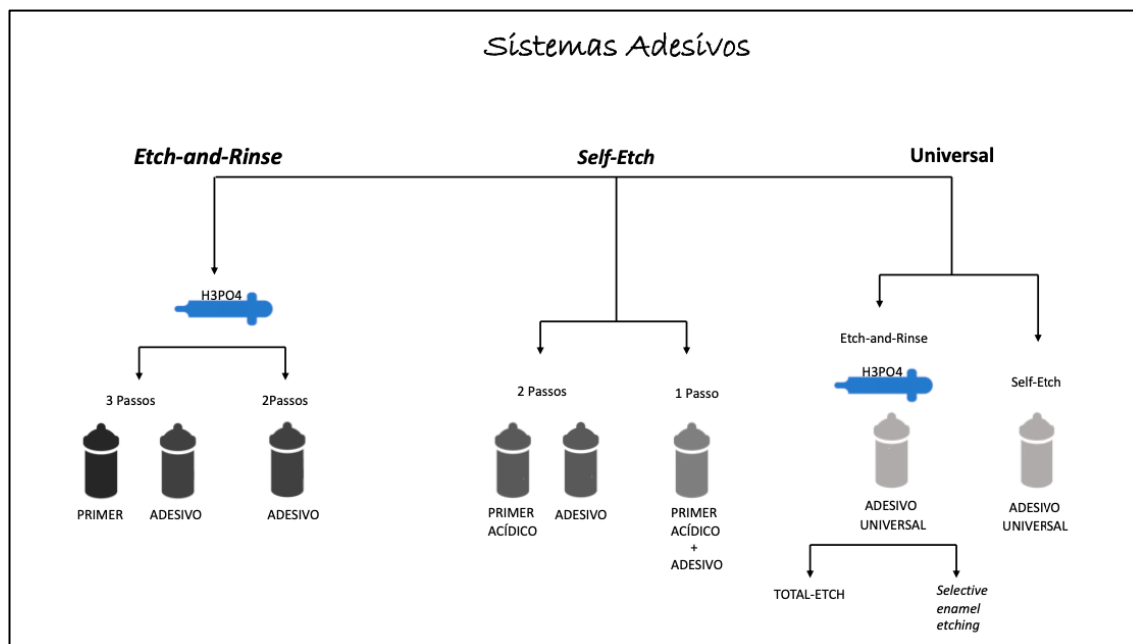


Figura 1: Classificação dos sistemas adesivos

1.3.1. Self-Etch

Os adesivos *self-etch* foram desenvolvidos com o objetivo de superar problemas relativos à sensibilidade da técnica associada ao uso de adesivos *etch-and-rinse*.²⁶ Consequentemente, este tipo de abordagem tem sido considerado mais fácil de aplicar e menos sensível à técnica, oferecendo um desempenho clínico satisfatório e confiável.^{1,19}

Uma das características mais importantes apontada a este tipo de adesivo é a baixa incidência de sensibilidade pós-operatória indicada pelos doentes em comparação com os adesivos *etch-and-rinse*. Em boa parte, isso deve-se ao fato de serem adesivos menos agressivos na dentina quando comparados com os de condicionamento ácido prévio, atuando apenas superficialmente na dentina, deixando os túbulos abertos e obstruídos com *smear layer*.¹ No entanto, outros autores acreditam que a sensibilidade pós-operatória poderá estar relacionada com a experiência do médico dentista.¹⁷

Ao contrário da técnica *etch-and-rinse*, a técnica *self-etch* não necessita de uma etapa de condicionamento ácido prévia à aplicação do adesivo, em virtude de conter na sua composição monómeros que condicionam e preparam o substrato dentário em simultâneo. Este tipo de adesivo apresenta um *primer* ácido que não necessita de ser lavado e consequentemente não remove a *smear layer*, incorporando-a na interface adesiva enquanto dissolve e descalcifica parcialmente a camada superficial da HAp presente na dentina e no esmalte. Consequentemente e após a infiltração dos monómeros funcionais do adesivo, ocorre a formação de uma camada híbrida.^{19,24,25}

Na sua composição, para além de conter um *primer* ácido e o adesivo/*bond*, a presença de um solvente orgânico (água, álcool ou acetona) torna-se indispensável, pois é ele que possibilita a ionização dos monómeros ácidos, essenciais para o condicionamento da superfície.¹ Esta particularidade torna os adesivos *self-etch* menos sensíveis às variações do grau de humidade do substrato dentário.¹⁷

De um modo geral, os adesivos *self-etch* têm a capacidade de desmineralizar e infiltrar a superfície dentária em simultâneo, contudo, o tamanho da profundidade irá depender do pH da solução. Para uma descalcificação correta da superfície, esta irá resultar da acidez do *primer*, podendo deste modo ser os adesivos classificados em: *ultra mild* (pH $\geq 2,5$), com a capacidade de promover alguns nanómetros de desmineralização, *mild* (pH ≈ 2), onde ocorre uma profundidade de desmineralização de 1 μm , *intermediately strong* (pH entre 1 e 2), com uma profundidade entre 1 a 2 μm e *strong* (pH < 1), com uma desmineralização de alguns micrómetros.^{17,24,25,29}

Relativamente aos adesivos *self-etch strong*, apesar de demonstrada uma ligação estável ao esmalte, na dentina e devido ao potencial ácido do adesivo, os resultados demonstraram uma ligação instável.²⁴

Já os *intermediately strong*, são adesivos menos comuns e foram desenvolvidos com o objetivo de tornar a ligação ao esmalte melhor e, ao mesmo tempo, manter o potencial da ligação química à dentina.²⁴

Os adesivos *self-etch* que obtiveram os melhores resultados em estudos realizados foram os adesivos *mild*, que ao combinarem a união micromecânica com a união química,

demonstraram ter a eficiência de adesão à dentina mais satisfatória. No entanto, a eficácia da adesão ao esmalte por parte destes adesivos continua a ser inferior, em especial os *ultra-mild* e *mild*.^{1,30} Fatores como a insuficiente capacidade de desmineralização da superfície por parte dos monómeros acídicos incorporados, a elevada cristalinidade, tamanho e organização dos cristais de HAp do esmalte quando comparado com a dentina são os responsáveis por tornarem a interação com o cálcio mais limitada.²⁴

Uma vez que, por apresentarem um pH mais elevado, o grau de desmineralização do esmalte nos adesivos *self-etch* é menor do que o observado quando utilizado o ácido ortofosfórico. Como consequência, quando aplicada esta técnica, as forças de adesão ao esmalte irão ser menores comparativamente com a técnica *etch-and-rinse*. Contudo, esta limitação pode ser compensada por um pré condicionamento ácido seletivo ao esmalte e, em seguida, da aplicação de um *mild self-etch*.^{17,24,31} Já na dentina, o fato de não existir um passo de lavagem da superfície quando aplicado, faz com que a *smear layer* presente na superfície seja incorporada na interface adesiva.¹⁷

1.3.2. Sistemas adesivos universais

Recentemente, os sistemas adesivos universais, foram introduzidos no mercado como uma fórmula de solução única, constituída por um *primer* autocondicionante e adesivo, que oferece ao médico dentista a possibilidade de escolher a melhor estratégia adesiva a ser aplicada mediante o seu diagnóstico ou a situação clínica. Este adesivo pode ser aplicado seguindo a técnica *etch-and-rinse*, *self-etch* ou *selective enamel etching*.^{25,33,34}

Quando utilizado na técnica *etch-and-rinse* a primeira etapa é o condicionamento ácido em simultâneo no esmalte e na dentina. Após a desmineralização, ocorre a formação de microporosidades, aumentando a energia de superfície do esmalte de modo a facilitar a difusão dos monómeros de resina. Na dentina, a *smear layer* é removida e deixado uma rede de fibras de colagénio expostas. Durante a secagem ao ar, a mesma em excesso pode causar o colapso das fibras de colagénio presentes, que por sua vez, pode levar a uma penetração insuficiente do adesivo, reduzindo as forças de ligação.^{24,34}

Na utilização da técnica *self-etch* a etapa de condicionamento ácido está excluída, sendo os monómeros do grupo funcional (fosfato e carboxilato), os responsáveis por atuar

na desmineralização da superfície dentária. Quando aplicada esta técnica, a *smear layer* é parcialmente desmineralizada, criando uma camada híbrida contendo entre outros, cristais de HAp que irão interagir ionicamente com os monómeros funcionais presentes, potenciando a ligação química com a dentina.^{24,34} No entanto, no esmalte, quando aplicado o adesivo universal na técnica *self-etch*, a ligação criada é inferior, resultado da fraca capacidade de desmineralização dos monómeros funcionais presentes.³⁴

De um modo geral e sabendo que a técnica *self-etch* apresenta um desempenho inferior em comparação com a técnica *etch-and-rinse* no que diz respeito à adesão ao esmalte, é aconselhável quando presente ambos os substratos, o uso da técnica de *selective enamel etching* para a obtenção de resultados mais duradouros.^{24,34}

Além disso, e segundo os fabricantes, estes adesivos foram concebidos para poderem ser usados como *primers* adesivos em metais, zircónia, cerâmicas à base de sílica, restaurações diretas e indiretas, cimentos, compósitos e dessensibilizante de dentina.^{24,35}

A sua composição tem como base a formulação dos sistemas adesivos *self-etch*, apresentando como principal diferença a presença de monómeros funcionais de fosfato e carboxilato específicos, como por exemplo o 10-MDP (10 - Metacrilóxido dihidrogênio fosfato), que têm a capacidade de criar ligações químicas ao cálcio presente na hidroxiapatite.^{6,24,33} Os mesmos devem apresentar características hidrofílicas capazes de permitir uma boa interação com a dentina e ao mesmo tempo características hidrofóbicas, que após a sua polimerização, impeça a infiltração da água ao longo do tempo.³⁴

Porém, para preservar a capacidade de atuar como um *self-etch*, a presença de água na sua constituição é indispensável. Contudo, a elevada percentagem da mesma pode interferir na polimerização do adesivo, ao aumentar a hidrólise e comprometer a interface adesiva.^{35,36} Para contrariar esse processo foram adicionados à sua formulação solventes como o álcool e acetona que auxiliam na evaporação da água durante a etapa de secagem com o ar.³⁶

Embora esta classe de adesivos ofereça simplicidade e multifuncionalidade na sua aplicação, a evidência científica do seu desempenho ainda apresenta algumas lacunas.²⁴ A incorporação do monómero funcional de baixo peso molecular e boa capacidade de

difusão como o HEMA (hidroxietil metacrilato), que age como um co-solvente para com outros monómeros que apresentem menor solubilidade à água e que ajuda a prevenir a desintegração dos elementos adesivos hidrofílicos e hidrofóbicos é fundamental.^{24,37} Contudo, a sua alta afinidade com a água promove a absorção da mesma que se encontra presente na dentina subjacente.^{24,37} A ineficácia da polimerização deste monómero também se torna um problema, promovendo a degradação hidrolítica da interface adesiva.^{24,37}

A presença de uma camada fina adesiva ($< 10 \mu\text{m}$), concede ao oxigénio a capacidade de inibir a sua polimerização e diminuir a absorção das forças de contração de polimerização, interferindo na estabilidade da interface adesiva.²⁴

A introdução de silano em muitos dos sistemas adesivos universais a fim de evitar a utilização de um primer de cerâmica (silano) em separado, é também uma das razões para o comprometimento do potencial de ligação. Esses adesivos universais não podem conter um pH elevado ($> 2,5$), a fim de garantir a estabilidade do silano na solução. Um pH mais alto iria diminuir a capacidade de desmineralização, e por sua vez, a eficácia de ligação.^{24,38}

O desempenho a nível da adesão a longo prazo e em particular à dentina, ainda não está suficientemente comprovado.²⁴ Um exemplo disso, é a ligação iónica entre o 10-MDP e a hidroxiapatite, que embora esteja comprovada a sua efetividade, a sensibilidade deste monómero funcional à degradação hidrolítica é uma lacuna que deve ser combatida com a pesquisa de novos monómeros funcionais capazes de ultrapassá-la.²⁴

1.3.2.1. Composição

A maioria dos sistemas adesivos universais contém na sua composição monómeros funcionais de carboxilato e/ou fosfato específicos que oferecem uma interação química específica capaz de alcançar uma adesão química estável e duradoura sem necessidade de uma pré-condicionamento para obtenção de uma ligação micromecânica.^{3,39}

Essa interação ocorre graças a estes monómeros funcionais serem moléculas acídicas com a capacidade de exercer diversas funções como, condicionar a superfície dentária ao dissolver parcialmente a *smear layer* e desmineralizar a hidroxiapatite, aumentar a capacidade de penetração do monómero e conferir aos adesivos potencial para interagir quimicamente com os substratos dentários.³⁹

Em geral, os monómeros presentes nos adesivos apresentam na sua estrutura, um grupo funcional e um grupo polimerizável, encontrando-se separados por um grupo espaçador.^{3,40,41}

O grupo polimerizável irá co-polimerizar com outros monómeros e construir uma união entre a matriz do adesivo e o material restaurador utilizado.^{40,41} Tem como os mais representativos os grupos acrilatos e metacrilatos.²⁷

O grupo espaçador, estruturalmente, quanto maior for, melhor capacidade terá de separar o grupo funcional do grupo polimerizável e ao mesmo tempo de promover características hidrofóbicas ao monómero funcional.^{41,42} Também o seu *design* irá exercer uma influência específica nas propriedades do monómero, nomeadamente na sua solubilidade, viscosidade, volatilidade, molhabilidade e penetração.⁴²

O grupo funcional geralmente apresenta propriedades hidrofílicas, característica responsável por promover o aumento da força de união dos adesivos à dentina. Este grupo atua com o propósito de aumentar a molhabilidade e desmineralizar a dentina, da mesma forma que detém ação antibacteriana e liberta flúor. Os grupos funcionais mais vulgarmente utilizados são os grupos fosfato, ácido carboxílico e álcool.²⁷ De acordo com o conceito Adesão-Descalcificação, o grupo funcional vai interagir ionicamente com o cálcio presente na HAp, e dependendo da estabilidade da ligação iónica criada, esta irá decompor e desmineralizar a superfície do dente ou permanecer com uma ligação química estável ao cálcio.^{39,40,43,44}

As propriedades químicas destes monómeros são as principais responsáveis pela elevada resistência de união à dentina, sendo a interação com o colagénio a característica mais relevante. No entanto, se ocorrer a destruição das fibras de colagénio presentes na camada híbrida, esta irá comprometer a longo prazo a estabilidade da adesão à dentina.³⁹

