



**INSTITUTO UNIVERSITÁRIO EGAS MONIZ**

**MESTRADO INTEGRADO EM MEDICINA DENTÁRIA**

**POTENCIAL DESMINERALIZANTE DE VÁRIAS ESTRATÉGIAS  
ADESIVAS EM ESMALTE**

Trabalho submetido por

**Manuela Juliana Ferreira Afonso**

para a obtenção do grau de Mestre em Medicina Dentária

**outubro de 2018**





**INSTITUTO UNIVERSITÁRIO EGAS MONIZ**

**MESTRADO INTEGRADO EM MEDICINA DENTÁRIA**

**POTENCIAL DESMINERALIZANTE DE VÁRIAS ESTRATÉGIAS  
ADESIVAS EM ESMALTE**

Trabalho submetido por  
**Manuela Juliana Ferreira Afonso**  
para a obtenção do grau de Mestre em Medicina Dentária

Trabalho orientado por  
**Prof<sup>ª</sup>. Doutora Alexandra Pinto**

e coorientado por  
**Prof<sup>ª</sup>. Doutora Inês Caldeira Fernandes**

**outubro de 2018**



## **DEDICATÓRIA**

*Aos meus Pais, Irmão e em especial ao Tio Anibal*



## AGRADECIMENTOS

À minha orientadora, Prof. Doutora Alexandra Pinto Rodrigues, por toda a paciência e disponibilidade. Uma ajuda fundamental para a realização deste trabalho.

À minha co-orientadora, Prof. Doutora Inês Caldeira Fernandes, por todo o conhecimento e simpatia.

À Prof. Doutora Ana Mano Azul, por me ter dado a oportunidade de ser monitora na cadeira de Dentisteria, um papel que me fez ganhar uma paixão enorme pela área e impulsionar a realização desta investigação.

À casa que me formou por todo o conhecimento e por me ter permitido contactar com pacientes incríveis que levo comigo no coração.

Aos meus pais e irmão, que foram um pilar muito importante durante toda a minha vida académica. Obrigada pelo apoio, pela força e pelo carinho que sempre me prestaram, mesmo nos momentos mais difíceis.

Por fim, gostaria de agradecer aos meus colegas de Mestrado e Licenciatura que comentaram o meu trabalho e deram sugestões, bem como a todos os amigos que, de alguma forma, contribuíram para a elaboração deste trabalho, pela paciência, pela dedicação e pelo companheirismo que sempre demonstraram.



## RESUMO

**Objetivo:** Avaliar a resistência adesiva ao esmalte por microtração, às 24h, de diferentes estratégias adesivas.

**Materiais e Métodos:** 40 molares humanos hígidos foram aleatoriamente distribuídos por quatro grupos, e cada um foi tratado da seguinte forma: (1) OFL, Optibond FL (Kerr Corporation®) segundo as normas do fabricante (n=10); (2) OFL NE, Optibond FL (Kerr Corporation®) sem condicionamento com ácido ortofosfórico (n=10); (3) CSE, Clearfil SE Bond 2 (Kuraray Dental®) segundo as normas do fabricante (n=10) e (4) CSE SEE, Clearfil SE Bond 2 (Kuraray Dental®) com *selective enamel etching* (n=10). Foram então restaurados com resina composta (Filtek Z250, cor A2), em incrementos de 2mm, até perfazer 4mm de altura, sendo depois armazenados 24h numa estufa a 37°C. As amostras foram seccionadas em palitos de 1mm<sup>2</sup>. De seguida, os palitos foram individualmente submetidos a uma força de tração até ocorrer fratura, numa máquina de testes universais, à velocidade de 1mm/min, e registado o valor de resistência adesiva em MPa. Por fim, as fraturas foram analisadas com o auxílio de um microscópio ótico, Leica ATC 2000. Os dados foram analisados pela ANOVA two-way para p<0.05.

**Resultados:** Os valores médios mais elevados de resistência adesiva foram obtidos para os grupos com aplicação prévia de ácido OFL (32,0 +/- 4,3 MPa) e CSE SEE (24,5 +/- 4,5 MPa). Os valores médios de resistência adesiva obtidos com o sistema adesivo OFL são significativamente superiores aos do sistema adesivo CSE.

**Conclusão:** O condicionamento ácido prévio na adesão ao esmalte continua a ser um passo indispensável para uma melhor *performance* adesiva.

**Palavras-chave:** Adesão, Esmalte, *Etch-and-rinse*, *Self-etch*, Resistência adesiva, Microtração

## ABSTRACT

**Purpose:** The aim of this study was to evaluate the microtensile bond strength to enamel, at 24 hours, under different adhesive protocols.

**Materials and Methods:** 40 healthy human molars were randomly assigned to four groups, and were treated as follows: (1) OFL, Optibond FL (Kerr Corporation®) according to manufacturer's instructions (n=10); (2) OFL NE, Optibond FL (Kerr Corporation®) without orthophosphoric acid etching (n=10); (3) CSE, Clearfil SE Bond (Kuraray Dental®) according to manufacturer's instructions (n=10); (4) CSE SEE, Clearfil SE Bond (Kuraray Dental®) with *selective enamel etching* (n=10). Composite resin restorations were made (Filtek Z250, color A2) with 2mm increments till 4mm in height and then stored for 24 hours at 37°C. The samples were sectioned in 1mm<sup>2</sup> beams and pulled in a universal test machine at a speed of 1mm/min until fracture occurred. Bond strength value was recorded in MPa. Finally, the fractures were classified with the aid of an optical microscope, Leica ARC 2000. The results were analyzed by ANOVA two-way at p<0.05.

**Results:** The highest mean values of adhesive microtensile bond strength were obtained in the groups with acid application OFL (32.0 +/- 4.3 MPa) and CSE SEE (24.5 +/- 4.5 MPa). The average results of adhesive strength obtained with OFL adhesive system recorded significant higher values than CSE adhesive system.

**Conclusions:** The acid conditioning in enamel adhesion continues to be an essential step for a better adhesive performance.

**Key words:** Adhesion, Enamel, *Etch-and-rinse*, *Self-Etch*, Bond strength, Microtensile.

## ÍNDICE GERAL

I.	INTRODUÇÃO .....	9
1.	Substrato – Esmalte e dentina .....	10
1.1.	Esmalte.....	10
1.2.	Dentina .....	10
2.	Adesão.....	11
3.	Evolução dos sistemas adesivos .....	14
4.	<i>Etch-and-rinse vs Self-etch:</i> .....	17
5.	Adesão ao Esmalte .....	19
6.	Influência de <i>primer</i> ácido vs ácido fosfórico em Esmalte .....	21
7.	Resistência Adesiva - Teste de Microtração .....	22
II.	OBJETIVO .....	25
III.	HIPÓTESES DE ESTUDO.....	27
IV.	MATERIAIS E MÉTODOS .....	29
1.	Seleção dos dentes e condições de armazenamento .....	29
2.	Materiais .....	30
3.	Métodos .....	32
3.1.	Protocolo de preparação das amostras para a avaliação da resistência adesiva.....	32
3.1.1.	Montagem e preparação da amostra .....	32
3.1.2.	Aplicação do sistema adesivo e resina composta.....	34
3.1.3.	Secção das amostras em palitos .....	41
3.1.4.	Teste de microtração .....	42
3.1.5.	Análise das fraturas .....	43
V.	RESULTADOS .....	45
1.	Exposição dos dados obtidos .....	45
2.	Análise estatística .....	50
VI.	DISCUSSÃO .....	53
VII.	CONCLUSÃO .....	57
1.	Relevância clínica.....	57
2.	Perspetivas Futuras.....	57
VIII.	BIBLIOGRAFIA.....	59
IX.	ANEXOS	

## INDÍCE DE FIGURAS

<b>Figura 1.</b> Diagrama de representação de da adesão.....	12
<b>Figura 2.</b> Demonstração da área ( $x \times y$ ) da interface adesiva de um "palito".....	23
<b>Figura 3.</b> Amostras fixadas no suporte de acrílico com as duas linhas perpendiculares marcadas ao longo eixo do dente - Uma linha 2mm abaixo da junção amelocimentária (JAC) e outra linha de corte de esmalte coronário.....	32
<b>Figura 4.</b> Separação da porção de interesse, pelas linhas marcadas, com um micrótomo de corte.....	33
<b>Figura 5.</b> Simulação da <i>smear layer</i> com com um disco de lixa Sic de 600 numa máquina polidora.....	33
<b>Figura 6.</b> Optibond FL Prime e Optibond FL Adhesive.....	34
<b>Figura 7.</b> Sequência de preparação do grupo OFL.....	35
<b>Figura 8.</b> Sequência de preparação do grupo OFL NE.....	36
<b>Figura 9.</b> Clearfil SE <i>Primer e Bond</i> .....	37
<b>Figura 10.</b> Sequência de preparação do grupo CSE.....	38
<b>Figura 11.</b> Sequência de preparação do grupo CSE SEE.....	39
<b>Figura 12.</b> Aplicação de resina em incrementos de 2mm até perfazer 4mm.....	40
<b>Figura 13.</b> Aplicação de glicerina.....	40
<b>Figura 14.</b> Estufa.....	41
<b>Figura 15.</b> Micrótomo de tecidos duros.....	41
<b>Figura 16.</b> Palitos armazenados em água desionizada a $23 \pm 2^\circ\text{C}$ .....	41
<b>Figura 17.</b> Palitos fixados com cola de cianocrilato em JiGs de aço inoxidável.....	42
<b>Figura 18.</b> Palito fixado no JiG pronto a ser testado na máquina de testes universais.....	42
<b>Figura 19.</b> Palito fraturado após teste de microtração.....	43
<b>Figura 20.</b> Medição do X e Y com uma craveira digital.....	43
<b>Figura 21.</b> Microscópio ótico Leica: ATC 2000.....	43

## INDÍCE DE TABELAS

<b>Tabela 1:</b> Classificação dos sistemas adesivos.....	16
<b>Tabela 2:</b> Tabela dos três padrões de desmineralização do esmalte.....	20
<b>Tabela 3:</b> Grupo experimental para avaliação de resistência adesiva.....	30
<b>Tabela 4:</b> Composição dos materiais.....	31
<b>Tabela 5:</b> Esquema representativo dos tipos de fratura.....	44
<b>Tabela 6:</b> Representação das falhas pré-teste e número total de palitos por grupo.....	45
<b>Tabela 7:</b> Teste de normalidade – avaliação da distribuição normal das amostras por grupo.....	46
<b>Tabela 8:</b> Teste de Homogeneidade das variáveis –Teste de Levene.....	46
<b>Tabela 9:</b> Análise ANOVA two-way.....	47
<b>Tabela 10:</b> Médias e desvios-padrão dos valores de resistência adesiva (MPa) pelos fatores avaliados.....	47
<b>Tabela 11:</b> Valores da média e desvio padrão da resistência adesiva em MPa.....	48
<b>Tabela 12:</b> Distribuição dos tipos de fratura em % por grupo experimental (A-fratura adesiva; CE-fratura coesiva em esmalte; CR-fratura coesiva em resina; M-fratura mista).....	49

## INDÍCE DE GRÁFICOS

<b>Gráfico 1:</b> Representação da média das resistências adesivas em MPa.....	48
<b>Gráfico 2:</b> Percentagens do tipo de fraturas do grupo OFL.....	49
<b>Gráfico 3:</b> Percentagens do tipo de fraturas do grupo OFL NE.....	49
<b>Gráfico 4:</b> Percentagens do tipo de fraturas do grupo CSE.....	50
<b>Gráfico 5:</b> Percentagens do tipo de fraturas do grupo CSE SEE.....	50

## LISTA DE ABREVIATURAS

4-MET: 4-metacriloxietil trimelítico

10- MDP: 10-metacriloxietil dihidrogenofosfato

AD: Adesão/ Descalcificação

Bis-GMA: Bisfenol-A-glicidil dimetacrilato

ER: *Etch-and-rinse*

GPDM: Ácido glicerofosfóricodimetacrilato

HAp: Hidroxiapatite

HEMA: 2-Hidroxietil Metacrilato

ISO/TS: *International Organization for Standardization/Technical Specification*

MDPB: Metacrilóiloxidodecilveridínio

MPa: Megapascal

Phenyl-P: 2-metacriloxietil fenilhidrogeno

SE: *Self-etch*

SiC: Carboneto de Silício

SPSS: *Statistic Package for Social Sciences*

$\mu$ TBS: *Microtensile bond strength*



## I. INTRODUÇÃO

Se há uns anos atrás a Medicina Dentária era caracterizada por tratamentos bastante invasivos, nos dias de hoje tem-se dado um grande ênfase à Dentisteria Minimamente Invasiva, onde a retenção mecânica de materiais restauradores foi substituída, em grande parte, por métodos adesivos de conservação dentária. Conceitos como grandes preparações e extensão para prevenção, propostas por Black, foram substituídos por preparações menores e técnicas restauradoras mais conservadoras. Durante as últimas décadas, os conceitos restauradores mudaram continuamente e a tecnologia adesiva tornou-se cada vez mais importante (Van Meerbeel *et al.*, 1998; Coelho, 2012).