1.3.2.2. 10-MDP

Apesar de apresentar semelhanças na sua composição comparativamente aos sistemas adesivos *self-etch*, os sistemas adesivos universais contêm monómeros específicos. O mais representativo é o 10-MDP (10 - Metacriloiloxidecil dihidrogeno fosfato), um monómero anfipático que apresenta em uma das extremidades um grupo metacrilato hidrofóbico capaz de criar ligações com outros materiais restauradores à base de metacrilato, e um grupo funcional fosfato polar, que por ser hidrofílico interage quimicamente com a hidroxiapatite, assim como metais e zircónia.³⁵

A interação com o substrato ocorre segundo o conceito “Adesão-Descalcificação”, anteriormente descrito. Após a formação de ligações iónicas com a dentina e a criação de sais de cálcio-MDP hidroliticamente estáveis, ocorre a sua aglomeração sobre a forma de cristais na superfície da HAp, dando origem à formação de uma camada apelidada de “*nanolayering*”.^{3,40} A formação desta “*nanolayering*” dá-se com o 10-MDP organizado em nano-camadas de 4 nm de espessura e incorporado na camada híbrida adesiva. Cada nano-camada agrega duas filas de moléculas de 10-MDP paralelas e orientadas em direções opostas. Os grupos metacrilatos encontram-se no centro, direcionados um para o outro, para permitir a copolimerização entre dois monómeros opostos e os grupos funcionais orientados em sentidos opostos, captando o cálcio presente da dentina condicionada. Entre as camadas, encontram-se depositados sais de cálcio que permitem a estabilidade da união entre camadas.^{40,41,45,46} A longa cadeia de carbonilo presente na sua estrutura torna este monómero altamente hidrofóbico, mantendo a água afastada e tornando-o estável à hidrólise. Como resultado, torna-se necessário a presença na sua composição solventes como o álcool e a acetona.^{3,27,35}

O 10-MDP foi criado e patenteado pela Kuraray³⁵, e quando comparado com outros monómeros como o 4-MET (4-Metacriloxietil trimelítico) e o Fenil-P (2-metacriloxietil fenil hidrogeno fosfato), demonstrou ser o monómero mais favorável e com melhores resultados na interação química com a hidroxiapatite.^{27,45}

1.3.2.3. Bis-GMA

O bisfenol A-glicidil metacrilato, mais conhecido por Bis-GMA, foi introduzido por Bowen (1963) e tem sido um dos monómeros mais utilizados nos adesivos e resinas compostas (Figura 2).^{5,47}

Por apresentar dois grupos polimerizáveis, permite a formação de polímeros de ligações cruzadas o que lhe concede o aumento da resistência mecânica.²⁷

A escolha deste monómero para a constituição de vários adesivos dentários e resinas compostas, tem sido constante devido à sua competência em difundir-se nos tecidos, à redução de contração de polimerização, a capacidade de formar ligações cruzadas durante a polimerização, assim como pelas suas boas características físicas e mecânicas.^{5,48} Além disso, e devido à sua alta viscosidade, outros monómeros, como é o caso do TEGDMA (dimetacrilato de trietilenoglicol) e o HEMA (hidroxietilmetacrilato), foram incorporados para diluir e tornar o adesivo mais fluído, facilitando a sua utilização.^{6,48}

Contudo, a sua aplicação foi questionada após um estudo realizado em 1996, quando num ensaio de cultura de células se verificou atividade estrogénica do bisfenol-A (BPA) em materiais dentários à base de Bis-GMA.⁴⁹

A presença do BPA tem vindo a ser posta em causa devido ao impacto negativo que poderá ter na saúde dos seres humanos, sendo caracterizado como um agente citotóxico e responsável por uma atividade estrogénica, provocando a desregulação do sistema endócrino.^{6,50} A sua libertação resulta da quantidade de impurezas causada pela incompleta polimerização assim como da posterior degradação da resina.⁵¹

A sua metabolização ocorre no fígado e os seus efeitos podem afetar de forma negativa a reprodução, o desenvolvimento e alterar a resposta imunológica. Além disso, a exposição a materiais dentários à base de Bis-GMA foi associada a alterações psicossociais (ansiedade, depressão e hiperatividade) em crianças.^{51,52}

Apesar de alguns autores defenderem que o uso de materiais restauradores contendo Bis-GMA podem potenciar a exposição ao BPA, outros autores defendem o contrário,

alegando que o Bis-GMA devido à sua estrutura química não tem a capacidade de potenciar a sua hidrólise em BPA.^{6,53}

Na tentativa de substituir este monómero Bis-GMA, outros monómeros foram apontados, como é o caso do UDMA (uretano-dimetacrilato). Apesar do UDMA apresentar menor viscosidade, maior flexibilidade estrutural e não conter na sua formulação a substância BPA, a utilização deste monómero em substituição do Bis-GMA veio demonstrar resultados pouco satisfatórios, apresentando propriedades mecânicas mais baixas, maior contração volumétrica e posterior aumento da probabilidade de aparecimento de cáries secundárias.^{50,53} A explicação para este comportamento poderá estar no fato de apresentar maior flexibilidade e ligações intermoleculares mais fracas.⁵⁴

Recentemente o comité europeu SCENIHR (Comitê Científico para Riscos de Saúde Emergentes e Recentemente Identificados), apresentou um relatório onde afirma que a exposição a longo prazo de materiais dentários contendo na sua composição BPA estava dentro dos valores diários toleráveis definidos pela EFSA (Autoridade Europeia para a segurança alimentar), mas que ainda assim, devem ser substituídos sempre que possível.⁵⁰

Mesmo com todos os estudos existentes, a necessidade contínua pela procura de novos adesivos com o objetivo de reduzir a hidrólise das camadas híbridas, aumentar a longevidade da adesão e principalmente eliminar a exposição ao BPA, é uma realidade presente nos dias de hoje.⁶

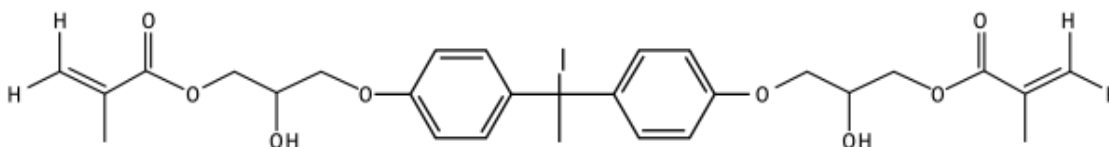


Figura 2: Estrutura química do Bis-GMA (retirada e adaptada de Vasconcelos e Cruz 2019⁵⁾

1.3.2.4. G-IEMA

Atendendo aos problemas supramencionados, têm vindo a ser desenvolvidas estratégias na tentativa de minimizar a exposição do monómero Bis-GMA com o intuito de o substituir por outros monómeros livres da substância BPA. Assim, para além da eliminação da presença de BPA, características como materiais mais hidrofóbicos, com

menor contração de polimerização e maior capacidade de penetração são desafios atuais e pontos a ter em consideração na pesquisa de novos adesivos dentários.^{5,6}

Deste modo, macrómeros dendrímeros como o G-IEMA (dendrímero de segunda geração derivado do isocianato etil metacrilato), foram introduzidos na tentativa de reduzir a toxicidade, mas também melhorar as suas características micromecânicas e físico-químicas (Figura 3).^{5,6}

Na sua composição, o dendrímero G-IEMA apresenta uma estrutura dendrítica de oito pontas, que quando comparado com o Bis-GMA (que apresenta uma estrutura linear), acredita-se que poderá melhorar a interação com a dentina, levando a um melhor preenchimento dos espaços presentes entre a rede de colagénio e em simultâneo formar uma rede de *resin tags* com mais ramos laterais para melhorar a resistência de união.^{5,6} Inclusivamente, acredita-se que devido às suas características de polimerização, esta pode ocorrer em simultâneo nas oito pontas presentes na sua estrutura dendrítica, sendo espectável que a dupla taxa de conversão aumente ao mesmo tempo que a contração de polimerização diminui. As propriedades mencionadas têm sido consideradas como sendo extremamente importantes para a estabilidade hidrolítica da interface de ligação.^{6,55}

Num estudo efetuado por Yu *et al.* em 2014, ao formular uma resina substituindo o Bis-GMA pelo G-IEMA, observou-se que este poderia oferecer vantagens como um maior grau de conversão, uma contração de polimerização similar ou inferior, assim como uma menor absorção e dissolução em água. Estas particularidades demonstraram ser fundamentais para a eficácia adesiva, ao reduzir a degradação da interface adesiva e aumentar a longevidade das restaurações. Ainda assim, algumas características mecânicas, como a resistência à flexão e o módulo de flexão, apresentaram resultados negativos, sendo necessário a continuação do estudo para que sejam superadas.^{55,56}

No entanto, até à data, não havia conhecimento do uso de G-IEMA em sistemas adesivos. Posto isto, alguns autores iniciaram a tentativa de desenvolver um adesivo universal experimental contendo o monómero dendrímero G-IEMA em substituição do Bis-GMA e analisaram as suas propriedades físico-químicas.^{5,6} Com os resultados obtidos nesse estudo, concluiu-se que propriedades físico-químicas como o grau de conversão, contração de polimerização, absorção de água e solubilidade, não apresentam diferenças significativas quando comparados com adesivos universais formulados à base

de Bis-GMA.⁵ Posteriormente foi realizado um outro estudo para avaliar a adesão à dentina com o mesmo adesivo.⁶

Apesar dos bons resultados obtidos em ambos os estudos, observou-se que o sistema adesivo universal com G-IEMA apresentava um valor de pH de 3,5, o que o torna um adesivo *ultra mild* e com um nível de acidez insuficiente para que ocorra a desmineralização da *smear layer* e posterior penetração do adesivo na dentina. Como o pH é uma característica muito importante para a eficácia adesiva dos sistemas adesivos universais, será fundamental para a obtenção de melhores resultados, reduzir o seu valor para um pH *mild* (pH $\approx$ 2). Para que tal aconteça, estratégias como a alteração da percentagem dos componentes como o HEMA e o 10-MDP, poderão vir a ser necessárias para que ocorra a diminuição do pH do adesivo.⁶

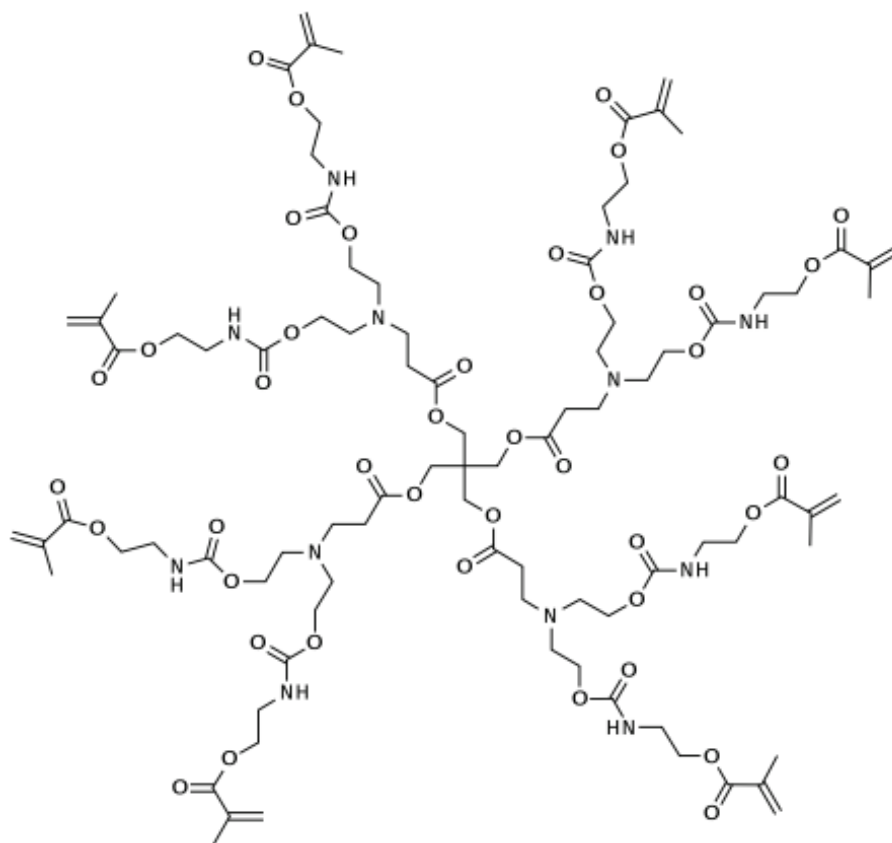


Figura 3: Estrutura química do G-IEMA (retirada e adaptada de Vasconcelos e Cruz 2019⁵)

1.4. Adesão aos tecidos dentários

O conceito de adesão consiste na atração exercida entre as superfícies de dois corpos, semelhantes ou diferentes, em contacto por vários processos mecânicos, físicos e forças intermoleculares.^{57,58}

A adesão pode ser categorizada em três tipos de união: física, mecânica e química.⁵⁹

A adesão física, apesar de sempre presente, é a mais fraca dos três tipos de adesão.⁵⁹

No que diz respeito a adesão química, ela acontece devido a ligações iónicas, covalentes e metálicas, conhecidas como forças de ligações primárias, assim como por forças de ligações secundárias, forças de *Van der Waals* ou pontes de hidrogénio.⁵⁹ Este tipo de adesão tem sido dos mais investigados em materiais dentários, contudo a dificuldade em eliminar a contaminação presente na superfície tem demonstrado ser a principal razão da sua ineficácia.⁵⁹

A adesão mecânica traduz-se em uma interação entre superfícies de materiais controlada por forças de atrito. Este tipo de adesão é o mais comum em Medicina Dentária e envolve a penetração do agente adesivo na superfície, tornando-se mecanicamente interligado à estrutura dentária.⁵⁹

Apesar da adesão física e química estarem presentes em todas as aplicações com materiais dentários, é a adesão mecânica a que mais contribui para uma melhor resistência de união da interface.⁵⁸

Relativamente à adesão em Medicina Dentária, esta envolve a aplicação de um adesivo na interface entre o dente preparado e o material restaurador ou até mesmo entre materiais restauradores.⁵⁸ Para a adesão a um material dentário, seja ele adesivo, cimento ou mais recentemente restaurações autoadesivas, envolve três conceitos primários de adesão: a molhabilidade da superfície, microretenção e interação química. Para se conseguir uma ligação estável e duradora, é imprescindível durante a prática clínica o uso correto destes três mecanismos básicos de ligação.²⁴