A adesão ao esmalte foi seguida pela desafiante adesão à dentina. Inicialmente projetada com agentes de ligação, evoluiu, gradualmente, para sistemas adesivos *multi-step*, com procedimentos de aplicação complexos. Como forma de facilitar o trabalho do Médico Dentista e de simplificar o ato clínico, surgem os chamados sistemas adesivos universal, *all-in-one* ou multi. Estes ligam-se, não só à dentina, como também ao esmalte (Sezinando, 2014).

No entanto, o atual mercado oferece ao clínico variados materiais com diferentes propriedades, que nem sempre facilitam o Médico Dentista na escolha do mais apropriado na sua prática clínica. Desta forma, é importante avaliar as propriedades e características dos materiais adesivos. Neste contexto, entender a forma como interagem com os tecidos dentários e como utilizá-los, potencia a sua *performance* adesiva (Özcan, Dundar & Erhan, 2012; Delbons *et al.*, 2015).

## 1. Substrato – Esmalte e dentina

### 1.1. Esmalte

O esmalte é um tecido altamente mineralizado que cobre a coroa anatômica do dente. É o único tecido que é totalmente acelular e é composto por uma matriz inorgânica e outra orgânica. A matriz inorgânica é constituída por uma porção de cristais de hidroxiapatite, 96% de matéria mineral, enquanto que a matriz orgânica é constituída por 4% de proteínas e água (Ozean, Dundar & Erhan, 2012; Boushell & Sturdevant, 2013; Creeth *et al.*, 2017).

A espessura deste tecido apresenta cerca de 2mm, mas pode variar conforme a localização no dente. A forma estrutural é caracterizada por prismas, que variam entre 4 e 7µm de diâmetro, orientados na horizontal a nível cervical e mais verticalizados na aproximação das cúspides. Estes primas estão organizados por cristais de hidroxiapatite ( $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$ ), estrutura esta que é composta por fosfato de cálcio - fosfato, cálcio e iões de carbono (Boushell & Sturdevant, 2013; Garg & Garg, 2013; Nanci, 2013).

No que refere às suas propriedades físicas, o esmalte possui um elevado módulo de elasticidade e uma elevada resistência ao desgaste. Apesar de ser um tecido de elevada dureza, este é extremamente quebradiço, razão pela qual exhibe uma baixa resistência à tração. Desta forma, a dentina tem o papel de sustentar o esmalte, o que reduz a possibilidade de fratura na função oral. Quanto à sua cor, é influenciada pela tonalidade da dentina que, por ser translúcido, pode variar entre o branco acinzentado e o branco amarelado (Fruits *et al.*, 2013; Ferraris & Muñoz, 2009).

### 1.2. Dentina

A dentina é, consideravelmente, mais complexa. Composta, em volume, por cristais de hidroxiapatite, 50% de matéria mineral, 30% de matriz orgânica constituída por fibras de colagénio, proteínas e lípidos, e ainda 20% de água (Boushell & Sturdevant, 2013; Nanci, 2013; Mazzoni *et al.*, 2015).

Este substrato consiste em numerosos túbulos cheios de fluído, que provêm da polpa. Estes atravessam a dentina até à junção amelodentinária, tornando a dentina um tecido

altamente permeável. Cada túbulo dentinário, na sua zona mais profunda e próxima da polpa, no seu interior contém processos de odontoblastos (Boushell & Sturdevant, 2013; Nanci, 2013). Ainda assim, a parede dos túbulos é caracterizada por uma dentina mais mineralizada designada de dentina peritubar, ao passo que a dentina que ocupa os espaços entre os túbulos é denominada de dentina intertubular (Vinagre, 2014).

Desta forma, permeabilidade da dentina está dependente da permeabilidade tubular (permeabilidade dentinária) e da permeabilidade da matriz dentinária (permeabilidade intradentinária). A permeabilidade dentinária consiste na capacidade de diferentes substâncias se difundirem até à polpa através dos túbulos dentinários de acordo com o movimento do fluido dentinário. Já a permeabilidade intradentinária descreve a capacidade de difusão dos monómeros adesivos, tanto da matriz dentinária, como também, entre as fibras de colagénio que contornam os túbulos dentinários após o seu condicionamento ácido - formação da camada híbrida e dos *resin-tags* (Vinagre, 2014).

No que se refere as suas propriedades físicas, em comparação com o esmalte, a dentina possui alguma elasticidade devido ao alto teor de água, menor dureza e uma maior resistência adesiva (Boushell & Sturdevant, 2013; Vinagre, 2014).

## 2. Adesão

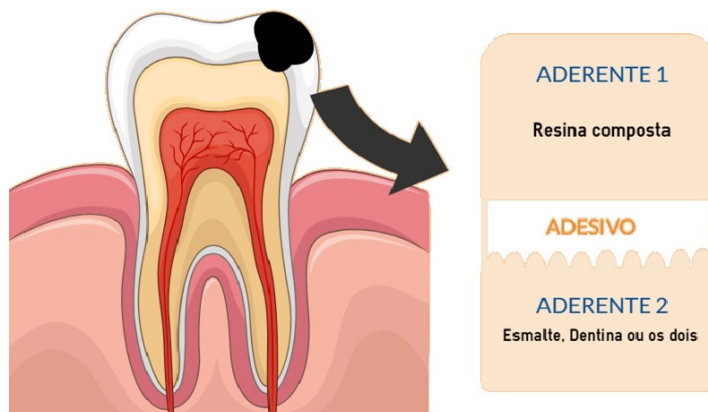
Segundo a norma ISO/TS 11405:2015, o termo adesão é frequentemente definido como "o estado em que duas superfícies são mantidas unidas por forças químicas, mecânicas ou ambas com o auxílio de um adesivo".

Para um material restaurador, a adesão é um dos principais fatores para que este consiga aderir ao esmalte ou à dentina sem uma preparação extensa do dente. (Garg & Garg, 2013)

Para melhor compreensão destes conceitos de adesão, é necessário diferenciar os materiais utilizados:

1. **Adesivo** - agente que une substâncias de dois substratos, que resiste à separação e transmite cargas de uma superfície para a outra.

2. **Aderente** - substrato onde o adesivo é colocado (Ozean, Dundar & Erhan, 2012; Garg & Garg, 2013).



**Figura 1:** Diagrama de representação da adesão. (Adaptado de Garg & Garg, 2013)

A adesão pode ocorrer por meios químicos, físicos e mecânicos. Embora a adesão física e química esteja presente em todas as aplicações de materiais dentários, a sua força de adesão é fraca, quando comparada com a adesão mecânica. A interligação mecânica entre o adesivo e as irregularidades do substrato torna a força de adesão mais eficaz em quase todas as situações (Ozean, Dundar & Erhan, 2012).

Mecanismos de adesão:

1. A **adesão física** envolve: a) Interações Van der Waals - interação entre cargas opostas de íons e dipolos; b) Forças de dispersão - interação de dipolos induzidos; c) Ligações de Hidrogénio (Garg & Garg, 2013).

2. A **adesão química** envolve forças primárias como: a) Ligação covalente - envolve partilha de elétrons entre dois átomos/moléculas. A formação de ligações covalentes liberta energia e está presente em todos os componentes orgânicos; b) Ligação iónica - transferência de elétrons de um átomo para o outro; c) Ligação metálica - é a ligação química dos metais, no qual os elétrons são partilhados entre os átomos numa estrutura cristalina normalmente estável (Garg & Garg, 2013).

3. A **adesão mecânica** ocorre quando há uma impregnação de um material no outro visível, apenas, ao nível microscópico. Em resinas compostas, a adesão envolve a impregnação de resina em esmalte e dentina, formando *resin tags* (Garg & Garg, 2013).

No entanto, existam fatores que afetam a adesão, como é o caso da molhabilidade, ângulo de contacto, energia de superfície e contaminação da superfície (Perdigão, 2007).

A **molhabilidade** é uma expressão de forças atrativas entre as moléculas de um adesivo e de um aderente, ou seja, é um processo de atração molecular que melhora a adesão. Quanto menor a viscosidade do adesivo, melhor será o ângulo de contacto. Perante isto, a adesão física e química estará favorecida. Pode depender de dois fatores: 1) limpeza da superfície do aderente - quanto mais limpa for a superfície, maior a molhabilidade; 2) energia de superfície - quanto maior for a energia, maior a molhabilidade (Garg & Garg, 2013; Giachetti, 1999).

O **ângulo de contacto** refere-se ao ângulo formado entre a superfície de uma gota de líquido e a superfície do aderente. Quanto mais forte for a adesão entre o adesivo e o aderente, mais pequeno é o ângulo de contacto (Garg & Garg, 2013; Vinagre & Ramos, 2016).

A **energia de superfície** mede a força coesiva da superfície do adesivo e do aderente. Geralmente, quanto maior a energia de superfície, maior a propriedade adesiva de um material. Desta forma, a tensão superficial de um líquido e a energia de superfície de um aderente determina o grau de molhabilidade que ocorre (Ralph Rawls *et al.*, 2013).

A **contaminação da superfície** impede a adesão, isto porque, o adesivo tem de preencher as irregularidades da interface para que esta fique lisa e suave. Quanto maior for o teor de água, mais fraca é a adesão. A água reage com ambos os materiais pelo seu grupo polar e ligações de hidrogénio que podem dificultar a adesão (Garg & Garg, 2013).

Independentemente de como funcionam os diferentes sistemas adesivos, todos eles têm compostos semelhantes. No entanto, a sua proporção relativa varia de acordo com as diferentes classes de sistemas adesivos. No geral, a sua composição básica contém ácidos, vários monómeros, solventes orgânicos, iniciadores e inibidores de polimerização e, por vezes, conteúdo inorgânico, cada um com uma função específica (Vinagre & Ramos, 2016).

Basicamente, podem distinguir-se dois tipos de monómeros distintos: a) monómeros funcionais, que exibem geralmente propriedades hidrofílicas e, de acordo com o grupo funcional específico, podem realizar mecanismos distintos, tais como aumentar a molhabilidade do substrato (por exemplo, o HEMA), iniciar a desmineralização do tecido (por exemplo, o fenil-P), determinar propriedades antibacterianas (por exemplo, MDPB) e b) os monómeros de *cross-linking*, com um perfil hidrofóbico, que formam a matriz polimérica do adesivo, responsável pelo seu comportamento biomecânico e pela sua interação e co-polimerização com o material restaurador (Vinagre & Ramos, 2016).