A molhabilidade da superfície é uma condição primária para a obtenção de um bom contato entre as faces do material adesivo e o substrato.¹⁶ Ela consiste na competência de um líquido se espalhar e formar uma interface com uma superfície sólida.^{57,59} Para que haja uma propagação adequada do líquido sobre uma superfície sólida, é necessário que a tensão superficial do líquido seja menor que a energia da superfície do substrato.²⁴ O grau de molhabilidade é quantificado a partir do ângulo de contato formado entre o líquido e a superfície do substrato sólido. Na presença de um ângulo de contato reduzido, maior será a área de contato entre o adesivo e o substrato, resultando no aumento da energia de superfície do substrato e uma maior interação entre o líquido e o substrato.⁵⁷ Posto isto, quanto menor for o ângulo de contato maior será a molhabilidade e melhor será a adesão.^{24,57}

É na microretenção que se encontra o mais provável e principal mecanismo de ligação aos substratos mineralizados como o esmalte e a dentina. Esta microretenção pode ser obtida através de duas formas: (mecânica) por desgaste mecânico através da instrumentação manual ou (química) por condicionamento ácido. Qualquer uma destas preparações irá tornar a superfície rugosa, formando microrugosidades.²⁴ Com a deposição dos detritos causados pela instrumentação mecânica o condicionamento ácido ao esmalte torna-se indispensável para remover qualquer interferência. Em simultâneo, há a criação de cavidades profundas onde a resina irá fluir por ação capilar e criar ligações micromecânicas.²⁴ No que diz respeito ao condicionamento ácido na dentina, este desmineraliza por completo a camada superficial, expondo uma rede de colagénio microporosa que dificilmente se consegue interligar com a resina. Nesta situação é aconselhável a utilização de um adesivo com monómeros funcionais acídicos capaz de realizar o autocondicionamento da superfície da dentina, a fim de conseguir uma interação química com a componente inorgânica da hidroxiapatite.²⁴

A interação química é caracterizada pelo contacto mais íntimo possível entre átomos e moléculas, acreditando-se que contribui em grande parte para a durabilidade da adesão. Este tipo interação não significa que a resistência da união será maior, mas impede a redução das forças de união em estruturas envelhecidas.²⁴ Esta interação química deve ter como principal alvo a componente inorgânica da HAp da dentina, como descrito anteriormente.²⁴

1.4.1. Adesão ao Esmalte

Foi Buonocore em 1955, na tentativa de melhorar as forças de adesão do material restaurador à estrutura dentária, que introduziu o condicionamento ácido ao esmalte.^{24,25,60} Com esta técnica de condicionamento da superfície com ácido ortofosfórico veio definir o decorrer da dentisteria restauradora até aos dias de hoje.²⁵

Inicialmente a concentração do ácido utilizado era de 85% e aplicada durante 60 segundos, contudo nos dias que correm são utilizadas concentrações mais baixas, entre os 35-37% com um tempo de aplicação de 15 segundos.^{21,60,61,62}

Com a utilização do condicionamento ácido ao esmalte, foram caracterizados 3 tipos de desmineralização morfológica. O tipo I caracteriza-se pela remoção do núcleo dos prismas de esmalte, ficando os prismas periféricos intactos. No tipo II ocorre o oposto do tipo I, há a remoção do material periférico dos prismas de esmalte, mantendo o núcleo intacto. Por último, o tipo III, caracteriza-se pela combinação dos tipos I e II, resultando em uma desmineralização aleatória.^{21,61}

Devido ao maior teor mineral e menor percentagem de água, a adesão ao esmalte é mais fácil, forte e duradora quando comparada com a adesão à dentina.⁶²

O mecanismo de união entre os sistemas adesivos e o substrato é baseado na substituição dos minerais perdidos por monômeros de resina, obtendo uma retenção micromecânica do polímero na estrutura dentária.⁶²

Com a aplicação do ácido ortofosfórico sobre o tecido, ocorre a dissipação dos cristais de HAp, formando microporosidades que irão fazer parte de um mecanismo de microretenção entre o esmalte e a resina aplicada.²⁵ Após o condicionamento ácido, os monômeros do adesivo aplicado vão infiltrar-se por meio da atração capilar nas microporosidades.^{19,63} Com a impregnação do adesivo nas áreas microporosas e posterior polimerização, irá existir a formação de *resin tags*, dando-se assim a formação de um sistema de retenção micromecânico.^{19,36,63}

Devido ao grande conteúdo mineral do esmalte, o seu condicionamento ácido é de extrema eficácia e facilidade. Este condicionamento atua modificando a superfície do esmalte, aumentando substancialmente a área e energia de superfície assim como a molhabilidade, propriedades físicas indispensáveis para a infiltração da resina.^{20,63}

A adesão ao esmalte tem sido considerada o *gold standard* da adesão aos substratos dentários.¹⁷

1.4.2. Adesão à Dentina

Ao contrário da adesão ao esmalte em que a sua eficácia já está provada, a adesão à dentina tem sido um desafio constante por se tratar de um tecido de natureza heterogênea, com elevado conteúdo orgânico e uma superfície naturalmente húmida.^{19,64}

Para que ocorra a adesão na dentina é necessário efetuar previamente um condicionamento ácido com o intuito de expor as fibras de colagénio para posterior infiltração dos monómeros de resina presentes no sistema adesivo.¹

Com o condicionamento ácido ao esmalte comprovado, Fusayama em 1979 abordou o condicionamento à dentina ao apresentar a técnica de *total-etch*, consistindo no condicionamento ácido, em simultâneo, do esmalte e dentina.^{64,65} Através desta técnica, a *smear layer* é totalmente removida.^{1,65} Contudo, com a evolução dos materiais e técnicas de aplicação adesiva, existem opções de tratamento da *smear layer* em que apenas ocorre a dissolução da mesma.¹⁹

Durante o processo de condicionamento ácido da superfície dentinária, ocorre a desmineralização superficial em cerca de 5 a 8 µm, com a abertura dos túbulos dentinários e o aumento da permeabilidade da superfície, expondo uma extensa rede de fibras de colagénio suspenso em fluídos.^{15,61,65} Com a exposição da rede de colagénio, a secagem excessiva da mesma pode causar o encolhimento e consequente colapso da mesma.⁶⁵ Por outro lado, também a concentração de água presente na sua composição irá aumentar, passando de 20% para cerca de 50-70% em volume. Esta alteração na sua composição

apresenta implicações significativas nas propriedades mecânicas da dentina e em todo o processo adesivo.¹⁵

Para que ocorra uma adesão aceitável, é necessário a aplicação de um adesivo que apresente na sua formulação monómeros de resina hidrofílicos e hidrofóbicos. Exposta a rede de fibras de colagénio, o grupo hidrofílico irá infiltrar-se na superfície da dentina desmineralizada rica em colagénio tipo I, enquanto que o grupo hidrofóbico terá afinidade com a resina, gerando uma zona de interfusão. Esta camada composta por colagénio, monómeros de resina e *smear layer* é denominada camada híbrida.^{65,66} Esta designação foi descrita pela primeira vez por Nakabayashi em 1982 e é o principal sistema de adesão dos sistemas adesivos atuais.^{20,65,67}

Em suma, apesar do mecanismo de ligação micromecânica criado no esmalte e na dentina continue a ser aceite como um pré-requisito para que haja uma boa adesão, recentemente, os adesivos têm demonstrado resultados clínicos favoráveis e duradouros na dentina quando aplicados sem o condicionamento ácido prévio sobre a mesma.^{1,24} Com isto, nos últimos 10 anos, o mecanismo de microretenção mecânica tem vindo a perder relevância dando-se cada vez mais destaque à ligação química.²⁴

1.5. Microinfiltração marginal

A microinfiltração marginal tem como definição a permeabilidade marginal à penetração bacteriana, química e molecular na interface formada pelo dente e o material restaurador.^{8,29,68,69}

A generalidade dos materiais dentários usados permitem que a microinfiltração marginal de bactérias e produtos bacterianos presentes na saliva atinjam a dentina. Deste modo, quanto maior for a exposição de dentina durante a preparação do dente, maior será a probabilidade de microinfiltração marginal.⁷⁰

É expectável que qualquer falha que ocorra na interface de união entre o dente e a restauração origine microinfiltração marginal, ocorrendo assim a formação de *gaps* marginais. Estes *gaps*, com tamanho entre os 0,5-1µm ou maiores, permitem que ocorra

penetração de bactérias pelas margens da restauração, já *gaps* menores, apesar de não permitirem a passagem bacteriana, permitem a passagem de outros produtos bacterianos e toxinas que podem ser prejudiciais para o dente.⁷¹

Clinicamente, as complicações mais comuns decorrentes da microinfiltração marginal estão relacionadas com o aumento da sensibilidade dentária, alteração da coloração marginal da restauração, recidiva de cáries, e se não tratada a tempo, aparecimento de patologia pulpar. Estes aspetos têm sido apontados como os principais fatores do insucesso e posterior substituição das restaurações.^{72,73}

Estas complicações podem estar associadas a causas como a variação nas propriedades físicas e viscoelásticas da resina composta, contração de polimerização do material restaurador, coeficiente de expansão térmica e módulo de elasticidade entre dente/restauração, carga oclusal, localização e preparo das margens e a técnica utilizada pelo médico dentista.^{69,72}

Apesar das constantes melhorias observadas nos sistemas adesivos mais recentes, a microinfiltração marginal causada pela contração de polimerização continua a ser a principal preocupação para o sucesso da longevidade das restaurações dentárias, uma vez que ainda não dispõem da capacidade de evitar a completa microinfiltração marginal das margens de esmalte e dentina.⁷⁴

Para que se consiga um selamento marginal adequado, é necessário a correta aplicação do adesivo de modo a que não ocorra qualquer rutura entre o dente e a restauração. Vários métodos podem ser aplicados para a melhoria da microinfiltração marginal, tais como, a aplicação em incrementos da resina composta de modo a respeitar o *fator C*, uma polimerização mais suave ou ainda a utilização de uma resina composta de baixa carga criando uma camada fina entre o preparo e o material restaurador.⁷⁵

1.5.1. Técnicas de avaliação

O estudo da microinfiltração marginal aliado à termociclagem tem sido um dos métodos *in vitro* mais úteis para a avaliação do selamento marginal de uma restauração adesiva. Diversos métodos têm sido aplicados para o estudo da microinfiltração marginal

como o uso de bactérias, ar comprimido, marcadores químicos e radioativos, microscopia eletrónica de varrimento e a mais utilizada, a penetração de corantes.^{71,72,76}

A avaliação da microinfiltração marginal pode ser realizada em testes *in vivo* e *in vitro*. Apesar de existirem estes dois métodos, a técnica *in vitro* tem sido a mais usualmente utilizada.^{71,77} Os testes *in vitro* podem ser catalogados em dois grupos: os que simulam da forma mais fiel possível o ambiente da cavidade oral e os que apenas testam as características comportamentais dos materiais.⁷¹

1.5.2. Técnica de penetração de corantes

Como referido anteriormente, a técnica de penetração de corantes é um dos métodos mais antigos e utilizados para a avaliação da microinfiltração marginal *in vitro*, tendo sido descrita por Grossman em 1939.^{29,78}

Esta técnica permite visualizar o contraste - com a cor do corante utilizado - da infiltração ocorrida entre o dente e a restauração sem a necessidade de exposição química a radiação perigosa. Por outro lado, é uma técnica extramente sensível e para a avaliação dos resultados é necessária uma padronização minuciosa.⁷¹

A utilização desta técnica consiste na imersão de um dente restaurado e envernizado com verniz impermeável, em uma solução de corante durante um período de tempo definido, de seguida lavado e posteriormente seccionado de forma a ser possível avaliar a microinfiltração marginal ocorrida em torno da restauração.^{29,78}

Existem no mercado várias opções de corantes disponíveis, como a eosina, fucsina, tinta da china, nitrato de prata com revelador e azul de metileno. Apesar de todos estes materiais poderem ser utilizados com diferentes tamanhos de partículas e de apresentarem distinta afinidade para os substratos, autores afirmam que estas características não influenciam significativamente os resultados dos testes.^{29,78}

O azul de metileno é um dos corantes mais utilizados para a avaliação da microinfiltração marginal devido ao seu custo reduzido em comparação com outros

corantes, por ser de fácil manipulação e aplicação e apresentar um alto grau de coloração e peso molecular, ainda que seja menor que o das bactérias presentes na cavidade oral.^{29,78}

Contudo, a grande desvantagem neste tipo de técnica é a utilização de um método de avaliação qualitativa, que até certo ponto, pode ser utilizada também uma avaliação semi-quantitativa que pode demonstrar o padrão de penetração e indicar onde ocorreu a mesma.^{29,78}

1.6. Termociclagem

A termociclagem é definida como o processo de envelhecimento de amostras recorrendo à simulação das várias temperaturas extremas encontradas na cavidade oral.²⁷

Segundo a *The International Organization for Standardization* (ISO), para uma correta utilização da técnica, é recomendável a imersão das amostras em banhos de pelo menos 20 segundos, durante 500 ciclos, com temperaturas entre os 5-55°C e um tempo entre cada de aproximadamente 5-10 segundos. Contudo, para se simular aproximadamente um ano *in vivo* de envelhecimento térmico no interior da cavidade oral, estão protagonizados 10000 ciclos.^{27,80}

Com a utilização da técnica de termociclagem, é possível simular as inúmeras e contínuas variações térmicas presentes na cavidade oral, que na presença de uma restauração, as mesmas irão induzir stress térmico diretamente na interface adesiva.⁸⁰ O efeito causado pelo o envelhecimento artificial da termociclagem, poderá potenciar a hidrólise dos constituintes da interface adesiva e consequentemente a absorção de água, assim como a expulsão de produtos de degradação e monómeros de resina mal polimerizados. Por outro lado, devido às forças de tensão sequenciais de expansão / contração térmica criadas entre o material restaurador e o substrato dentário, pode levar à formação de *cracks* ao longo da interface adesiva e promover a entrada e saída de fluídos da cavidade oral.^{27,80}

A termociclagem é um método amplamente utilizado em estudos de microinfiltração marginal *in vitro*, mas ainda assim apresenta algumas lacunas no que diz respeito à

precisão da reprodução das condições intraorais como a temperatura oral, forças oclusais, às variâncias do pH da saliva, taxa de fluxo salivar, capacidade tampão e também ao meio ácido criado por bactérias como o *Streptococcus mutans* ou *Lactobacillus*.⁸⁰

II OBJETIVOS

Avaliar a microinfiltração marginal de dois sistemas adesivos universais experimentais, com e sem Bis-GMA e de dois sistemas adesivos universais comerciais com Bis-GMA, na vertente *self-etch*.