### 3. Evolução dos sistemas adesivos

A multiplicidade dos sistemas adesivos no mercado vieram revolucionar a Dentisteria Restauradora, o que levou a uma necessidade de os classificar. Assim sendo, é possível classificar os sistemas adesivos, quanto à geração a que pertencem; quanto ao número de passos clínicos; quanto ao tipo de solvente utilizado (variação da concentração de etanol, água ou acetona) e quanto à forma como interagem com a *smear layer*. (Coelho, 2012; Breschi, 2013; Pashley *et al.*, 2013)

Os sistemas adesivos das primeiras gerações (1<sup>a</sup>, 2<sup>a</sup> e 3<sup>a</sup> geração), já não são comercializados atualmente, nem aceites, isto porque necessitam de atualizações. Apesar disso, os sistemas *etch-and-rinse* de três passos pertencem à 4<sup>a</sup> geração e os de dois passos à 5<sup>a</sup> geração. Já os *self-etch*, de dois passos, fazem parte da 6<sup>a</sup> geração e os de um passo, à 6<sup>a</sup> e 7<sup>a</sup> gerações (Tabela 1) (Coelho, 2012).

No entanto, a classificação por número de passos clínicos e a atuação dos adesivos na *smear layer*, foi proposta por Van Meerbeek (2003) e é atualmente aceite (Tabela 1):

- Sistemas adesivos *etch-and-rinse*: requerem condicionamento ácido. A sua utilização pode ser de dois passos (ácido e *primer*, e separadamente o *bond*) e três passos (ácido, *primer* e *bond* separadamente) (Perdigão, 2010; Matos, 2011).

- Sistemas adesivos *self-etch*: não requerem condicionamento com ácido prévio. Pode ser aplicado em dois passos (*primer* autocondicionante e *bond*) ou em um passo (*one bottle*) (Perdigão, 2010; Matos, 2011).

As estratégias de adesão dependem de como os sistemas adesivos interagem com a *smear layer*. Esta camada é formada por detritos, na superfície do esmalte e dentina, quando a estrutura do dente é cortada com uma broca ou outro instrumento durante o preparo cavitário. É composta por componentes inorgânicos e orgânicos, como resíduos de colagénio e cristais de hidroxiapatite (Perdigão, 2007). Desta forma, o mecanismo de remoção por completo da *smear layer* é conseguida através do condicionamento ácido do sistema adesivo *etch-and-rinse*, já os sistemas adesivos *self-etch* dissolvem e incorporam a *smear layer* (Coelho, 2012).

Os sistemas adesivos universais são designados, também, como os adesivos *multimodo*. Quimicamente são idênticos aos *self-etch*, num único frasco, com uma solução de *primer* ácido e *bond*. A principal característica destes sistemas é que podem ser aplicados de acordo com diferentes estratégias de adesão, ou seja, é possível optar por uma técnica *self-etch* ou *etch-and-rinse* ou *selective enamel etching* (Tabela 1) (Perdigão *et al.*, 2013; Vinagre & Ramos, 2016).

**Tabela 1:** Classificação dos sistemas adesivos. (Adaptado de Vinagre & Ramos, 2016)

<i>Categoria</i>	<i>Técnica (geração)</i>	<i>Etch</i>	<i>Priming</i>	<i>Adhesive</i>
<i>Etch-and-rinse (ER)</i>	3 passos (4ª geração)	Ácido fosfórico 32- 40%	<i>Primer</i>	Resina Adesiva
	2 passos (5ª geração)	Ácido fosfórico 32- 40%	<i>Primer</i> + Resina Adesiva	
<i>Self-etch (SE)</i>	2 passos (6ª geração)	Monómeros acídicos + <i>Primer</i>		Resina Adesiva
	1 passo (7ª geração)	Monómeros acídicos + <i>Primer</i> + resina adesiva		
<i>Universal</i>	ER 2 passos	Ácido fosfórico 32- 40% (esmalte e dentina)	Monómeros acídicos + <i>Primer</i> + resina adesiva	
	SE 1 passo	Monómeros acídicos + <i>Primer</i> + resina adesiva (esmalte e dentina)		
	<i>Selective enamel etching</i> + SE em dentina	Ácido fosfórico 32- 40% (esmalte)	Monómeros acídicos + <i>Primer</i> + resina adesiva (esmalte e dentina)	

#### 4. *Etch-and-rinse vs Self-etch:*

##### *Etch-and-rinse*

Esta estratégia adesiva inclui dois tipos de técnicas, de acordo com o número de etapas envolvidas, que são:

1. ***Etch-and-rinse de 3 passos*** inclui condicionamento ácido, ácido fosfórico, lavagem com água, aplicação de um *primer* com um monómero funcional hidrofílico, seco com ar, e por fim, uma resina adesiva, *bond*, hidrofóbica que deve ser polimerizada (Tabela1) (Sezinando, 2014).

2. ***Etch-and-rinse de 2 passos*** após condicionamento com ácido fosfórico e lavagem com água é aplicada apenas uma solução (*primer* hidrofílico e *bond* hidrofóbico), seguido por secagem com ar e polimerização (Tabela1) (Sezinando, 2014).

O ácido fosfórico é, geralmente, usado em forma de gel, com uma concentração entre 30% e 40% (pH= 0.1-0.4), durante 15 segundos. O baixo pH também elimina a maioria das bactérias residuais. Este ácido, para além de remover a *smear layer*, é capaz de criar microporosidades que auxilia a impregnação do adesivo (Gu, Bresciani & Barata, 2010; Perdigão, Swift & Walter, 2013).

Já o *primer*, composto por monómeros resinosos, água, acetona e álcool, é responsável por desencadear o processo de formação da camada híbrida. Na dentina, os monómeros impregnam as fibras de colagénio, devido às suas propriedades hidrofílicas, nos espaços ocupados por água, que anteriormente eram preenchidos por hidroxiapatite (Cardoso *et al.* 2011).

Por último, o *bond*, com as suas características hidrofóbicas, tem a capacidade de impregnação de resina para a formação das *resin tags* no esmalte. Já na dentina, os espaços interfibrilares da rede de colagénio e os túbulos de dentina são ocupados pelo mesmo. Após a polimerização, fica retido micromecanicamente um biocompósito hibridizado (Cardoso *et al.* 2011; Breschi *et al.*, 2013; Perdigão *et al.*, 2013).

## *Self-Etch*

Estes sistemas adesivos surgem com o objetivo de simplificar a técnica adesiva, reduzindo o tempo de aplicação (Coelho *et al.*, 2012; Vinagre & Ramos, 2016). Desta forma, são classificados de acordo com o número de passos clínicos:

1. **Self-etch de um passo** - *Self-etch adhesives* - são os adesivos *all-in-one* (*etching*, *primer* e *bonding*), que contêm um monômero ácido funcional, monômeros hidrofílicos e hidrofóbicos, água e solventes orgânicos numa única solução e com um pH inferior a 1 (Tabela1) (Van Meerbeek *et al.* 2011; Coelho, 2012).

2. **Self-etch de dois passos** - *Self-etch primers* - inclui o uso de um *etching primer* hidrofílico, que combina monômeros ácidos capazes de condicionar e preparar a superfície do dente. Como segundo passo neste sistema, é, ainda, usada uma camada de um *bonding agent* hidrofóbico. Estes adesivos têm um pH entre 1 e 2,5 (Tabela 1) (Van Meerbeek *et al.* 2011; Coelho, 2012).

Os sistemas *self-etch* são também classificados dependendo da sua capacidade de desmineralização do substrato dentário. Tal deve-se ao *pH* das soluções adesivas. Desta forma, consideramos estes sistemas como "*strong*" quando temos um *pH* inferior a 1, "*intermediately strong*" com um *pH* de 1.5, "*mild*" com um *pH* de 2 e "*ultra-mild*" com um *pH* superior ou igual a 2.5. Nos sistemas com o *pH* mais baixo, ocorre uma desmineralização mais profunda do substrato, semelhante à do ácido fosfórico. É por isso que os sistemas "*strong*" demonstram melhor adesão ao esmalte (Coelho, 2012; Giannini *et al.*, 2015).

Já que este sistema não usa o passo de condicionamento ácido, é considerado um material adesivo simplificado. Por conseguinte, comparado com o sistema adesivo *etch-and-rinse* tem algumas vantagens, como a diminuição do tempo da aplicação clínica. Este conceito inovador de juntar a mesma etapa no processo de adesão, baseia-se no uso de monômeros acídicos hidrofílicos (Perdigão & Lopes, 1999; Giannini *et al.*, 2015).

A composição básica dos sistemas adesivos *self-etch* é uma solução aquosa de monômeros funcionais ácidos com um *pH* alto. Estes sistemas também têm monômeros de HEMA para aumentar a molhabilidade da superfície (Sano, 2006; Giannini *et al.*, 2015).

O poder de adesão deste sistema é descrito pelo mecanismo da interligação micromecânica, hibridização do esmalte e dentina e interação química entre monômeros

funcionais e a hidroxiapatite. Isto porque, monómeros como o 4-MET, à base de ácidos carboxílicos, como o phenyl-P, à base de fosfatos e o 10-MDP, têm a capacidade de se ligarem quimicamente à hidroxiapatite da estrutura dentária pelo cálcio, através de ligações primárias covalentes e iônicas (Wagner *et al.*, 2014; Tjäderhane, 2015).

Estes adesivos são compostos por água, solvente este, essencial para as reações químicas, uma vez que constitui o meio para a ionização dos monómeros acídicos e gera iões de hidrogénio, fundamentais para a desmineralização do tecido. Estes monómeros acídicos do *primer* são neutralizados pelos iões de fosfato, cálcio e hidroxilo, libertados pela hidroxiapatite durante a sua degradação (Wang & Spencer, 2005; Stangel, Ellis & Sacher, 2007).

## 5. Adesão ao Esmalte

Buonocore (1955), propôs o uso de ácido fosfórico a 85% na adesão de resina acrílica e esmalte. Mais tarde, Silverstone publicou que a concentração ideal do ácido fosfórico seria entre os 30-40% para uma satisfatória adesão ao esmalte. Normalmente, é usado a 37% durante 15-30 segundos. Se a concentração for maior que 50% o monohidrato de fosfato monocálcio pode precipitar, enquanto que se a concentração for mais baixa que 30%, o monohidrato fosfato dicálcio é precipitado e isto interfere com a adesão (Perdigão, 2007; Garg & Garg, 2013).

Gwinnett (1967) foi o primeiro a analisar a interface adesiva com um microscópio eletrónico. Aí, relatou a capacidade da resina penetrar nas irregularidades prismáticas do esmalte, após o ataque ácido, pelo que descreveu uma nova estrutura, que resultou da hibridização do esmalte e da resina.

Para uma adesão micromecânica é necessária a desmineralização da superfície do esmalte e uma abordagem com um *multi-step etch-and-rinse* considerada como um '*gold standard*' para este propósito (Sezinando, 2014).