2.1. Hipóteses Experimentais

H0₁: Não existem diferenças significativas na microinfiltração marginal, entre os sistemas adesivos universais experimentais com Bis-GMA e os sistemas adesivos universais comerciais, na vertente *self-etch*.

H0₂: Não existem diferenças significativas na microinfiltração marginal, entre os sistemas adesivos universais experimentais sem Bis-GMA e os sistemas adesivos universais comerciais, na vertente *self-etch*.

H1₁: Verificam-se diferenças significativas na microinfiltração marginal, entre os sistemas adesivos universais experimentais com Bis-GMA e os restantes sistemas adesivos universais comerciais, na vertente *self-etch*.

H1₂: Verificam-se diferenças significativas na microinfiltração marginal, entre os sistemas adesivos universais experimentais sem Bis-GMA e os restantes sistemas adesivos universais comerciais, na vertente *self-etch*.

III MATERIAIS E MÉTODOS

Este trabalho de investigação foi submetido e aprovado pela Comissão de Ética do Instituto Universitário Egas Moniz (IUEM) (Anexo I), tendo todo o processo sido realizado no Laboratório de Biomateriais do IUEM.

Foram utilizados 36 dentes molares humanos hígidos, cedidos pelo Banco de Dentes do Instituto Universitário Egas Moniz, sem cáries, sem fraturas, nem restaurações, extraídos por motivos periodontais ou ortodônticos e armazenados por não mais de 6 meses, de acordo com a norma ISO/TS 11405:2015.

Previamente e antes de serem utilizados, os dentes foram lavados com água corrente e removido todo o tecido orgânico. Seguidamente, foram desinfetados em cloramina trihidratada a 1%, durante 5 dias e em seguida conservados em água destilada a 4°C até à sua utilização, novamente como descrito na norma ISO/TS 11405:2015. A água utilizada foi trocada semanalmente até ao início da investigação laboratorial.

Inicialmente, para a confeção de cavidades classe II de Black uniformes, de dimensões padrão, foi utilizado um paralelizador *BioArt-B2* adaptado (BioArt, São Carlos, São Paulo, Brasil), constituído por uma coluna de 23,5 cm x 10 cm x 20 cm que permite movimentos verticais e horizontais ao longo eixo do dente (Figura 4).⁸¹ Todos os dentes foram fixados numa base de acrílico (Figura 5) e perfurados com o auxílio de uma turbina de alta rotação *NSK Pana-Max Plus PAP-SU B2* (NSK Nakanishi International, Japan) e uma broca troncocónica de extremidade arredondada 856.025 de grão grosso (Diatech®, Coltene Whaledent, Inc., Germany) (Figura 6). Deste modo, foram realizadas nas faces mesial e distal de todos os dentes, cavidades uniformes (com margens em esmalte) com um tamanho de 4 mm no sentido mesio-distal e 3 mm de profundidade (Figura 7). Para cada grupo de 12 amostras foram utilizadas brocas novas.⁸¹

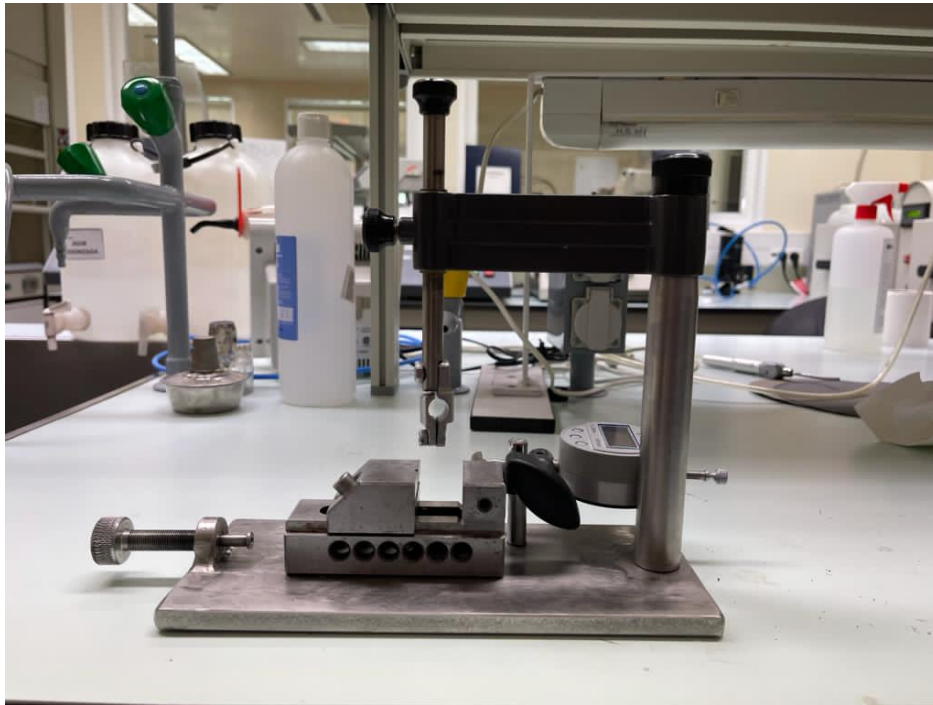


Figura 4: Máquina de preparo das cavidades

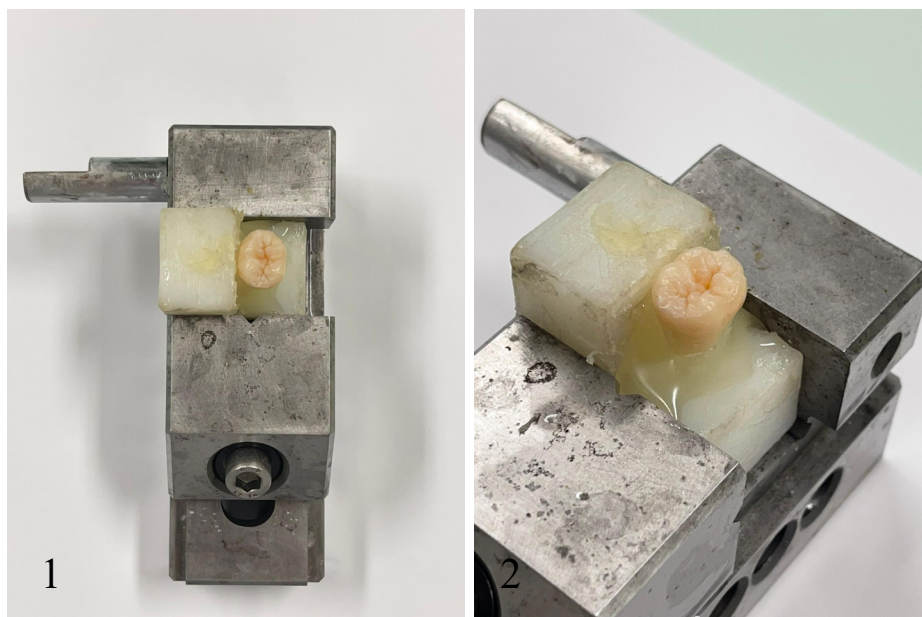


Figura 5: 1- Dente em suporte de acrílico (1); 2- Dente em suporte de acrílico (2)



Figura 6: Preparação da cavidade

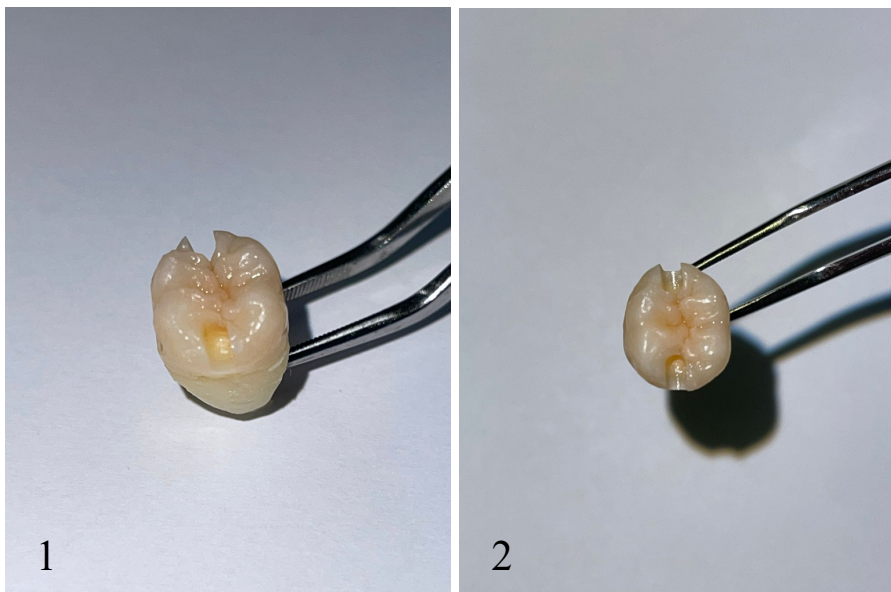
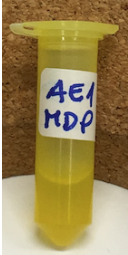
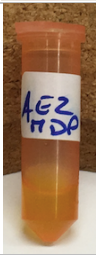


Figura 7: 1- Cavidade classe II; 2- Cavidade classe II

Posteriormente os dentes foram seccionados em 2 metades, gerando 72 espécimes que foram distribuídos aleatoriamente em 6 grupos (n=12), sendo utilizado em todos os grupos o protocolo de adesão *Self-etch*. Grupo A: *Scotchbond™ Universal* (3M ESPE, St. Paul, MN, USA); Grupo B: *FuturaBond® M+* (VOCO GmbH, Cuxhaven, Germany); Grupo C: AE1, sistema adesivo universal experimental com Bis-GMA (Egas Moniz, Almada, Portugal); Grupo D: AE1+MDP, sistema adesivo universal experimental com Bis-GMA (Egas Moniz, Almada, Portugal); Grupo E: AE2, sistema adesivo universal experimental com G-IEMA (Egas Moniz, Almada, Portugal); Grupo F: AE2+MDP, sistema adesivo universal experimental sem Bis-GMA (Tabela 1).

Tabela 1: Sistemas Adesivos: Composição, Lote, Validade e pH

Material	Composição	Lote	Validade	pH	Imagem
<i>Scotchbond™ Universal</i> (3M ESPE, St. Paul, MN, USA)	10-MDP; HEMA; etanol; copolímero Vitrebond; sílica tratada com silano; água; CQ	10421A	03/2023	2,81	
<i>Futurabond® M+</i> (VOCO GmbH, Cuxhaven, Germany)	HEMA; Bis-GMA; etanol; monómero adesivo ácido; UDMA; ácidos silícicos pirogénicos	2118141	03/2024	2,07	
AE1 (Adesivo Experimental com Bis-GMA)	10-MDP; Bis-GMA; HEMA; UDMA; TEGMA; água; etanol; CQ	-	-	2,28	

AE1+MDP (Adesivo Experimental com Bis- GMA)	10-MDP; Bis-GMA; HEMA; UDMA; TEGMA; água; etanol; CQ	-	-	2,10	
AE2 (Adesivo Experimental com G- IEMA)	10-MDP, G- IEMA; HEMA; UDMA; TEGMA; água, etanol, CQ	-	-	4,49	
AE2+MDP (Adesivo Experimental sem Bis- GMA)	10-MDP; HEMA; UDMA; TEGMA; água; etanol; CQ	-	-	3,45	

Após distribuição aleatória dos dentes nos grupos, foram aplicados os sistemas adesivos seguindo as instruções do fabricante com a técnica adesiva *self-etch* (Tabela 2).

Tabela 2: Instruções da aplicação dos adesivos usados segundo os fabricantes

Material	Instruções do fabricante <i>Self-etch</i>
<i>Scotchbond™ Universal</i> (3M ESPE, St. Paul, MN, USA)	1 – Aplicar o adesivo na superfície do dente de forma uniforme durante 20 segundos; 2 – Secar uniformemente durante 5 segundos; 3 – Fotopolimerizar durante 10 segundos.
<i>Futurabond® M+</i> (VOCO GmbH, Cuxhaven, Germany)	1 – Aplicar o adesivo na superfície do dente de forma uniforme durante 20 segundos; 2 – Secar uniforme durante 5 segundos; 3 – Fotopolimerizar durante 10 segundos.

AE1 (Adesivo Experimental com Bis-GMA)	1 – Aplicar o adesivo na superfície do dente de forma uniforme durante 20 segundos; 2 – Secar uniformemente durante 5 segundos; 3 – Fotopolimerizar durante 60 segundos.
AE1+MDP (Adesivo Experimental com Bis-GMA)	1 – Aplicar o adesivo na superfície do dente de forma uniforme durante 20 segundos; 2 – Secar uniformemente durante 5 segundos; 3 – Fotopolimerizar durante 60 segundos.
AE2 (Adesivo Experimental com G-IEMA)	1 – Aplicar o adesivo na superfície do dente de forma uniforme durante 20 segundos; 2 – Secar uniformemente durante 5 segundos; 3 – Fotopolimerizar durante 60 segundos.
AE2+MDP (Adesivo Experimental sem Bis-GMA)	1 – Aplicar o adesivo na superfície do dente de forma uniforme durante 20 segundos; 2 – Secar uniformemente durante 5 segundos; 3 – Fotopolimerizar durante 60 segundos.

Após ter sido aplicado o sistema adesivo consoante as instruções do fabricante (Tabela 2), foram realizadas restaurações com resina composta *Maxima[®] Natural Elegance* cor A2/B2 (Henry Schein Services GmbH, Langen, Germany) (Figura 8). Foi utilizado matriz, porta matriz e uma espátula angulada (Figura 9) para serem adicionados incrementos de 2 mm de resina e fotopolimerizados durante 40 segundos (Figura 10). O fotopolimerizador *COXO DB 686* (COXO Medical Instrument Co. Ltd, Foshan) (Figura 11) a uma intensidade de 1450 mW/cm² até ao preenchimento total da cavidade.