### *Etch-and-rinse*

O condicionamento do esmalte com ácido fosfórico resulta na remoção da *smear layer* e na formação de microporosidades e macroporosidades, no esmalte, após dissolução da hidroxiapatite, onde há impregnação de resina para a formação das *resin tags* (De Munck *et al.*, 2003; Loguercio *et al.*, 2007). As *macro-tags* de resina preenchem os espaços ao redor dos

prismas de esmalte, enquanto as incontáveis extensões de *micro-tags* de resina cobrem cada cristal de hidroxiapatite individualmente. Estas *micro-tags* são, provavelmente, os principais contribuintes para a adesão do esmalte, considerando que são numerosos e proporcionam uma ampla superfície para adesão. A estrutura e a composição do esmalte são relativamente homogêneas, independentemente da profundidade e localização, razão pela qual é considerado um substrato estático e previsível em relação aos procedimentos adesivos (Vinagre & Ramos, 2016)

Este processo de desmineralização do esmalte apresenta, microscopicamente, três padrões diferentes (tabela 2). (De Munck *et al.*, 2005; Sezinando, 2014)

**Tabela 2:** Tabela dos três padrões de desmineralização do esmalte (Adaptado de Garg & Garg, 2013).

<b>Tipo I</b>	Desmineralização preferencial do núcleo do prisma de esmalte deixando as periferias dos prismas intactas. Aqui as <i>tags</i> são em forma de cone.
<b>Tipo II</b>	Há remoção preferencial do esmalte inter-prismático, deixando os núcleos do prisma intactos. Aqui as <i>tags</i> de esmalte correspondentes são em forma de 'taça'.
<b>Tipo III</b>	O padrão é menos distinto, incluindo áreas que se assemelham ao padrão tipo I e II e áreas que não têm nenhuma semelhança com o prisma do esmalte.

### *Self-etch*

O processo de desmineralização do esmalte depende da agressividade do *self-etch* usado. Até porque os *self-etch* são incapazes de alcançar a mesma capacidade de profundidade de desmineralização que o ácido fosfórico proporciona, devido ao seu pH baixo. Como resultado, as forças de adesão ao esmalte não condicionado são mais baixas que as do esmalte condicionado com ácido fosfórico. (Perdigão & Geraldeli, 2003; Perdigão *et al.*, 2006)

Perdigão e Geraldeli (2003), observaram menor força de adesão *enamel-resin* na ausência de um padrão de condicionamento. Os *self-etch* revelaram melhor desempenho no esmalte com condicionamento ácido do que sem, portanto, a desmineralização do esmalte com ácido fosfórico é indicada antes da aplicação de um *self-etch*. Desta forma, a técnica de *selective enamel etching* é recomendada quando os sistemas *self-etch* são usados em esmalte (Perdigão *et al.* 2005; Sezinando, 2014).

## 6. Influência de *primer* ácido vs ácido fosfórico em Esmalte

Durante muitos anos, a aplicação de resina ao esmalte era acompanhada com o condicionamento de ácido fosfórico, que produzia uma interface suficientemente forte para reter a maioria das restaurações de resina composta. Nos últimos anos, os adesivos *self-etch*, que contém *primers* ácidos, foram introduzidas na tentativa de eliminar as etapas de condicionamento ácido e lavagem. Estes *primers*, com metacrilatos, destinam-se a produzir desmineralização da superfície do esmalte e formação de *resin-tags*, com ligações micromecânicas comparáveis ao condicionamento convencional (De Munck *et al.*, 2003; Perdigão & Geraldini, 2003; Brackett *et al.*, 2006).

A capacidade de desmineralização destes *primers* é conseguida através da ação dos monômeros ácidos, pela fixação de um ou mais grupos ácidos (carboxílicos ou fosfatados). Os grupos ácidos têm o objetivo de condicionar o esmalte, enquanto que o metacrilato está disponível para copolimerizar com o agente adesivo e a resina composta. No esmalte, acredita-se que a ação dos ésteres metacrílicos se baseia no ataque da superfície dos prismas, o que permite uma abertura de espaços interprismáticos. No entanto, acima de tudo, existe uma dissolução do esmalte intraprisma. O resultado é a criação de uma camada híbrida (no esmalte, formada por cristais de apatite e produtos da reação do fosfato de cálcio) com um relevo micro-retentivo e formação de *resin-tags* (*macro-tags* que preenchem os espaços interprismáticos e *micro-tags* no esmalte intraprisma) (Grégoire & Ahmed, 2007). Desta forma, as características da camada híbrida estão dependentes da capacidade de desmineralização do substrato dentário dos monômeros funcionais, ou seja, quando estamos na presença de um *self-etch* com um  $\text{pH} > 1$ , a camada híbrida é mais fina e as *resin-tags* são menos pronunciadas (Cardoso *et al.*, 2011).

Vários estudos de análise, observaram que os sistemas *self-etch*, devido às suas propriedades, são capazes de desmineralizar os cristais de hidroxiapatite do esmalte, criando, desta forma, uma interação química. Yoshida *et al.* (2001) propuseram o conceito de adesão/descalcificação (AD) destes sistemas, para explicar o mecanismo químico que leva à dissolução de cálcio e fosfatos da fase mineral do tecido e à formação de sais entre monômeros ácidos e minerais solúveis. Este conceito AD descreve a interação da hidroxiapatite com os monômeros ácidos (Grégoire & Ahmed, 2007).

No entanto, outros autores defendem que o uso de sistemas adesivos com condicionamento ácido é imprescindível na superfície do esmalte. Isto porque o ácido fosfórico é eficiente na remoção de *smear layer* e na criação de microporosidades superficiais por meio da dissolução de minerais, o que permite a difusão de monómeros para a formação de uma adesão micromecânica. Estes autores defendem, ainda, que os sistemas *self-etch* não conseguem alcançar o mesmo nível de desmineralização, dos sistemas que usam condicionamento ácido (Hara *et al.*, 1999; Brackett *et al.*, 2006; Lührs *et al.*, 2008).

Breschi *et al.* (2013) compararam a capacidade de vários sistemas adesivos *self-etch* no esmalte, pelo que obtiveram uma relação entre os pH dos *primers*, ou seja, quanto menor o pH destes sistemas, maior a semelhança de desmineralização com o ácido fosfórico.

Assim sendo, estudar a capacidade de desmineralização dos monómeros funcionais, presente em *primers* acídicos de diferentes sistemas adesivos, é fundamental para se perceber que técnica adesiva no esmalte será a mais apropriada.

## 7. Resistência Adesiva - Teste de Microtração

O teste de microtração é o mais usado *in vitro* para avaliação das estruturas dentárias, tendo em conta a ampla variedade de sistemas adesivos no mercado, com o intuito de fornecer dados confiáveis para o desenvolvimento de novos materiais. A lógica por trás deste método de avaliação é que, quanto maior a adesão entre os substratos dentários e o biomaterial em questão, melhor resistirá ao stress imposto pela polimerização e pela função oral *in vivo* (Kadden *et al.*, 2002; De Munck *et al.* 2005).

Idealmente, a adesão às estruturas dentárias deve fornecer resistência retentiva, selamento marginal, ser relativamente simples para alcançar e ter durabilidade clínica (Torii *et al.*, 2002; Sano, 2006; Amstrong *et al.*, 2017).

A resistência adesiva refere-se à força necessária, em MPa, para fraturar a união adesiva. Esta falha é influenciada por vários fatores tais como o substrato, a técnica adesiva e o tamanho da área de adesão (Cardoso *et al.*, 2011).

Para expressar a resistência adesiva do teste de microtração emMPa, é necessário ter um valor de carga pela força de tensão registrada no momento de fratura em Newtons (N) e dividi-lo pela área (mm<sup>2</sup>) da interface adesiva:

$$\text{Resistência adesiva (MPa)} = \frac{N}{(x \times y) \text{mm}^2}$$



**Figura 2:** Demonstração da área ( $x \times y$ ) da interface adesiva de um "palito".

Este teste tem diversas vantagens, nomeadamente:

- Obter um elevado número de amostras, palitos, a partir de apenas um dente;
- Estudar diversas áreas do mesmo dente;
- Melhor distribuição de tensão durante a aplicação da força, graças à dimensão dos palitos (cerca de  $1 \text{mm}^2$  de área de interface adesiva);
- Diminuição de falhas coesivas.

Quanto às suas desvantagens:

- Envolvem, particularmente, a elevada complexidade e o tempo de trabalho para a obtenção seccional rigorosa das amostras em palitos;
- Facilidade de desidratação e fratura dos palitos;
- Dificuldade em medir valores  $<5$  MPa.

(Armstrong *et al.*, 2010; Van Meerbeek *et al.*, 2010).



## II. OBJETIVO

O Optibond FL é um sistema adesivo *etch-and-rinse* que contém no seu *primer* um monómero ácido, o GPDM com afinidade para a dentina, semelhante aos existentes nos sistemas adesivos *self-etch*. Assim, este monómero tem a capacidade de aderir ao cálcio da hidroxiapatite dentinária numa reação mediada por grupos fosfatos ativos, o que potencia a desmineralização da dentina. Este sistema adesivo contém, ainda, no seu *primer* um baixo valor de *pH*, semelhante ao *pH* dos adesivos *self etch mild*, tal como o Clearfil SE Bond 2 (Bahillo *et al.*, 2013; Drobac *et al.*, 2015).

Devido a este comportamento *self-etch* do Optibond FL, pretende-se então avaliar, se este monómero GPDM será também eficaz na adesão ao esmalte, de modo a dispensar o condicionamento prévio com ácido ortofosfórico.



### **III. HIPÓTESES DE ESTUDO**

- a) Hipótese Nula: Não existem diferenças significativas na resistência adesiva à microtração de diferentes estratégias adesivas no esmalte.
  
- b) Hipótese Alternativa: Existem diferenças significativas na resistência adesiva à microtração de diferentes estratégias adesivas no esmalte.



## IV. MATERIAIS E MÉTODOS

O presente trabalho de investigação teve a aprovação da Comissão Ética do Instituto Universário Egas Moniz (Anexo 1), e foi realizada no Laboratório de Biomateriais do Instituto Universário Egas Moniz.

### 1. Seleção dos dentes e condições de armazenamento

Neste estudo foram usados quarenta dentes humanos hígidos, cedidos pelo Banco de Dentes do Instituto Universitário Egas Moniz, sem qualquer restauração, cárie ou tratamento endodôntico, extraídos num espaço de 6 meses. Foi removido todo o tecido orgânico com uma cureta Gracey 5/6 e uma escova profilática. Estes foram armazenados em Cloramina T a 1% a 4-7°C durante uma semana e, posteriormente, alterou-se a solução para água destilada a 4°C. (ISO/TS 11405:2015). Foram ainda, aleatoriamente, distribuídos em quatro grupos de dez dentes (n=10).

### Grupo Experimental (Tabela 3)

#### (Avaliação de resistência adesiva após 24h):

1. OFL - Optibondl FL (Kerr Corporation®) segundo as normas do fabricante.
2. OFL NE - Optibondl FL (Kerr Corporation®) sem condicionamento com ácido ortofosfórico.
3. CSE - Clearfil SE Bond 2 (Kuraray Dental®) segundo as normas do fabricante.
4. CSE SEE - Clearfil SE Bond 2 (Kuraray Dental®) com *selective enamel etching*.

**Tabela 3:** Grupo experimental para a avaliação de resistência adesiva.

<b>Grupo Experimental</b>
<b>n=40</b>
OFL, n=10
OFL NE, n=10
CSE, n=10
CSE SEE, n=10

## 2. Materiais

Foram usados dois sistemas adesivos distintos. Por um lado, o Optibond FL (Kerr Corporation, Orange, CA, USA) e, por outro, o Clearfil SE Bond 2 (Kuraray Noritake Dental Inc, Tokyo, Japan). Quanto às resinas compostas, foi usada a resina composta Filtek Z250 (3M ESPE) na cor A2 (Tabela 4).

Tabela 4: Composição dos materiais.