Figura 8: Resina *Maxima[®] Natural Elegance* cor A2/B2 (Henry Schein Services GmbH, Langen, Germany); Composição: Metacrilatos; vidro de bário silanizado; sílica amórfica hidrofobizada; Lote/Validade: K35198;12/2023.



Figura 9: Espátula angulada

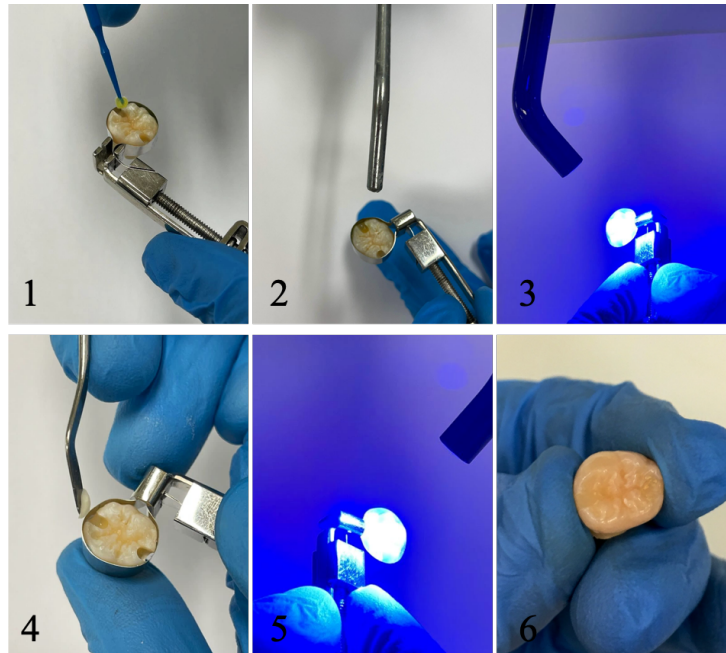


Figura 10: Protocolo de preparação: 1- Aplicação do adesivo; 2- Secagem com ar; 3- Fotopolimerização do adesivo; 4- Aplicação da resina composta; 5- Fotopolimerização da resina; 6- Cavidades restauradas



Figura 11: COXO DB 686 (Foshan COXO Medical Instrument Co. Ltd)

Neste processo, a intensidade do fotopolimerizador utilizado foi medida a cada 12 utilizações de modo a garantir a intensidade mais correta, com um radiômetro *Demetron 100* (Danbury, CT, USA).



Figura 12: Demetron 100 (Danbury, CT, USA)

Terminado todo o processo de restauração das amostras, as mesmas foram armazenadas numa estufa *Memmert INE 400* (Memmert, Germany) (Figura 13), em água destilada a 37°C, durante 24 horas, segundo as normas ISO/TS 11405:2015.



Figura 13: Estufa *Memmert INE 400* (Memmert, Germany)

De seguida, todas as amostras foram submetidas a envelhecimento térmico no termociclador *THE1100/1200* (SD Mechatronik GmbH, Feldkirchen-Westerham, Germany) (Figura 14). Foram realizados 10000 ciclos de termociclagem, em água

destilada com temperaturas entre os 5°C e 55°C, com cada banho a ter uma duração de 30 segundos como descrito nas normas ISO/TS 11405:2015.



Figura 14: Termociclador *THE1100/1200* (SD Mechatronik GmbH, Feldkirchen-Westerham, Germany)

Posteriormente, as amostras foram secas e aplicadas em todas elas duas camadas de verniz de unhas (KIKO, Bergano, Italy) (Figura 15), deixando 1 mm de distância das margens das restaurações e de seguida submersas em uma solução de Fucsina básica a 0,5% durante 24 horas segundo as ISO/TS 11405:2015 (Figuras 16 e 17).



Figura 15: Verniz de unhas (KIKO, Bergano, Italy)



Figura 16: Fucsina básica a 0,5%

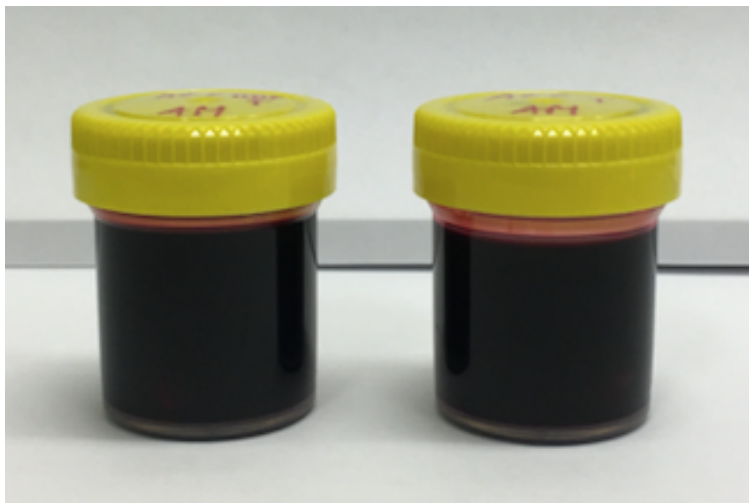


Figura 17: Amostra imersas em Fucsina básica a 0,5%

Finalmente, procedeu-se à colagem das amostras em suportes de resina e a um corte horizontal no sentido perpendicular ao longo eixo do dente (sentido mesio-distal) das amostras (Figura 18), por um micrómetro de tecidos duros com refrigeração (Accutom-50, Struers, Denmark) (Figura 19).

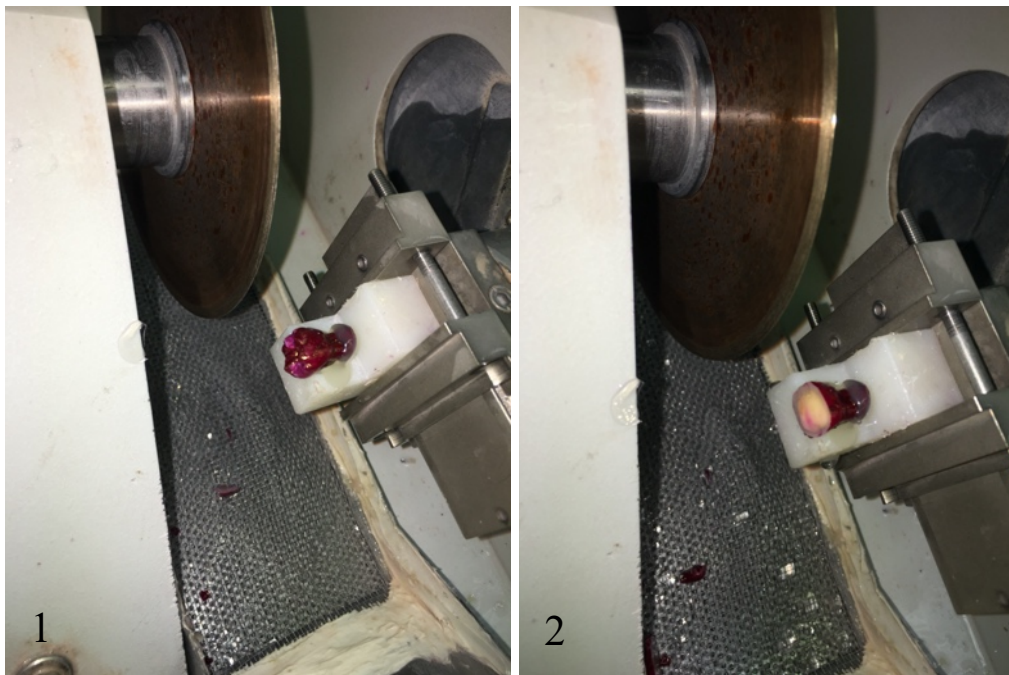


Figura 18: 1- Amostras pronta para ser seccionada; 2- Amostra seccionada

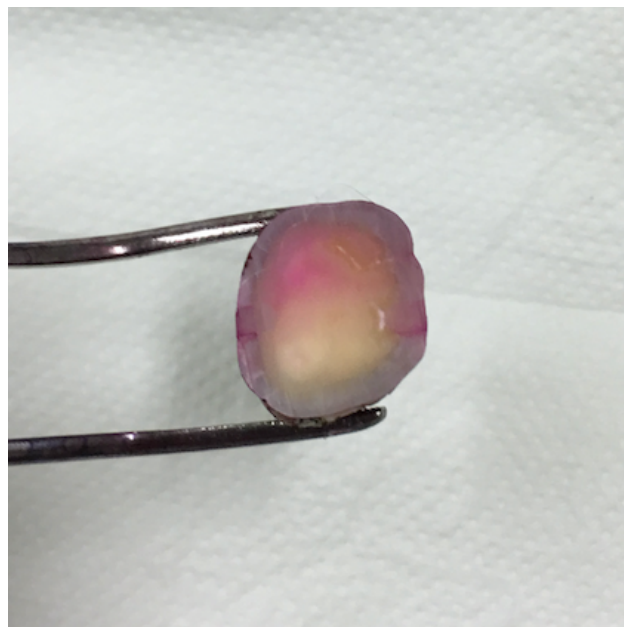


Figura 19: Amostra seccionada com infiltração

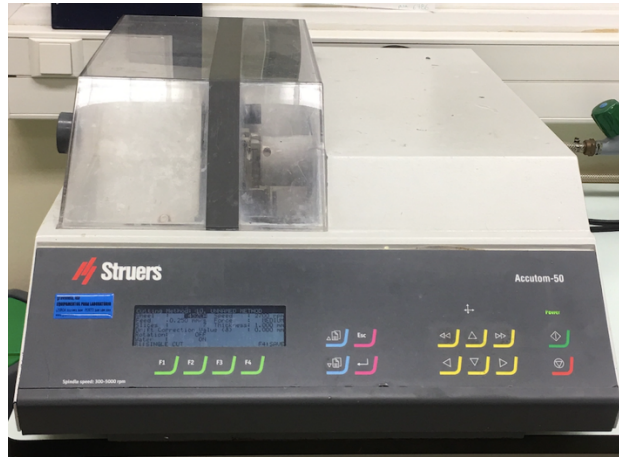


Figura 20: Micrómetro de tecidos duros com refrigeração (Accutest-50, Struers, Denmark)

Para a quantificação da microinfiltração marginal com o método de penetração de corantes, foi utilizado uma lupa esteoroscópica Leica MZ6 (Leica Microsystems GmbH, Wetzlar, Alemanha) (Figura 21), tendo em conta os critérios ISO/TS 11405:2015. As amostras foram observadas com uma ampliação de 40x e foi avaliada a microinfiltração marginal de acordo com o seguinte critério (Figura 22):

0= Sem penetração do corante.

1= Penetração do corante ao nível do esmalte.

2= Penetração do corante ao nível da dentina, sem atingir a parede pulpar da restauração.

3= Penetração do corante ao nível da dentina, atingindo a parede pulpar da restauração.



Figura 21: Lupa esteoroscópica Leica MZ6 (Leica Microsystems GmbH, Wetzlar, Alemanha)

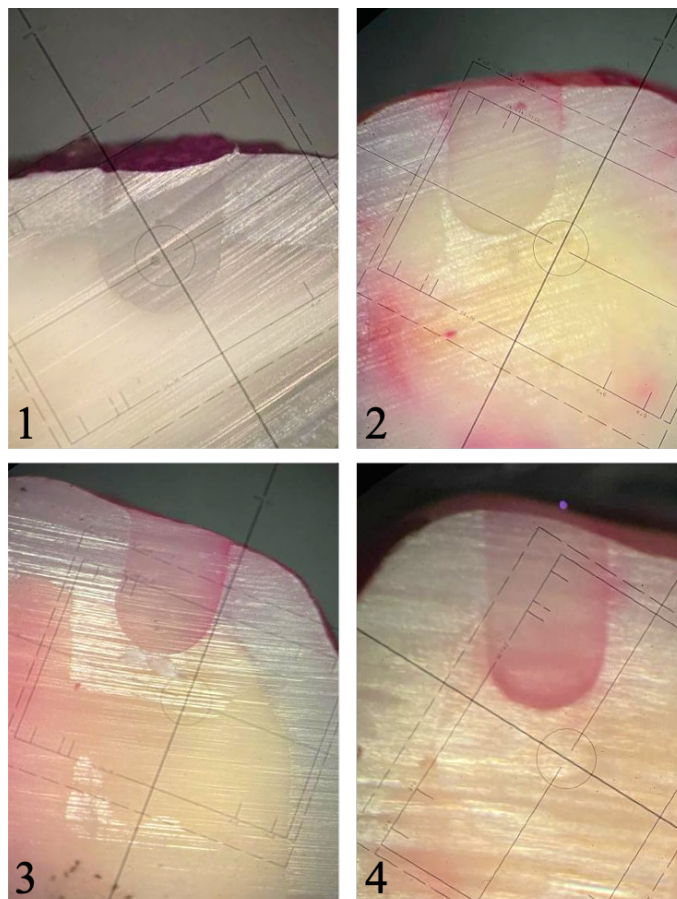


Figura 22: 1: Amostra sem em penetração do corante = 0; 2: Amostra com penetração do corante ao nível do esmalte = 1; 3: Amostra com penetração do corante ao nível da dentina, sem atingir a parede pulpar da restauração = 2; 4: Amostra com Penetração do corante ao nível da dentina, atingindo a parede pulpar da restauração = 3.

IV RESULTADOS

Análise de dados de infiltração (6 tipos de adesivos; 2 tratamentos)

Avaliou-se o nível de infiltração em 6 adesivos diferentes sob 2 tratamentos, mediante aplicação do modelo de regressão ordinal, uma vez que a variável dependente do modelo (infiltração) foi medida numa escala ordinal.

Os resultados obtidos do grau de infiltração dos grupos estudados estão representados na tabela 3.

Tabela 3: Resultados do grau de infiltração dos grupos estudados

Adesivo	Tratamento	Grau de infiltração				N
		Grau 0	Grau 1	Grau 2	Grau 3	
AE1	s/termociclagem			1	5	12
	c/termociclagem		2		4	
AE1+MDP	s/termociclagem			2	4	12
	c/termociclagem			4	2	
AE2	s/termociclagem	1	1		4	12
	c/termociclagem		1	4	1	
AE2+MDP	s/termociclagem			3	3	12
	c/termociclagem			2	4	
FUT	s/termociclagem	2	3		1	12
	c/termociclagem			2	4	
SBU	s/termociclagem			2	4	12
	c/termociclagem			3	3	

Na seleção do melhor modelo foram consideradas diferentes funções de ligação (Cauchit, Probit, Logit, Complementary Log-Log e Negative Log-Log) e medidas de qualidade de ajustamento do modelo (Pseudo R^2 de Cox and Snell, de Nagelkerke e de McFadden). Para além disso, foi validado o pressuposto da homogeneidade de parâmetros para as várias categorias do modelo.

Da análise de resultados, conclui-se que o modelo baseado na função de ligação de Cauchit é significativo ($p = 0,003$), e que é o modelo que melhor se ajusta aos dados, de

acordo com os valores da estatística de qui-quadrado e medidas de ajustamento que foram superiores para a referida função de ligação (Figuras 20 e 21).

Model Fitting Information

Model	-2 Log Likelihood	Chi-Square	df	Sig.
Intercept Only	82,158			
Final	54,036	28,122	11	,003

Link function: Cauchit.

Figura 23: Modelo *Fitting Information* (Modelo Cauchit)

Pseudo R-Square

Cox and Snell	,323
Nagelkerke	,368
McFadden	,185

Link function: Cauchit.

Figura 24: *Pseudo R-Square* (Modelo Cauchit)

Da análise da tabela de coeficientes obtida para avaliar o efeito dos preditores incluídos no modelo (tipo de adesivo e tratamento) conclui-se que a probabilidade de ocorrência de um determinado grau de infiltração não depende do tipo de adesivo ($p > 0,05$ para as categorias de adesivo), assim como não depende do tipo de tratamento ($p > 0,05$ para as categorias de adesivo).

A probabilidade de ocorrer infiltração até um determinado nível não difere entre o adesivo 6 e os adesivos 1 ($p = 0.553$), 2 ($p = 1.000$), 3 ($p = 0.476$), 4 ($p = 0.587$) e 5 ($p = 0.173$). A probabilidade de ocorrer infiltração até determinado nível não difere entre os tratamentos 1 e 0 ($p = 0.587$) (Tabelas 4,5 e 6).

Tabela 4: Adesivos utilizados

Adesivo 1	AE1
Adesivo 2	AE1+MDP
Adesivo 3	AE2
Adesivo 4	AE2+MDP
Adesivo 5	<i>Futurabond® M+ (FUT)</i>
Adesivo 6	<i>Scotchbond™ (SUB)</i>

Tabela 5: Tipos de tratamento

Tratamento=1	Sem termociclagem
Tratamento=0	Com termociclagem

Tabela 6: Tabela de resultados estatísticos

Parameter Estimates								
		Estimate	Std. Error	Wald	df	Sig.	95% Confidence Interval	
Threshold	[Inflação = 0]	-15,049	10,689	1,982	1	,159	-35,998	5,901
	[Inflação = 1]	-4,439	1,842	5,806	1	,016	-8,049	-,828
	[Inflação = 2]	-,439	,713	,379	1	,538	-1,837	,959
Location	[Adesivo=1]	,910	1,532	,353	1	,553	-2,093	3,912
	[Adesivo=2]	-7,126E-17	1,006	,000	1	1,000	-1,973	1,973
	[Adesivo=3]	1,633	2,292	,508	1	,476	-2,858	6,124
	[Adesivo=4]	-,519	,953	,296	1	,587	-2,387	1,350
	[Adesivo=5]	-14,648	10,745	1,859	1	,173	-35,707	6,411
	[Adesivo=6]	0 ^a	.	.	0	.	.	.
	[Tratamento=0]	-,519	,953	,296	1	,587	-2,387	1,350
	[Tratamento=1]	0 ^a	.	.	0	.	.	.
	[Adesivo=1] * [Tratamento=0]	,679	2,247	,091	1	,763	-3,726	5,084
	[Adesivo=1] * [Tratamento=1]	0 ^a	.	.	0	.	.	.
	[Adesivo=2] * [Tratamento=0]	-,526	1,445	,133	1	,716	-3,358	2,305
	[Adesivo=2] * [Tratamento=1]	0 ^a	.	.	0	.	.	.
	[Adesivo=3] * [Tratamento=0]	-3,820	3,143	1,477	1	,224	-9,980	2,341
	[Adesivo=3] * [Tratamento=1]	0 ^a	.	.	0	.	.	.
	[Adesivo=4] * [Tratamento=0]	1,037	1,349	,591	1	,442	-1,606	3,680
	[Adesivo=4] * [Tratamento=1]	0 ^a	.	.	0	.	.	.
	[Adesivo=5] * [Tratamento=0]	15,167	10,794	1,974	1	,160	-5,990	36,323
	[Adesivo=5] * [Tratamento=1]	0 ^a	.	.	0	.	.	.
	[Adesivo=6] * [Tratamento=0]	0 ^a	.	.	0	.	.	.
	[Adesivo=6] * [Tratamento=1]	0 ^a	.	.	0	.	.	.

Link function: Cauchit.

a. This parameter is set to zero because it is redundant.

V DISCUSSÃO

O presente estudo teve como objetivo avaliar a microinfiltração marginal de dois sistemas adesivos universais experimentais, com e sem Bis-GMA e de dois sistemas adesivos universais comerciais com Bis-GMA, na vertente *self-etch*.

Com o aumento da demanda estética em Medicina Dentária, o desenvolvimento de técnicas e materiais, inevitavelmente, teve de acompanhar essa evolução.⁸² Um dos fatores mais importantes no que diz respeito ao desempenho das restaurações a longo prazo é o selamento perfeito da interface adesiva entre o dente e a restauração com o objetivo de evitar a microinfiltração marginal de fluídos orais e bactérias.⁸³ A microinfiltração marginal é considerado o processo de difusão de substâncias, orgânicas ou inorgânicas, através da interface entre o dente e a restauração e que pode ocorrer através de fatores como as características físicas da resina utilizada, contração/expansão do material ou seus componentes.⁸³ Quebrada a interface, irá ocorrer a formação de *microgaps*, que consequentemente irá resultar na desadaptação e coloração marginal, recidiva de cárie, aumento da sensibilidade e possível patologia pulpar.⁸³ Contudo, mesmo com os avanços observados nos materiais presentes no mercado na atualidade, a microinfiltração marginal inerente da interface adesiva dente/restauração continua a ser o fator principal que influencia a longevidade da restauração.⁷³

O estudo da microinfiltração marginal em laboratório aliado à técnica de penetração de corantes é um dos métodos mais utilizados e eficazes para a avaliação da interface entre o dente e a restauração.^{84,85} Contudo, este método apresenta algumas desvantagens como a subjetividade da avaliação ou a facilidade de difusão dos corantes utilizados devido ao seu baixo peso molecular.⁸³ Ainda assim, a técnica de penetração de corantes é considerada a técnica padrão para a avaliação da microinfiltração marginal segundo a *The International Organization for Standardization (ISO)*.⁸⁵ A recorrente escolha desta técnica para a avaliação da microinfiltração marginal recai sobre as suas particularidades como a facilidade de utilização, sensibilidade e custo. No presente estudo foi utilizado este método com recurso à técnica de penetração de corantes utilizando fucsina a 0,5%, como descrito em estudos similares realizados por Karaman e Güller em 2016 e Bahari *et al.* em 2017.^{84,86}

A termociclagem é um método utilizado para reproduzir o envelhecimento *in vivo* de materiais dentários restauradores, expondo-os a múltiplas e repetidas exposições a temperaturas frias e quentes, com o intuito de reproduzir todas as mudanças de temperatura ocorridas em ambiente oral. Este método causa tensões e contrações na interface entre o dente e a restauração, que dependendo do sistema adesivo utilizado, poderá afetar a resistência adesiva. Outras consequências poderão ocorrer, como influenciar a integridade marginal da restauração, levando à microinfiltração.^{87,88}

A introdução no mercado dos sistemas adesivos universais veio oferecer ao médico dentista uma maior versatilidade de utilização com a possibilidade de escolher qual a técnica adesiva que mais se adequa a cada tratamento, seja a estratégia *etch-and-rinse*, *self-etch* ou *selective enamel etching*.^{5,89} Apesar de todos os benefícios que os adesivos universais oferecem com a simplificação da técnica, a evidência científica atual afirma que na presença de esmalte a estratégia adesiva a aplicar requer o condicionamento prévio com ácido ortofosfórico afim de se conseguir uma ligação micromecânica forte aliada à ligação química com a hidroxiapatite (HAp), conseguida através de monómeros como é o caso do 10-MDP (10-metacriloiloxidecil dihidrogenofosfato).^{2,7,25}

O 10-MDP encontra-se presente na grande maioria dos adesivos universais e por ser um monómero ácido, apresenta a capacidade de condicionar a superfície dentária. Durante a desmineralização promovida pela sua acidez, outras substâncias presentes conseguem infiltrar-se na superfície desmineralizada. Para além da capacidade de ligação com a hidroxiapatite presente no esmalte, uma das características mais importantes apresentada por este monómero é a capacidade de criar ligações iónicas com o cálcio da hidroxiapatite presente na dentina, contribuindo para uma adesão quimicamente forte e estável.^{5,6,90} Clinicamente, num estudo realizado com o sistema adesivo universal *Clearfil SE Bond* de 2 passos (Kuraray Noritaki, Tóquio, Japão), que incorpora o 10-MDP na sua formulação, o resultado obtido demonstrou uma taxa de sucesso na retenção de 13 anos.⁹¹

Outro monómero presente na composição de materiais dentários restauradores é o Bis-GMA. Devido às suas características físicas, químicas e mecânicas, este monómero tem sido bastante utilizado. No entanto, a presença do BPA (Bisfenol A-glicidil metacrilato), tem vindo a ser posta em causa devido à sua natureza citotóxica, que ao libertar poderá apresentar atividade estrogénica, atuando de forma negativa e prejudicial

na saúde humana.⁶ Apesar da controvérsia entre autores sobre o verdadeiro efeito da exposição do BPA na saúde humana, o desenvolvimento de novos materiais dentários com a substituição deste componente tem sido um dos desafios da atualidade.⁶

Na tentativa de encontrar monómeros que possam substituir o Bis-GMA, tem sido estudada a hipótese da sua substituição com a introdução de dendrímeros como o G-IEMA (G(2)-Metacrilato de 2-isocianoetilo) na composição de resinas compostas e mais recentemente em adesivos dentários.^{5,6} Resultados de estudos já realizados demonstram que a utilização do G-IEMA para além de possibilitarem a criação de materiais dentários mais hidrofóbicos e com propriedades física e mecânicas melhoradas, também elimina a presença de BPA na sua composição.⁶

Como mencionado anteriormente, o objetivo desta investigação foi comparar a microinfiltração marginal de quatro adesivos experimentais com e sem Bis-GMA e de dois adesivos comerciais com Bis-GMA na técnica *self-etch*. Os adesivos comerciais utilizados foram: *Scotchbond Universal*TM (3M ESPE, St. Paul, MN, USA) e *Futurabond*[®] M+ (VOCO GmbH, Cuxhaven, Germany). Relativamente aos adesivos experimentais, o adesivo AE1 e AE1+MDP contêm Bis-GMA e os adesivos AE2 e AE2+MDP não contêm Bis-GMA, sendo que o AE2 em substituição do Bis-GMA apresenta G-IEMA na sua composição. Ambos os adesivos experimentais foram formulados de acordo com a composição química dos adesivos universais (Egas Moniz – Cooperativa de Ensino Superior, CRL). Para a presente investigação, a técnica de aplicação adesiva escolhida foi a *self-etch*, tendo sido em simultâneo estudada a técnica *etch-and-rinse* em outro trabalho de investigação.

A aplicação do adesivo seguindo a técnica *self-etch* foi introduzida com o objetivo de oferecer maior rapidez e facilidade de aplicação. No entanto, quando aplicada esta técnica, a natureza hidrofílica dos adesivos universais aumenta a afinidade com a água presente, tornando os adesivos permeáveis ao permitir a movimentação da mesma. Consequentemente, ocorrerá a hidrólise dos polímeros de resina e a degradação progressiva da interface dente-restauração, diminuindo assim a força da adesão.⁸⁶ Contudo, na presença de esmalte, a melhor técnica adesiva continua a ser o condicionamento prévio com ácido ortofosfórico, demonstrando que os adesivos universais apresentam um potencial de desmineralização insuficiente para a criação de

microporosidades suficientemente retentivas.³ Na evidência científica atual, estudos de Costa *et al.* em 2015, Diniz *et al.* em 2016 e Suda *et al.* em 2018, corroboram com esta afirmação, demonstrando que a aplicação dos adesivos universais com a técnica *self-etch* apresenta característica de adesão inferiores quando comparada com a técnica *etch-and-rinse*.^{89,92,93}

Com os resultados obtidos, as hipóteses nulas H0₁ e H0₂ são aceites. Concluiu-se que não existem diferenças significativas na microinfiltração marginal, entre os sistemas adesivos universais experimentais com Bis-GMA e os sistemas adesivos universais comerciais, assim como, não existem diferenças significativas na microinfiltração marginal, entre os sistemas adesivos universais experimentais sem Bis-GMA e os sistemas adesivos universais comerciais, ambos aplicados na vertente *self-etch*.

Em todos os adesivos estudados ocorreu microinfiltração marginal, mas quando comparados os resultados obtidos e apesar das diferenças apresentadas não serem estatisticamente significativas, o adesivo comercial *Futurabond® M+* foi o que apresentou menos amostras infiltradas (n=10 de um total de n=12 amostras estudadas para cada adesivo). Relativamente aos adesivos experimentais, e quando comparados os resultados entre eles, o adesivo AE2 foi o que apresentou o menor número de amostras infiltradas (n=11 de um total de n=12 amostras estudadas para cada adesivo). Apesar de estarmos perante um adesivo experimental, o resultado obtido pelo adesivo AE2, sendo este o único que contem na sua composição o monómero G-IEMA, poderá ir de encontro ao descrito por alguns autores que afirmam que o macrómero G-IEMA apresenta melhoria das taxas de conversão, baixa contração de polimerização e baixa solubilidade em água.^{55,56} Todas estas características deverão ser tidas em consideração para a formulação de novos adesivos e acima de tudo para o aumento da estabilidade adesiva.⁵

Como estamos perante um estudo piloto relativo à microinfiltração marginal de quatro adesivos experimentais, não foi possível encontrar artigos publicados que nos possibilitem a comparação e discussão dos resultados obtidos. No que diz respeito aos adesivos comerciais, no adesivo *Futurabond® M+* também não foram encontrados artigos referentes a este tipo de estudo. Contudo, para o adesivo comercial *Scotchbond™ Universal*, foram encontrados 3 artigos que estudam e comparam a microinfiltração

marginal com outros adesivos comerciais e ainda entre as técnicas de aplicação *etch-and-rinse* e *self-etch*.