Material	Gel de condicionamento ácido	Sistema Adesivo <i>Etch-and-Rinse</i>	Sistema Adesivo <i>Self-etch</i>	Resina Composta
Nome	Gel Etchant	Optibond FL	Clearfil SE Bond	Filtek Z250
Fabricante/Lote/ Validade	Kerr Italia S.r.l., Scafati (SA), Italy  Lot. 6617421  2020-11-30	Kerr Italia S.r.l., Scafati (SA), Italy  Lot. Prime 6648571 Lot. Bond 6648572  Prime 2020-01-31 Bond 2019-01-30	Kuraray Noritake Dental Inc, Tokyo, Japan  Lot. <i>Primer</i> 7U0046 Lot. Bond 7V0069  <i>Primer</i> 2019-10-31 <i>Bond</i> 2019-11-30	3M ESPE  Lot. N861035  2020-01
Composição	37,5 % ácido fosfórico (pH= 0,1-0,4)	<b>Primer (pH=1,9)</b> HEMA, GPDM, MMEP, água, álcool, conforoquinona (CQ), BHT <b>Bond</b> Bis-GMA, HEMA, GDMA, CQ, ODMAB, 48 % partículas de carga inorgânica, ácido silícico pirogênico, aluminoborosilicato, fluorosilicato de sódio.	<b>Primer (pH ≈2)</b> 2-HEMA, 10-MPP, água, amina alifática hidrofílica, (CQ) e aceleradores. <b>Bond</b> Bis-GMA, 2- HEMA, 10-MDP, amina alifática hidrofóbica, sílica coloidal, CQ, iniciadores e aceleradores.	Bis-GMA, UDMA, TEGDMA, Bis-EMA, 60% zircônio/sílica

### 3. Métodos

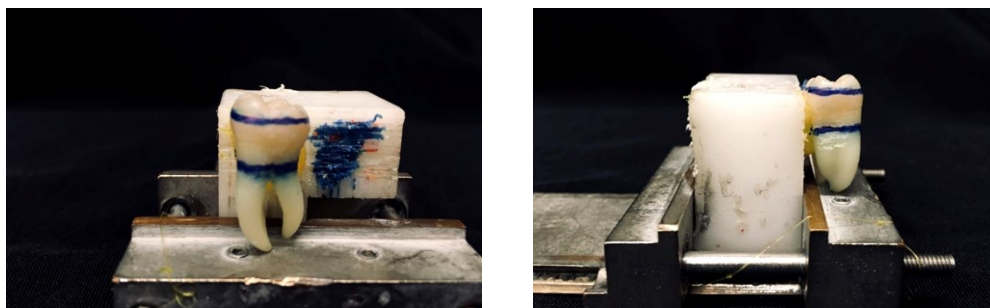
#### 3.1. Protocolo de preparação das amostras para a avaliação da resistência adesiva

Segundo Armstrong (2017), o protocolo laboratorial segue várias etapas, que são:

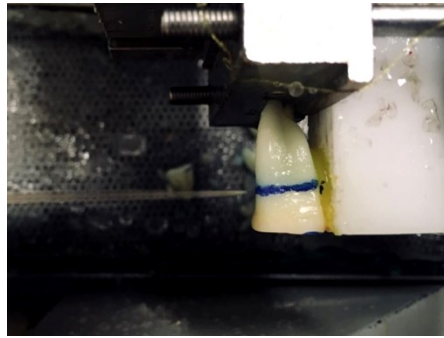
- 3.1.1 Montagem e preparação da amostra;
- 3.1.2 Aplicação do sistema adesivo e resina composta;
- 3.1.3 Secção das amostras em palitos;
- 3.1.4 Teste de microtração;
- 3.1.5 Análise das fraturas.

##### 3.1.1. Montagem e preparação da amostra

Primeiramente, colocaram-se os dentes num suporte acrílico para fixação da amostra, com a ajuda de cera colante (Sticky Wax, Kement®<sup>®</sup>, Wiltshire, Inglaterra). Foram marcadas duas linhas perpendiculares ao longo eixo do dente, separando as porções de interesse. Uma linha a 2mm abaixo da junção amelocimentária (JAC) e outra linha de corte de esmalte coronário (Figura 3). De seguida, foi necessário limpar e selar a câmara pulpar com cianocrilato. Estes cortes foram feitos com um micrótopo de corte de tecidos duros (Accutom-50 Struers A/S, Ballerup, Dinamarca) (Figura 4).

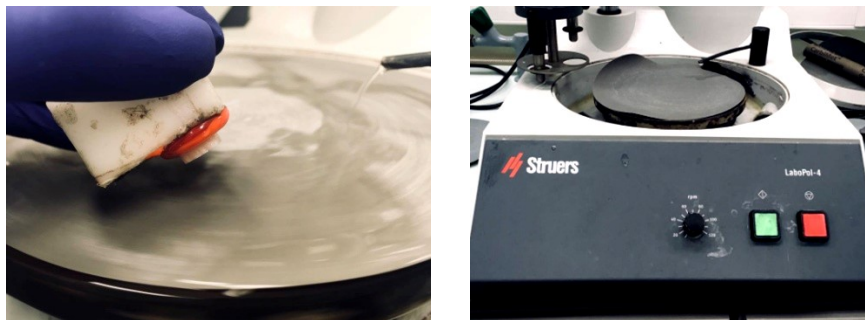


**Figura 3:** Amostras fixadas no suporte de acrílico com as duas linhas perpendiculares marcadas ao longo eixo do dente - Uma linha 2mm abaixo da junção amelocimentária (JAC) e outra linha de corte de esmalte coronário.



**Figura 4:** Separação da porção de interesse, pelas linhas marcadas, com um micrótomo de corte (Accutom-50 Struers A/S, Ballerup, Dinamarca).

Posteriormente, procedeu-se a uma simulação da *smear layer*, através de um disco de lixa SiC de granulação de 600 (Buehler, Lake Bluff, IL, USA), por um período de 60 segundos, numa máquina polidora (LaboPol-4, Struers, A/S, Ballerup, Denmark), sob água corrente (Figura 5). Por meio de uma linha de referência, delimitou-se o substrato da dentina com um marcador de modo a destacar os palitos de interesse, não pintados.



**Figura 5:** Simulação da *smear layer* com um disco de lixa SiC de 600 (Buehler, Lake Bluff, IL, USA) numa máquina polidora (LaboPol-4, Struers, A/S, Ballerup, Denmark).

### 3.1.2. Aplicação do sistema adesivo e resina composta

#### *Optibond FL*



**Figura 6:** Optibond FL Prime e Optibond FL Adhesive

(Kerr Corporation, Orange, CA, USA)

- Segundo o fabricante - OFL: (Figura 7)
  - a) Aplicar o ácido fosfórico a 37.5% no esmalte e dentina por 15 segundos. Lavar com água por 15 segundos. Secar delicadamente sem desidratar.
  - b) Aplicar o Optibond FL Prime (frasco 1) com um microbrush no esmalte e dentina por 15 segundos. Secar por 5 segundos.
  - c) Aplicar o Optibond FL Adhesive (frasco 2) sobre o esmalte e dentina aplicando, de seguida, levemente ar de modo a espalhar por toda a superfície.
  - d) Fotopolimerizar por 10 segundos.
  - e) Aplicar resina composta com incrementos de 2mm e fotopolimerizar cada incremento durante 20 segundos.

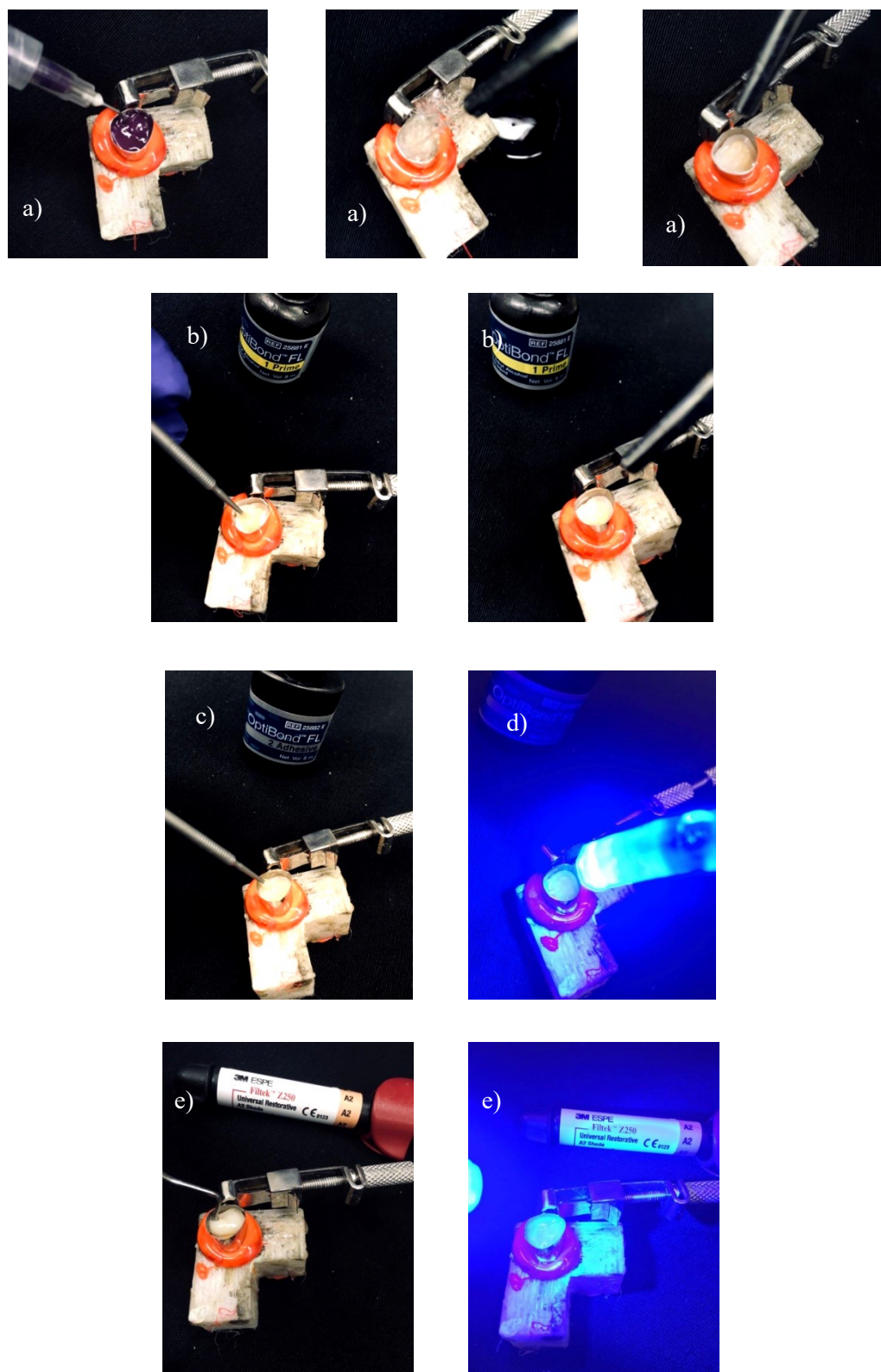
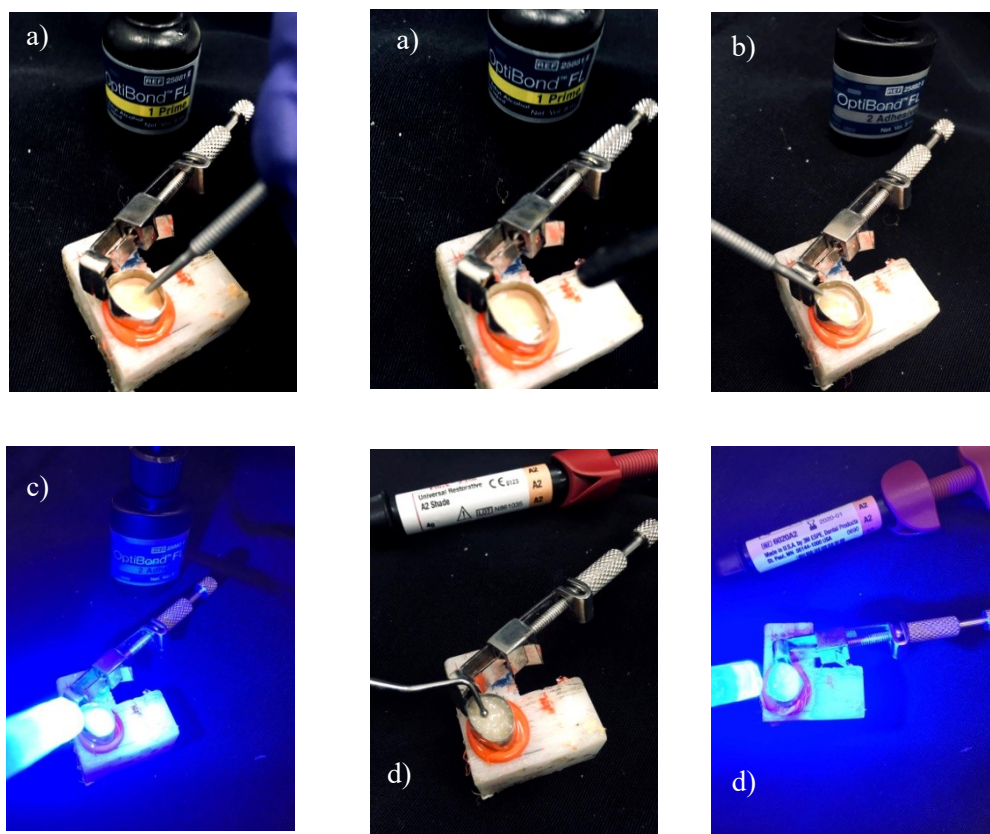


Figura 7: Sequência de preparação do grupo OFL.