Num estudo de Kermanshah e Khorsandian em 2017, os autores compararam a microinfiltração marginal do adesivo *Scotchbond™ Universal* em restaurações de classe V utilizando duas técnicas diferentes de avaliação, tendo sido utilizado um protocolo similar ao estudo da presente investigação à exceção do número de ciclos de termociclagem (5000), o tipo de corante utilizado (nitrato de prata), escala de avaliação (de 0 a 4), fotopolimerizador e a resina composta utilizada. No entanto, quando avaliada a microinfiltração marginal com uma lupa esteoroscópica, concluíram que o grupo que utilizou o adesivo *Scotchbond™ Universal* na técnica *self-etch*, foi o que apresentou maiores valores de microinfiltração marginal nas margens em esmalte quando comparados com os outros grupos. De certo modo, os resultados apresentados pelo referido estudo ao nível do esmalte vão de encontro aos resultados da presente investigação, na medida em que o adesivo *Scotchbond™ Universal*, o AE1, AE1+MDP e o AE2+MDP também apresentaram um maior número de amostras com microinfiltração marginal.⁸² Num estudo idêntico, onde foi avaliada a microinfiltração marginal em classes V com dois adesivos universais aplicados nas técnicas *self-etch* e *etch-and-rinse*, e sendo um dos adesivos estudados o *Scotchbond™ Universal*, demonstraram que quando aplicados na técnica *self-etch*, ambos os adesivos obtiveram os piores resultados nas margens em esmalte.⁸³ Relativamente às características protocolares utilizadas no referido estudo foi muito similar à presente investigação, apenas diferenciado pela resina composta utilizada, o número de ciclos de termociclagem e o método de medição da microinfiltração.

Baseado nos resultados de ambos os estudos e da presente investigação, o facto de ter ocorrido infiltração no esmalte poderá também ser atribuído à técnica de aplicação do adesivo escolhida. Quando aplicado um adesivo universal com a técnica *self-etch*, o mesmo não apresenta a mesma capacidade de desmineralização que o ácido ortofosfórico.^{83,94}

A capacidade de desmineralização de um adesivo universal, de entre outros fatores, está diretamente ligada ao pH. Na generalidade dos adesivos universais, o seu pH encontra-se nas categorias *ultra mild* ($\text{pH} \geq 2,5$) e *mild* ($\text{pH} \approx 2$) e *intermediately strong*

(pH entre 1 e 2).³ No entanto, está comprovado a necessidade de um meio suficientemente ácido para ocorrer a dissolução da *smear layer* e dos *smear plugs*, e consequente, maior facilidade de impregnação do adesivo na dentina, contudo, um meio muito ácido poderá remover cálcio em excesso, e em contrapartida, diminuirá a sua capacidade de ligação com o monómero funcional 10-MDP.⁶ Posto isto, o pH mais aconselhável para os adesivos universais que incorporam o 10-MDP são os de categoria *mild* (pH $\approx$ 2), demonstrando ser a melhor opção ao melhorar a ligação química à dentina com o aumento da formação de sais de cálcio estáveis.^{1,2,7} Mesmo demonstrados os bons resultados no que diz respeito à adesão química com a dentina, a eficácia da adesão ao esmalte continua a ser inferior. Esta desvantagem pode ser compensada, como já referido anteriormente, com o condicionamento seletivo do esmalte prévio à aplicação do adesivo.^{1,2}

Quando comparado o pH dos adesivos utilizados na presente investigação, o adesivo *Futurabond*® M+ é o que apresenta o pH mais ácido (pH 2,07), seguido pelos adesivos experimentais AE1+MDP (pH 2,28) e AE1 (pH 2,10), classificando-se na categoria *mild*. Esta característica poderá estar associada aos resultados obtidos pelo adesivo *Futurabond*® M+, tendo sido o adesivo que apresentou menos amostras com microinfiltração. Os restantes adesivos, *Scotchbond*™ *Universal* (pH 2,81), AE2+MDP (pH 3,45) e AE2 (pH 4,49), encontram-se inseridos na categoria *ultra mild*.

No estudo de Karaman e Güler em 2016, onde avaliaram a adaptação marginal de restaurações em classes V com sistemas adesivos universais, um dos adesivos estudados foi o *Scotchbond*™ *Universal* nas vertentes de aplicação *etch-and-rinse* e *self-etch*. Os resultados relativos aos adesivo *Scotchbond*™ *Universal*, quando aplicado em ambas as técnicas, demonstraram ser similares tanto no esmalte como na dentina. Quando comparados os resultados do *Scotchbond*™ *Universal* aplicado na técnica *self-etch* da presente investigação com os resultados obtidos no referido estudo, é possível concluir que o resultado dos presentes autores foi superior.⁸⁶ Apesar do protocolo utilizado ter sido praticamente igual ao da presente investigação, o número de ciclos da termociclagem, a resina composta utilizada, o fotopolimerizador e a intensidade da luz aplicada foram diferentes. Todos estes fatores poderão estar na origem dos resultados finais.

Num estudo realizado por Muñoz *et al.* em 2014, concluiu que ao ser aplicado tanto na técnica *etch-and-rinse* como na *self-etch*, a performance do adesivo *Scotchbond*™

Universal era similar.⁹⁵ Para além de ter na sua constituição o 10-MDP, este adesivo incorpora um copolímero de ácido polialquenóico (*VitrebondTM*), que apresenta a capacidade de formar ligação química com o cálcio da HAp, contribuindo para uma adesão mais estável.^{83,95} Com a presença do *VitrebondTM* e do 10-MDP, ambas as moléculas poderão competir entre si pelo cálcio presente na HAp,⁴⁶ no entanto, ambas estão associadas à melhoria do desempenho do adesivo.¹

VI CONCLUSÃO

Com este trabalho de investigação pode-se concluir que:

1- Quando aplicados na técnica *self-etch*, os adesivos experimentais com e sem Bis-GMA, não apresentaram diferenças estatisticamente significativas na microinfiltração marginal quando comparados com os adesivos comerciais.

2- Independentemente da realização de termociclagem ou não nos grupos estudados, não houve diferenças estatisticamente significativas na microinfiltração marginal entre os adesivos experimentais e os adesivos comerciais.

3- O adesivo experimental AE2, apesar de não apresentar diferença estatisticamente significativa, em relação aos restantes adesivos experimentais, foi o que apresentou o menor número de amostras com microinfiltração marginal.

VII PERSPETIVAS FUTURAS

Atendendo aos resultados obtidos, e tratando-se de uma investigação na qual foi utilizado adesivos experimentais, torna-se necessário a realização de mais estudos nomeadamente:

- 1- Adicionar um protocolo de envelhecimento térmico com maior duração.
- 2- Avaliar a microinfiltração marginal dos sistemas adesivos experimentais contendo um pH mais baixo.

VIII REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- 1 Van Meerbeek B, Yoshihara K, Yoshida Y, Mine A, De Munck J, Van Landuyt KL. State of the art of self-etch adhesives. *Dent Mater*. 2011;27(1):17-28.
- 2 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(1):7-34.
- 3 Nagarkar S, Theis-Mahon N, Perdigão J. Universal dental adhesives: Current status, laboratory testing, and clinical performance. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater*. 2019;107(6):2121-2131.
- 4 Van Meerbeek B, Peumans M, Poitevin A, Mine A, Van Ende A, Neves A, De Munck J. Relationship between bond-strength tests and clinical outcomes. *Dent Mater*. 2010;26(2):e100-21.
- 5 Vasconcelos e Cruz J, Brito J, Polido M, Gonçalves L. A new experimental adhesive system containing G-IEMA—Physicochemical properties. *J. Adhes. Sci. Technol*. 2019;33(4):418–432.
- 6 Vasconcelos E Cruz J, Polido M, Brito J, Gonçalves LL. Dentin Bonding and SEM Analysis of a New Experimental Universal Adhesive System Containing a Dendrimer. *Polymers (Basel)*. 2020;12(2):461.
- 7 Perdigão J, Swift EJ Jr. Universal Adhesives. *J Esthet Restor Dent*. 2015;27(6):331-4.
- 8 Fabianelli A, Pollington S, Davidson CL, Cagidiaco MC, Goracci C. The relevance of microleakage studies. 2007.

- 9 Shahmoradi M, Bertassoni LE, Elfallah HM, Swain M. Fundamental Structure and Properties of Enamel, Dentin and Cementum: Structure of Enamel. In Ben-Nissan B. *Advances in Calcium a Phosphate Biomaterials*. 2^a ed. Springer; 2014. p. 511-547.
- 10 Lacruz RS. Enamel: Molecular identity of its transepithelial ion transport system. *Cell Calcium*. 2017;65:1-7.
- 11 Lacruz RS, Habelitz S, Wright JT, Paine ML. DENTAL ENAMEL FORMATION AND IMPLICATIONS FOR ORAL HEALTH AND DISEASE. *Physiol Rev*. 2017;97(3):939-993.
- 12 Smith CE, Wazen R, Hu Y, Zalzal SF, Nanci A, Simmer JP, Hu JC. Consequences for enamel development and mineralization resulting from loss of function of ameloblastin or enamelin. *Eur J Oral Sci*. 2009;117(5):485-97.
- 13 Nurbaeva MK, Eckstein M, Feske S, Lacruz RS. Ca²⁺ transport and signalling in enamel cells. *J Physiol*. 2017;595(10):3015-3039.
- 14 Varga G, Kerémi B, Bori E, Földes A. Function and repair of dental enamel - Potential role of epithelial transport processes of ameloblasts. *Pancreatology*. 2015;15(4 Suppl): S55-60.
- 15 Carvalho RM, Tjäderhane L., Manso, AP, Carrilho, MR, Carvalho CAR. Dentin as a bonding substrate. *Endodontic topics*. 2009; 21(1), 62-88.
- 16 Nanci A. *Ten Cate's oral histology: development, structure, and function*. 9th edition. Mosby-Year Book Inc; 2017.
- 17 Sezinando A. Looking for the ideal adhesive—a review. *Revista Portuguesa de Estomatologia, Medicina Dentária e Cirurgia Maxilofacial*. 2014; 55(4), 194-206.
- 18 Breschi L, Maravic T, Cunha SR, Comba A, Cadenaro M, Tjäderhane L, Pashley DH, Tay FR, Mazzoni A. Dentin bonding systems: From dentin collagen structure to bond preservation and clinical applications. *Dent Mater*. 2018 Jan;34(1):78-96.

- 19 Cardoso MV, de Almeida Neves A, Mine A, Coutinho E, Van Landuyt K, De Munck J, Van Meerbeek B. Current aspects on bonding effectiveness and stability in adhesive dentistry. *Aust Dent J*. 2011;56 Suppl 1:31-44.
- 20 Bedran-Russo A, Leme-Kraus AA, Vidal CMP, Teixeira EC. An Overview of Dental Adhesive Systems and the Dynamic Tooth-Adhesive Interface. *Dent Clin North Am*. 2017;61(4):713-731.
- 21 Ritter AV, Walter R, Boushell L. W. Sturdevant's Art and Science of Operative Dentistry. 7th ed. St Louis: Elsevier; 2018. 699 p.
- 22 Hand AR, Frank ME. Fundamentals of Oral Histology and Physiology. 1st ed. Wiley-Blackwell; 2015. 296 p.
- 23 Sangwichit K, Kingkaew R, Pongprueksa P, Senawongse P. Effect of thermocycling on the durability of etch-and-rinse and self-etch adhesives on dentin. *Dent Mater J*. 2016;35(3):360-8.
- 24 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(1):7-34.
- 25 Perdigão J, Araujo E, Ramos RQ, Gomes G, Pizzolotto L. Adhesive dentistry: Current concepts and clinical considerations. *J Esthet Restor Dent*. 2021;33(1):51-68.
- 26 Van Meerbeek B, De Munck J, Yoshida Y, Inoue S, Vargas M, Vijay P, Van Landuyt K, Lambrechts P, Vanherle G. Buonocore memorial lecture. Adhesion to enamel and dentin: Current status and future challenges. *Oper Dent* 2003;28(3):215–235.
- 27 Van Landuyt KL, 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(26):3757-85.

28 Yoshihara K, Hayakawa S, Nagaoka N, Okihara T, Yoshida Y, Van Meerbeek B. Etching Efficacy of Self-Etching Functional Monomers. *J Dent Res*. 2018;97(9):1010-1016.

29 De Munck J, Van Landuyt K, Peumans M, Poitevin A, Lambrechts P, Braem M, Van Meerbeek B. A critical review of the durability of adhesion to tooth tissue: methods and results. *J Dent Res*. 2005;84(2):118-32.

30 Van Meerbeek B, Yoshihara K. Clinical recipe for durable dental bonding: why and how? *J Adhes Dent*. 2014;16:94.

31 Perdigão J, Geraldeli S, Hodges JS. Total-etch versus self-etch adhesive: effect on postoperative sensitivity. *J Am Dent Assoc*. 2003;134(12):1621-9.

32 Yoshihara K, Hayakawa S, Nagaoka N, Okihara T, Yoshida Y, Van Meerbeek B. Etching Efficacy of Self-Etching Functional Monomers. *J Dent Res*. 2018;97(9):1010-1016.

33 Perdigão J, Swift EJ Jr. Universal Adhesives. *J Esthet Restor Dent*. 2015;27(6):331-4.

34 Jacker-Guhr S, Sander J, Luehrs AK. How "Universal" is Adhesion? Shear Bond Strength of Multi-mode Adhesives to Enamel and Dentin. *J Adhes Dent*. 2019;21(1):87-95.

35 Alex G. Universal adhesives: the next evolution in adhesive dentistry? *Compend Contin Educ Dent*. 2015;36(1):15-26.

36 Pouyanfar H, Tabaii ES, Aghazadeh S, Nobari SPTN, Imani MM. Microtensile Bond Strength of Composite to Enamel Using Universal Adhesive with/without Acid

Etching Compared To Etch and Rinse and Self-Etch Bonding Agents. Open Access Maced J Med Sci. 2018;6(11):2186-2192.

37 Tian F, Zhou L, Zhang Z, Niu L, Zhang L, Chen C, Zhou J, Yang H, Wang X, Fu B, Huang C, Pashley DH, Tay FR. Paucity of Nanolayering in Resin-Dentin Interfaces of MDP-based Adhesives. J Dent Res. 2016;95(4):380-7.

38 Dimitriadi M, Panagiotopoulou A, Pelecanou M, Yannakopoulou K, Eliades G. Stability and reactivity of γ -MPTMS silane in some commercial primer and adhesive formulations. Dent Mater. 2018;34(8):1089-1101.

39 Carrilho E, Cardoso M, Marques Ferreira M, Marto CM, Paula A, Coelho AS. 10-MDP Based Dental Adhesives: Adhesive Interface Characterization and Adhesive Stability-A Systematic Review. Materials (Basel). 2019;12(5):790.

40 Yoshihara K, Nagaoka N, Hayakawa S, Okihara T, Yoshida Y, Van Meerbeek B. Chemical interaction of glycerophosphate dimethacrylate (GPDM) with hydroxyapatite and dentin. Dent Mater. 2018;34(7):1072-1081.

41 Yoshihara K, Nagaoka N, Okihara T, Kuroboshi M, Hayakawa S, Maruo Y, Nishigawa G, De Munck J, Yoshida Y, Van Meerbeek B. Functional monomer impurity affects adhesive performance. Dent Mater. 2015;31(12):1493-501.

42 Moszner N, Salz U, Zimmermann J. Chemical aspects of self-etching enamel-dentin adhesives: a systematic review. Dent Mater. 2005;21(10):895-910.

43 Yoshida Y, Van Meerbeek B, Nakayama Y, Yoshioka M, Snauwaert J, Abe Y, Lambrechts P, Vanherle G, Okazaki M. Adhesion to and decalcification of hydroxyapatite by carboxylic acids. J Dent Res. 2001;80(6):1565-9.

44 Yoshioka M, Yoshida Y, Inoue S, Lambrechts P, Vanherle G, Nomura Y, Okazaki M, Shintani H, Van Meerbeek B. Adhesion/decalcification mechanisms of acid interactions with human hard tissues. J Biomed Mater Res. 2002;59(1):56-62.

- 45 Yoshida Y, Yoshihara K, Nagaoka N, Hayakawa S, Torii Y, Ogawa T, Osaka A, Meerbeek BV. Self-assembled Nano-layering at the Adhesive interface. *J Dent Res.* 2012 ;91(4):376-81.
- 46 Yoshihara K, Yoshida Y, Hayakawa S, Nagaoka N, Torii Y, Osaka A, Suzuki K, Minagi S, Van Meerbeek B, Van Landuyt KL. Self-etch monomer-calcium salt deposition on dentin. *J Dent Res.* 2011;90(5):602-6.
- 47 BOWEN RL. Properties of a silica-reinforced polymer for dental restorations. *J Am Dent Assoc.* 1963;66:57-64.
- 48 Söderholm KJ, Mariotti A. BIS-GMA--based resins in dentistry: are they safe? *J Am Dent Assoc.* 1999 Feb;130(2):201-9.
- 49 Olea N, Pulgar R, Pérez P, Olea-Serrano F, Rivas A, Novillo-Fertrell A, Pedraza V, Soto AM, Sonnenschein C. Estrogenicity of resin-based composites and sealants used in dentistry. *Environ Health Perspect.* 1996;104(3):298-305.
- 50 He J, Kopperud HM. Preparation and characterization of Bis-GMA-free dental composites with dimethacrylate monomer derived from 9,9-Bis[4-(2-hydroxyethoxy)phenyl]fluorene. *Dent Mater.* 2018;34(7):1003-1013.
- 51 Bationo R, Jordana F, Boileau MJ, Colat-Parros J. Release of monomers from orthodontic adhesives. *Am J Orthod Dentofacial Orthop.* 2016;150(3):491-8.
- 52 Maserejian NN, Trachtenberg FL, Hauser R, McKinlay S, Shrader P, Tavares M, Bellinger DC. Dental composite restorations and psychosocial function in children. *Pediatrics.* 2012;130(2):e328-38.
- 53 Luo S, Zhu W, Liu F, He J. Preparation of a Bis-GMA-Free Dental Resin System with Synthesized Fluorinated Dimethacrylate Monomers. *Int J Mol Sci.* 2016;17(12):2014.

- 54 Schneider LF, Cavalcante LM, Silikas N. Shrinkage Stresses Generated during Resin-Composite Applications: A Review. *J Dent Biomech*. 2010;2010:131630.
- 55 Yu B, Liu F, He J. Preparation of low shrinkage methacrylate-based resin system without Bisphenol A structure by using a synthesized dendritic macromere (G-IEMA). *J Mech Behav Biomed Mater*. 2014; 35: 1–8.
- 56 Yu B, Liu F, He J, He Y, Lin Z. Preparation of Bis-GMA-free Dental Restorative Composites with Dendritic Macromer (G-IEMA). *Adv Polym Technol*. 2015;34(4): 215–219.
- 57 von Fraunhofer JA. Adhesion and cohesion. *Int J Dent*. 2012; 2012:951324.
- 58 Özcan M., Dündar M., Erhan Çömlekoğlu M. Adhesion concepts in dentistry: tooth and material aspects. *Journal of adhesion science and technology*. 2012; 26(24), 2661-2681.
- 59 Marshall SJ, Bayne SC, Baier R, Tomsia AP, Marshall GW. A review of adhesion science. *Dent Mater*. 2010;26(2):e11-e16.
- 60 BUONOCORE MG. A simple method of increasing the adhesion of acrylic filling materials to enamel surfaces. *J Dent Res*. 1955;34(6):849-53.
- 61 Hilton TJ, Ferracane JL, Broome JC. *Summitt's Fundamentals of Operative Dentistry*. 4th ed. Quintessence Publishing Co, inc.; 2013. 600 p.
- 62 Perdigão J, Reis A, Loguercio AD. Dentin adhesion and MMPs: a comprehensive review. *J Esthet Restor Dent*. 2013;25(4):219-41.
- 63 Yao C, Ahmed MH, Yoshihara K, Mercelis B, Parise Gré C, Van Landuyt KL, Huang C, Van Meerbeek B. Bonding to enamel using alternative Enamel Conditioner/etchants. *Dent Mater*. 2019;35(10):1415-1429.
- 64 Fusayama T, Nakamura M, Kurosaki N, Iwaku M. Non-pressure adhesion of a new adhesive restorative resin. *J Dent Res*. 1979;58(4):1364-70.

- 65 Arias VG, Campos IT, Pimenta LA. Microleakage study of three adhesive systems. *Braz Dent J.* 2004;15(3):194-8.
- 66 Betancourt DE, Baldion PA, Castellanos JE. Resin-Dentin Bonding Interface: Mechanisms of Degradation and Strategies for Stabilization of the Hybrid Layer. *Int J Biomater.* 2019;2019:5268342.
- 67 Nakabayashi N, Kojima K, Masuhara E. The promotion of adhesion by the infiltration of monomers into tooth substrates. *J Biomed Mater Res* 1982;16:265-273.
- 68 Kidd EA. Microleakage: a review. *J Dent.* 1976 Sep;4(5):199-206.
- 69 Patanjali S, Arora A, Arya A, Grewal MS. An *In Vitro* Study of Effect of Beveling of Enamel on Microleakage and Shear Bond Strength of Adhesive Systems in Primary and Permanent Teeth. *Int J Clin Pediatr Dent.* 2019;12(3):205-210.
- 70 Pashley DH. Clinical considerations of microleakage. *J Endod.* 1990;16(2):70-7.
- 71 Taylor MJ, Lynch E. Microleakage. *J Dent.* 1992;20(1):3-10.
- 72 Arias VG, Campos IT, Pimenta LA. Microleakage study of three adhesive systems. *Braz Dent J.* 2004;15(3):194-8.
- 73 Golbari N, Kasraei S, Afrasiabi A, Mostajir E, Mojahedi SM. Effect of Diode Laser (810 nm) Irradiation on Marginal Microleakage of Multi-mode Adhesive Resins in Class V Composite Restorations. *J Lasers Med Sci.* 2019 Fall;10(4):275-282.
- 74 Baygin O, Korkmaz FM, Arslan I. Effects of different types of adhesive systems on the microleakage of compomer restorations in Class V cavities prepared by Er,Cr:YSGG laser in primary teeth. *Dent Mater J.* 2012;31(2):206-14.
- 75 Guéders AM, Charpentier JF, Albert AI, Geerts SO. Microleakage after thermocycling of 4 etch and rinse and 3 self-etch adhesives with and without a flowable composite lining. *Oper Dent.* 2006;31(4):450-5.

- 76 Khoroushi M, Ehteshami A. Marginal microleakage of cervical composite resin restorations bonded using etch-and-rinse and self-etch adhesives: two dimensional vs. three dimensional methods. *Restor Dent Endod*. 2016;41(2):83-90.
- 77 Jacker-Guhr S, Ibarra G, Oppermann LS, Lührs AK, Rahman A, Geurtsen W. Evaluation of microleakage in class V composite restorations using dye penetration and micro-CT. *Clin Oral Investig*. 2016;20(7):1709-18.
- 78 Patel MU, Punia SK, Bhat S, Singh G, Bhargava R, Goyal P, Oza S, Raiyani CM. An in vitro Evaluation of Microleakage of Posterior Teeth Restored with Amalgam, Composite and Zirconomer - A Stereomicroscopic Study. *J Clin Diagn Res*. 2015;9(7):ZC65-7.
- 79 International Organization for Standardization (ISO) with Technical Specification (ISO/TS) 11405. 2015 Reference number ISO/TS 11405: 2015
- 80 Schmid-Schwap M, Graf A, Preinerstorfer A, Watts DC, Piehslinger E, Schedle A. Microleakage after thermocycling of cemented crowns--a meta-analysis. *Dent Mater*. 2011;27(9):855-69.
- 81 Manso AG, González-Lopez S, Bolaños-Carmona V, Maurício PJ, Félix SA, Carvalho PA. Regional bond strength to lateral walls in class I and II ceramic inlays luted with four resin cements and glass-ionomer luting agent. *J Adhes Dent*. 2011;13(5):455-65.
- 82 Kermanshah H, Khorsandian H. Comparison of microleakage of Scotchbond™ Universal Adhesive with methacrylate resin in Class V restorations by two methods: Swept source optical coherence tomography and dye penetration. *Dent Res J (Isfahan)*. 2017;14(4):272-281.
- 83 Shafiei F, Dehghani Z, Jowkar Z. The influence of the operator's experience on the microleakage of two universal adhesives. *Clin Exp Dent Res*. 2021 May 26.

- 84 Bahari M, Mohammadi N, Alizadeh Oskoei P, Savadi Oskoei S, Davoodi F. Effect of an extra layer of hydrophobic resin on the microleakage of Class V composite resin restorations with a universal adhesive system. *J Investig Clin Dent*. 2017;8(3).
- 85 Khoroushi M, Ehteshami A. Marginal microleakage of cervical composite resin restorations bonded using etch-and-rinse and self-etch adhesives: two dimensional vs. three dimensional methods. *Restor Dent Endod*. 2016;41(2):83-90.
- 86 Karaman E, Güler E. Marginal Adaptation of Class V Restorations with a New Universal Adhesive. *Int J Periodontics Restorative Dent*. 2016;36(1):125-30.
- 87 Gale MS, Darvell BW. Thermal cycling procedures for laboratory testing of dental restorations. *J Dent*. 1999;27(2):89-99.
- 88 Morresi AL, D'Amario M, Capogreco M, Gatto R, Marzo G, D'Arcangelo C, Monaco A. Thermal cycling for restorative materials: does a standardized protocol exist in laboratory testing? A literature review. *J Mech Behav Biomed Mater*. 2014;29:295-308.
- 89 Rosa WL, Piva E, Silva AF. Bond strength of universal adhesives: A systematic review and meta-analysis. *J Dent*. 2015;43(7):765-76.
- 90 Costa DM, Somacal DC, Borges GA, Spohr AM. Bond Capability of Universal Adhesive Systems to Dentin in Self-etch Mode after Short-term Storage and Cyclic Loading. *Open Dent J*. 2017;11:276-283.
- 91 Peumans M, De Munck J, Van Landuyt K, Van Meerbeek B. Thirteen-year randomized controlled clinical trial of a two-step self-etch adhesive in non-carious cervical lesions. *Dent Mater* 2015;31:308–14.
- 92 Diniz AC, Bandeca MC, Pinheiro LM, Dos Santos Almeida LJ Jr, Torres CR, Borges AH, Pinto SC, Tonetto MR, De Jesus Tavares RR, Firoozmand LM. Influence of Different Etching Modes on Bond Strength to Enamel using Universal Adhesive Systems. *J Contemp Dent Pract*. 2016;17(10):820-825.

- 93 Suda S, Tsujimoto A, Barkmeier WW, Nojiri K, Nagura Y, Takamizawa T, Latta MA, Miyazaki M. Comparison of enamel bond fatigue durability between universal adhesives and two-step self-etch adhesives: Effect of phosphoric acid pre-etching. *Dent Mater J.* 2018;37(2):244-255.
- 94 McLean DE, Meyers EJ, Guillory VL, Vandewalle KS. Enamel Bond Strength of New Universal Adhesive Bonding Agents. *Oper Dent.* 2015;40(4):410-7.
- 95 Muñoz MA, Sezinando A, Luque-Martinez I, Szesz AL, Reis A, Loguercio AD, Bombarda NH, Perdigão J. Influence of a hydrophobic resin coating on the bonding efficacy of three universal adhesives. *J Dent.* 2014;42(5):595-602.

IX ANEXOS

Anexo I: Aprovação da Comissão de Ética Egas Moniz

Comissão de Ética EGAS MONIZ

Proc. Interno nº 935

Ex.mo Senhor
André Matão

Monte de Caparica, 28 de janeiro de 2021.

Ex.mo Senhor,

Em resposta ao Pedido de Parecer que submeteu à apreciação da Comissão de Ética da Egas Moniz, com o tema denominado **"Estudo da Microinfiltração Marginal de Sistemas Adesivos Universais Experimentais, com e sem Bis-GMA, na vertente Self-Etch"**, foi aprovado por unanimidade.

Com os melhores cumprimentos,

A Presidente da Comissão de Ética da Egas Moniz

Profª. Doutora Maria Fernanda de Mesquita

EGAS MONIZ – COOPERATIVA DE ENSINO SUPERIOR, CRL
Campus Universitário – Quinta da Granja – Monte de Caparica
2829-511 Caparica