- Sem condicionamento de ácido fosfórico - OFL NE (Figura 8):
  - a) Aplicar o Optibond FL Prime (frasco 1) com um *microbrush* no esmalte e dentina por 15 segundos. Secar por 5 segundos.
  - b) Aplicar o Optibond FL Adhesive (frasco 2) sobre o esmalte e dentina aplicando, de seguida, levemente ar de modo a espalhar por toda a superfície.
  - c) Fotopolimerizar por 10 segundos.
  - d) Aplicar resina composta por incrementos com 2mm e fotopolimerizar cada incremento durante 20 segundos.



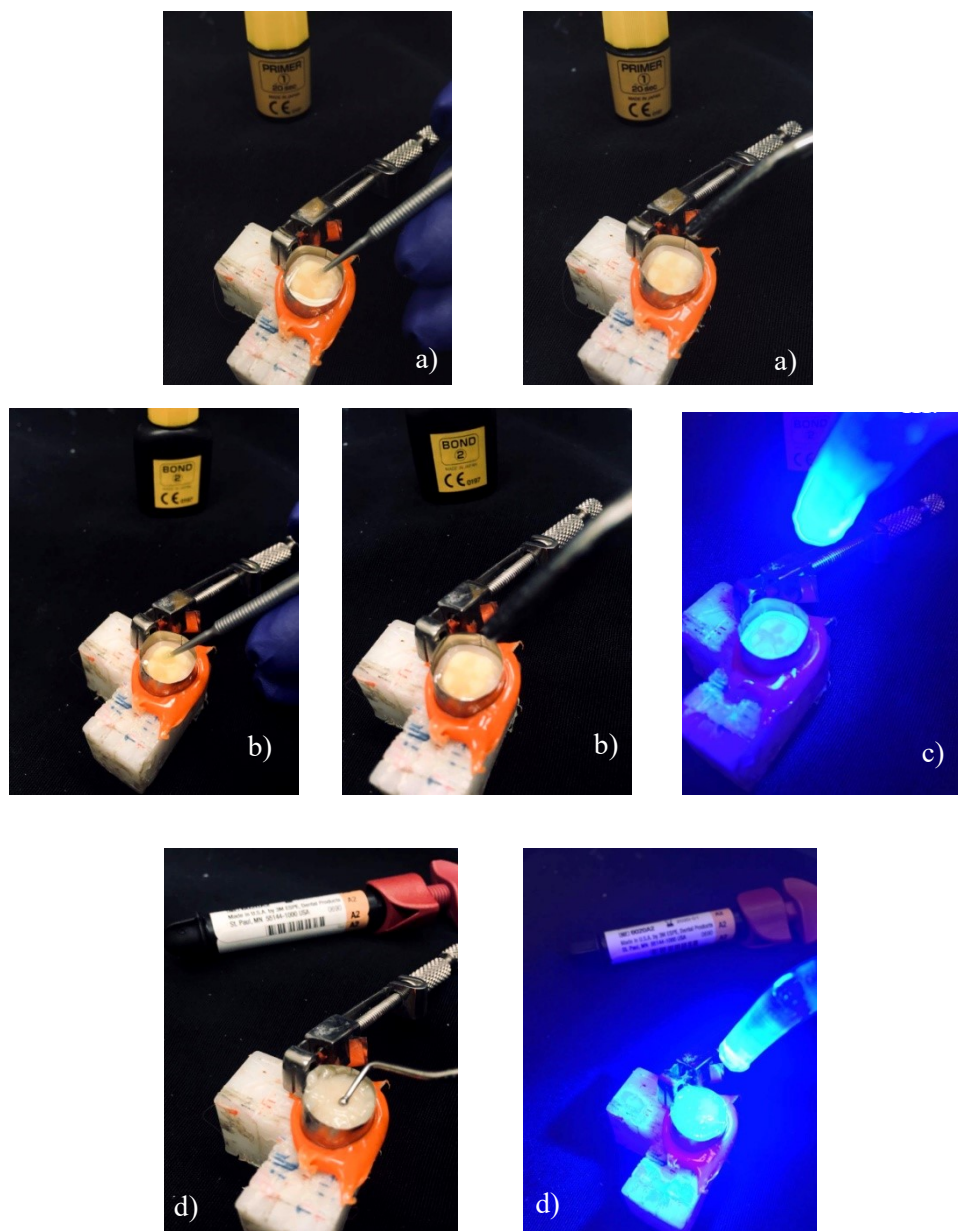
**Figura 8:** Sequência de preparação do grupo OFL NE.

### *Clearfil SE Bond 2*



**Figura 9:** Clearfil SE Bond 2 *Primer* e *Bond*  
(Kuraray Noritake Dental Inc, Tokyo, Japan)

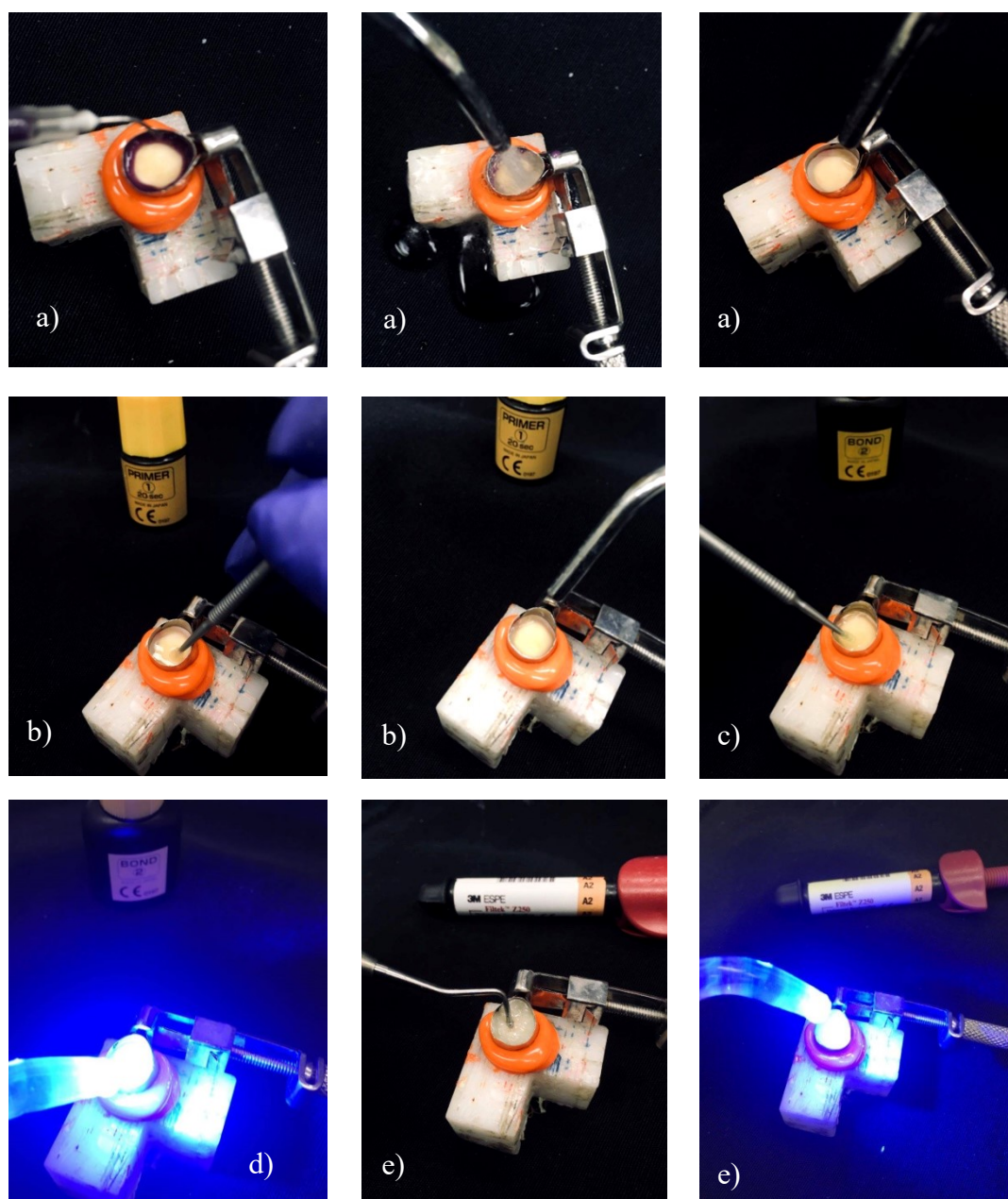
- Segundo o fabricante - CSE (Figura 10):
  - a) Aplicar o Clearfil SE Primer por 20 segundos e secar.
  - b) Aplicar o Clearfil SE Bond e secar levemente.
  - c) Fotopolimerizar por 10 segundos.
  - d) Aplicar resina composta com incrementos de 2mm e fotopolimerizar cada incremento durante 20 segundos.



**Figura 10:** Sequência de preparação do grupo CSE.

- Com *selective enamel etching* - CSE SEE (Figura 11):
  - a) Aplicar o ácido fosfórico a 37.5% no esmalte por 15 segundos. Lavar com água e secar delicadamente sem desidratar.
  - b) Aplicar o Clearfil SE Primer por 20 segundos e secar.
  - c) Aplicar o Clearfil SE Bond e secar levemente.

- d) Fotopolimerizar durante 10 segundos.
- e) Aplicar resina composta com incrementos de 2mm e fotopolimerizar cada incremento durante 20 segundos.



**Figura 11:** Sequência de preparação do grupo CSE SEE.

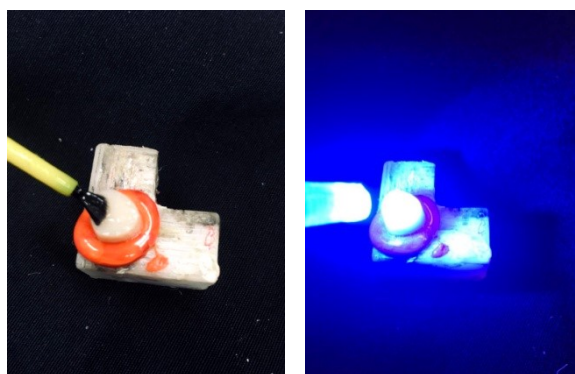
A aplicação de resina foi realizada após a preparação das amostras com porta-matriz e matriz metálica, com incrementos de 2mm, até perfazer uma altura de pelo menos 4mm (Figura

12). De seguida, foi aplicada uma camada de glicerina e fotopolimerizou-se de novo durante 40 segundos (Figura 13). Durante o processo de fotopolimerização, no protocolo da aplicação dos sistemas adesivos e resina composta, recorreu-se a um fotopolimerizador Optilux 501 (Kerr, Midleton, Wi, EUA) com uma intensidade de  $600 \text{ mW/cm}^2$ , controlado a cada 10 utilizações, através de um radiómetro Optilux Radiometer (SDS Kerr, Orange, EUA) de forma a garantir uma intensidade adequada.

Posteriormente, as amostras foram colocadas em água destilada, numa estufa (Memmert INE 400, Schwabach, Alemanha), a  $37^\circ\text{C}$ , durante 24h (Figura 14).



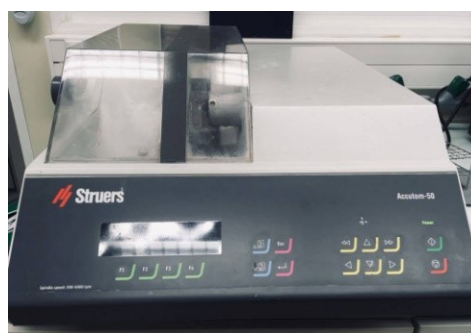
**Figura 12:** Aplicação de resina em incrementos de 2mm até perfazer 4mm



**Figura 13:** Aplicação de glicerina



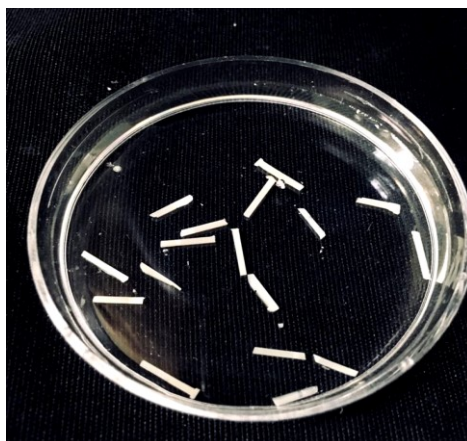
**Figura 14:** Estufa (Memmert INE 400, Schwabach, Alemanha)



**Figura 15:** Micrótomo de tecidos duros (Accutom-50 Struers A/S, Ballerup, Dinamarca)

### 3.1.3. Secção das amostras em palitos

Isolou-se cada dente num suporte acrílico para facilitar o corte em secções de dois eixos, X e Y, no micrótomo de tecidos duros (Accutom-50 Struers A/S, Ballerup, Dinamarca) a  $1\pm 0,1\text{ mm}^2$  (Figura 15). Após a obtenção dos palitos, os mesmos não podem desidratar. Por isso, são armazenados em água desionizada a  $23\pm 2^\circ\text{C}$ , até serem testados (Figura 16).



**Figura 16:** Palitos armazenados em água desionizada a  $23\pm 2^\circ\text{C}$

### 3.1.4. Teste de microtração

A fixação destes palitos foi feita pelas suas extremidades, com cola de cianocrilato (Zapit, Dental Ventures of America, Corona, CA, USA), num jig de aço inoxidável, deixando a interface adesiva no meio sem cola (Figura 17).

A máquina de testes universais (Shimadru Autograph AG-IS, Tokyo, Japan) foi programada a uma velocidade de 1mm/min. Desta forma, as amostras foram submetidas a forças de tração até fraturarem (Figura 18 e 19).

Após a fratura, os palitos foram retirados do *jig* e medidos com uma craveira digital no sentido X e Y (Figura 20). Esta medição foi feita na zona mais próxima da fratura, para a obtenção de uma área de interface adesiva. Para além destes valores, foi ainda registada, em tabela, a força de rutura em kN, para determinar as forças adesivas em MPa.



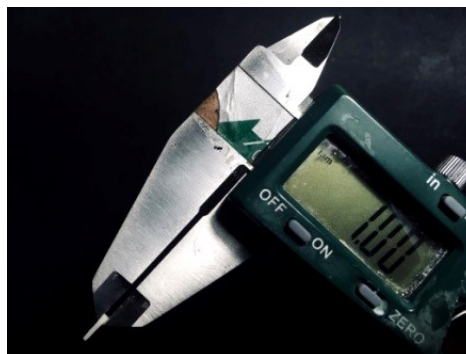
**Figura 17:** Palitos fixados com cola de cianocrilato em JIGs de aço inoxidável



**Figura 18:** Palito fixado no JIG pronto a ser testado na máquina de testes universais (Shimadru Autograph AG-IS, Tokyo, Japan)



**Figura 19:** Palito fraturado após teste de microtração.



**Figura 20:** Medição do X e Y com uma craveira digital




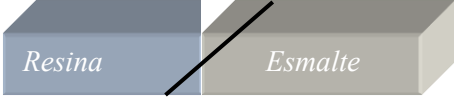
### **3.1.5. Análise das fraturas**

Com o auxílio de um microscópio ótico Leica ATC 2000 (Reichert Inc., Buffalo, NY, EUA) a uma ampliação 20x, foi possível analisar o tipo de fratura de cada palito (Figura 21).



**Figura 21:** Microscópio ótico Leica ATC 2000 (Reichert Inc., Buffalo, NY, EUA)

**Tabela 5:** Esquema representativo dos tipos de fratura.

Tipo de fratura	
<b>Adesiva:</b> Na interface resina-esmalte	
<b>Coesiva no esmalte:</b> Apenas no esmalte	
<b>Coesiva na resina:</b> Apenas na resina	
<b>Mista:</b> Na interface adesiva e na resina/esmalte	

## V. RESULTADOS

A análise estatística foi feita através do programa IBM SPSS (*Statistical Package for the Social Sciences*). Recorreu-se a uma análise descritivas de médias, medianas, variâncias e desvios-padrão. Através do valor de significância foi definida em  $p \geq 0.05$  aceitar a hipótese nula e em  $p \leq 0.05$  rejeitar a hipótese nula.

### 1. Exposição dos dados obtidos

Num universo de 441 palitos de esmalte, foram excluídas da análise estatística dos quatro grupos ( $n=40$ ), 46 falhas de pré-teste (Tabela 6), perfazendo, deste modo, um total de 395 palitos.

**Tabela 6:** Representação das falhas de pré-teste e número total de palitos por grupo (total de 395 palitos para análise estatística).

<b>Grupo</b>	<b>Falhas de Pré-teste</b>	<b>Nº total de palitos</b>	<b>Percentagem FPT (%)</b>
<b>OFL</b>	10	81	12.35%
<b>OFL NE</b>	10	112	8.93%
<b>CSE</b>	9	111	8.11%
<b>CSE SEE</b>	17	137	12.41%
<b>Total:</b>	46	441	

### Testes de normalidade

Através dos testes de normalidade não paramétricos (Kolmogorov-Smirnov, Shapiro-Wilk) foi analisada a distribuição das amostras. O valor de significância obtido (Sig = 0.200) é superior a 0.005, o que nos indica uma distribuição normal das amostras por grupo (Tabela 7).

**Tabela 7:** Teste de normalidade - avaliação da distribuição normal das amostras por grupo.

Resistência adesiva (MPa)	Grupo	Kolmogorov-Smirnov <sup>a</sup>			Shapiro-Wilk		
		Estatística	df	Sig.	Estatística	df	Sig.
	OFL	0.193	10	<b>0.200*</b>	0.949	10	0.651
	OFL NE	0.168	10	<b>0.200*</b>	0.941	10	0.560
	CSE	0.141	10	<b>0.200*</b>	0.935	10	0.501
	CSE SEE	0.111	10	<b>0.200*</b>	0.968	10	0.876

\*. Este é um limite inferior da significância verdadeira

a. Correlação de significância de Lilliefors

### Teste de homogeneidade das variáveis

O teste de homogeneidade das variáveis das amostras foi avaliado através do teste de Levene. Este teste permitiu avaliar a igualdade das variáveis dos grupos experimentais, uma vez que a significância obtida (Sig = 0.384) é superior a 0.05 (Tabela 8).

**Tabela 8:** Teste de Homogeneidade das variáveis - Teste de Levene.

	Estatística de Levene	df1	df2	Sig.
Resistência adesiva (MPa)	1,046	3	36	<b>0.384</b>

### ANOVA Two-way

Através da análise do teste ANOVA two-way, foi possível comparar as diferentes variáveis em estudo. O valor de significância (Sig.) é menor que 0.001 nas variáveis **Adesivo** e **Ácido**.

Fatores avaliados (Tabela 9 e 10):

- Sistema adesivo - **Adesivo**;
- Aplicação prévia de ácido - **Ácido**;
- **Adesivo x Ácido**.

**Tabela 9:** Análise ANOVA Two-way.

<b>Origem</b>	<b>Tipo III Soma dos Quadrados</b>	<b>gl</b>	<b>Quadrado Médio</b>	<b>F</b>	<b>Sig.</b>	<b>Eta parcial quadrado</b>
<b>Adesivo</b>	363.609	1	363.609	24.355	<b>0.000*</b>	0.404
<b>Ácido</b>	746.496	1	746.496	50.002	<b>0.000*</b>	0.581
<b>Adesivo x Ácido</b>	24.025	1	24.025	1.609	0.213	0.043

\* Existem diferenças significativas sempre que a significância é  $p < 0.001$

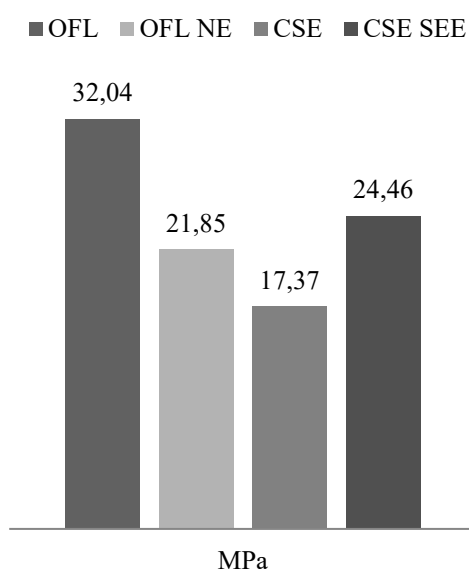
**Tabela 10:** Médias e desvios-padrão dos valores de resistência adesiva (MPa) pelos fatores avaliados.

<b>Sistema adesivo</b>	<b>Ácido</b>	<b>Média</b>	<b>Erro Desvio</b>	<b>N</b>
<b>OFL</b>	Sim	32.04	4.32825	10
	Não	21.85	3.89964	10
	Total	26.94	6.58807	20
<b>CSE</b>	Sim	24.46	4.54073	10
	Não	17.37	2.27110	10
	Total	20.91	5.04363	20
<b>Total</b>	Sim	25.25	5.81038	20
	Não	19.61	3.86372	20
	Total	23.93	6.54684	40

O cálculo das médias por grupo foi obtido a partir dos valores da tabela da estatística descritiva (média + desvio padro, em MPa - Tabela 11 e Gráfico1).

**Tabela 11:** Valores da média e desvio padrão da resistência adesiva em MPa.

Grupos	Resistência Adesiva (MPa)	N
OFL	32.04±4.33	10
OFL NE	21.85±3.99	10
CSE	17.37±2.27	10
CSE SEE	24.46±4.54	10



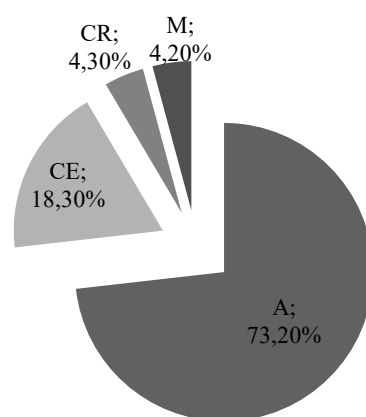
**Gráfico 1:** Representação da média das resistências adesivas em MPa.

### Padrão de distribuição de fraturas

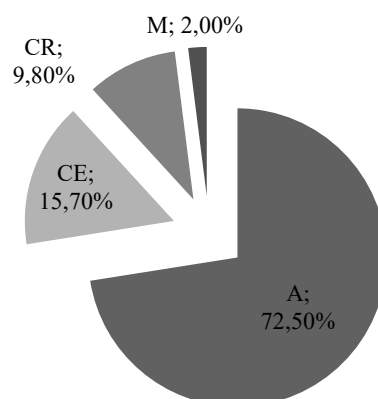
Em todos os grupos analisados, as fraturas adesivas ocorreram em maior número, seguindo-se as fraturas coesivas em esmalte, as coesivas em resina e, por último, as mistas (Tabela 12; Gráfico 2; Gráfico 3; Gráfico 4 e Gráfico 5).

**Tabela 12:** Distribuição dos tipos de fratura em % por grupo experimental (A- fratura adesiva; CE - fratura coesiva em esmalte; CR - fratura coesiva em resina; M - fratura mista).

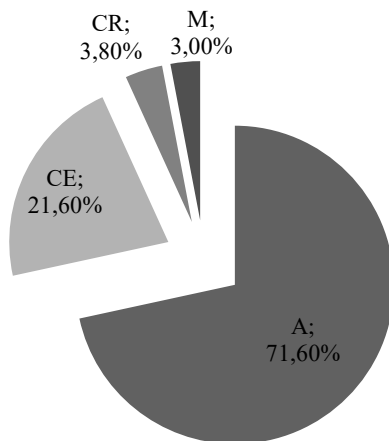
	OFL	OFL NE	CSE	CSE SEE
<b>A</b>	73.2%	72.5%	71.6%	66.7%
<b>CE</b>	18.3%	15.7%	21.6%	29.2%
<b>CR</b>	4.3%	9.8%	3.8%	3.3%
<b>M</b>	4.2%	2%	3%	0.8%
<b>Total</b>	100%	100%	100%	100%



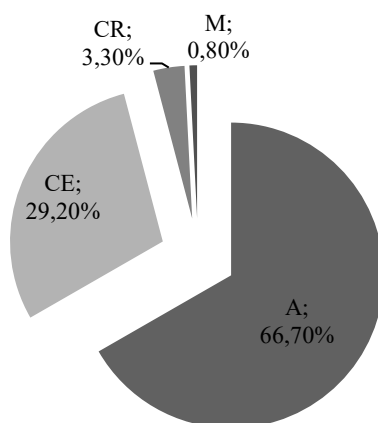
**Gráfico 2:** Percentagens do tipo de fraturas do grupo OFL.



**Gráfico 3:** Percentagens do tipo de fraturas do grupo OFL NE.



**Gráfico 4:** Percentagens do tipo de fraturas do grupo CSE.



**Gráfico 5:** Percentagens do tipo de fraturas do grupo CSE SEE.

## 2. Análise estatística

Tendo em conta a análise estatística inferencial efetuada através do teste ANOVA two-way, ao considerar-se os fatores "sistema adesivo" e "aplicação prévia de ácido", observaram-se diferenças significativas entre os valores médios de resistência adesiva, representativos dos quatro grupos avaliados.

Estas diferenças são atribuíveis a ambos os fatores: "sistema adesivo" ( $p < 0,001$ ) e "aplicação prévia de ácido" ( $p < 0,001$ ), com estimativas de tamanho de efeito semelhantes

(valores de eta parcial quadrado de 0,404 e 0,581, respetivamente). Não se observaram diferenças significativas como resultado da interação dos dois fatores atrás mencionados ( $p=0,213$ ).

Conclui-se, portanto, que os valores médios mais elevados de resistência adesiva foram obtidos para os grupos com aplicação prévia de ácido OFL (32,0 +/- 4,3 MPa) e CSE SEE (24,5 +/- 4,5 MPa), ao passo que os valores mais baixos se verificaram para os grupos sem aplicação prévia de ácido: OFL NE (21,8 +/- 3,9 MPa) e CSE (17,4 +/- 2,3 MPa), ou seja, os valores obtidos nos grupos com aplicação prévia de condicionamento ácido são significativamente superiores aos dos outros dois grupos. Em qualquer dos dois casos, os valores médios de resistência adesiva obtidos com o sistema adesivo OFL são significativamente superiores aos do sistema adesivo CSE.



## VI. DISCUSSÃO

Ao longo dos anos, os sistemas adesivos utilizados para a adesão ao esmalte e dentina têm evoluído, tanto ao nível de reformulações químicas, como do número de passos clínicos, como de técnicas de aplicação e mecanismos de interação com o substrato dentário. Desta forma, os sistemas *self-etch* surgiram para simplificar e eliminar o número de passos clínicos, o que os torna mais aprazíveis para o uso da prática clínica. No entanto, é importante que estas simplificações não afetem a adesão ao esmalte.

Posto isto, este estudo pretende comparar o potencial desmineralizante, através da microtração às 24h, de várias técnicas adesivas. Por um lado, utilizou-se uma aplicação de ácido fosfórico, não só através de uma técnica *etch-and-rinse*, com Optibond FL, bem como uma técnica *selective enamel etching*, com Clearfil SE Bond 2. Por outro lado, não se recorreu à aplicação de ácido fosfórico, nas técnicas *self-etch*, com Optibond FL e Clearfil SE Bond 2.

Para avaliar a eficácia dos sistemas adesivos em estudo, foi utilizado o teste de resistência adesiva por microtração, como anteriormente referido. Este é capaz de avaliar áreas inferiores a  $1\text{mm}^2$ , o que proporciona uma menor probabilidade de defeitos na interface adesiva e uma melhor distribuição de força, o que permite um número de fraturas adesivas mais elevado e uma redução do número de falhas coesivas (Amstrong *et al.*, 2010; Hamouda *et al.*, 2011).

De acordo com a literatura analisada, a fratura coesiva deve-se a uma distribuição não uniforme das tensões aplicadas, que se concentram numa região localizada, promovendo o início da formação de uma fenda, que leva à propagação da falha. Com base nesta informação, as fraturas classificadas como coesivas ou mistas (não são conclusivas - não há exatidão no tipo de fratura) devem ser desprezadas, incluindo-se apenas as fraturas adesivas na análise estatística dos resultados (Scherrer *et al.*, 2010; Braga *et al.*, 2010).

Após a análise estatística, conclui-se que existem diferenças significativas na resistência adesiva à microtração de diferentes estratégias adesivas no esmalte, mais concretamente, nos fatores de comparação adesivo e ácido, ou seja, houve diferenças significativas entre os dois tipos de sistemas adesivos e, também, nas técnicas adesivas que usaram condicionamento ácido. Podemos então rejeitar a hipótese nula ( $p < 0.001$ ).

Relativamente à pesquisa efetuada, constatou-se um número reduzido de estudos, que analisem a resistência adesiva às 24h em esmalte, com as estratégias adesivas usadas. Isto

dificultou a comparação dos resultados com outros estudos. No entanto, foram analisados resultados de estudos que, de alguma forma, se relacionam com os fatores de comparação desta investigação.

Os sistemas adesivos *etch-and-rinse* de 3 passos são considerados como o "*gold standard*" na adesão ao esmalte. Estes são capazes de desmineralizar a superfície do esmalte, promovendo a adesão micromecânica (Loguercio *et al.*, 2014; Sezinando, 2014).

O potencial desmineralizante dos vários sistemas adesivos, comercialmente disponíveis, avaliados por estudos laboratoriais ou clínicos, variam muito dependendo da sua composição e do seu monómero funcional (Wang *et al.*, 2017).

O Optibond FL (Kerr), sistema adesivo de 3 passos *etch-and-rinse*, na composição do seu *primer*, com um pH de 1.9, apresenta um monómero funcional, o GPDM. Este monómero hidrofílico ácido tem um potencial de desmineralização no substrato dentário, que através do seu grupo fosfato se liga ao cálcio da hidroxiapatite e permite a impregnação dos monómeros hidrofóbicos (Sarr *et al.*, 2010; Bahillo *et al.*, 2013; Hoshika *et al.*, 2018).

Com monómeros funcionais, os adesivos *self-etch* podem, simultaneamente, desmineralizar e infiltrar a superfície dentária, pois têm a capacidade de interagir de forma bastante diferente com a hidroxiapatite (HAp) do tecido dentário (Wang *et al.*, 2017; Yoshihara, 2018b).

O Clearfil SE Bond 2 (Kurakay) é um sistema adesivo *self-etch mild*, e é composto por um monómero funcional presente no seu *primer* ácido (pH=2), o 10-MDP. Este monómero tem a capacidade de estabelecer ligações químicas com o cálcio da hidroxiapatite - complexos de cálcio-fosfato (Hoshika *et al.*, 2018).

Num estudo realizado por Hoshika e colaboradores (2018) foi avaliada a eficácia de adesão através do teste de microtração em dois grupos, um de esmalte intacto e outro de esmalte preparado. Este estudo teve por base a comparação de dois sistemas adesivos *self-etch*, Clearfil SE (Kurakay) e o Optibond XTR (Kerr), e, ainda, um *etch-and-rinse*, Optibond FL, como "*gold standard*" de controlo. O propósito deste estudo foi comparar os monómeros funcionais de cada um dos *self-etch*, o 10-MDP do Clearfil SE e o GPDM do Otibond XTR. As amostras foram sujeitas a dois grupos diferentes de tratamento, termociclagem (20,000TC) e armazenamento numa estufa a 37°C durante uma semana. Nos resultados obtidos, existiram diferenças significativas entre os vários grupos. O grupo de controlo confirmou os benefícios de uma

técnica *etch-and-rinse* na superfície do esmalte, tanto preparado, como intacto. O grupo Optibond XTR, relativamente ao grupo Clearfil SE obteve resultados claramente mais elevados, mas comparativamente ao grupo de controlo não existiram diferenças significativas. Hoshika *et al.*, concluíram que a capacidade de desmineralização no esmalte está diretamente associada à presença dos monómeros funcionais, mas o condicionamento ácido no esmalte deve, igualmente, ser considerado. Estes resultados, apesar de obtidos em condições diferentes, estão de acordo com os resultados obtidos no presente estudo (Hoshika *et al.*, 2018).

Segundo Hoshika (2018), o 10-MDP liga-se à HAp com a formação de sais 10-MDP-Ca estáveis. No entanto, a ligação de GPDM não é estável e resulta na desmineralização da superfície e dissolução de HAp. Esta diferença na interação com o substrato dentário depende do monómero funcional específico, e foi descrita no conceito de adesão-descalcificação, que modela a maneira como as moléculas interagem com os tecidos baseados em HAp. Este conceito mostra que os ácidos inicialmente se ligam quimicamente ao Ca do HAp (fase 1). Essa primeira fase de ligação é acompanhada pela libertação de iões de fosfato (PO<sub>4</sub><sup>3-</sup>) e hidróxido (OH<sup>-</sup>) do HAp. Aqui, o monómero ou permanece ligado (fase 2, modo de adesão), ou separa-se, o que conduzirá a uma descalcificação (fase 2, modo de descalcificação), pois depende da estabilidade do monómero-Ca formado. O sal de GPDM-Ca é menos estável que o sal de 10-MDP-Ca. O GPDM segue, basicamente, o modo de descalcificação, enquanto o 10-MDP segue o modo de adesão (Hoshika *et al.*, 2018; Yoshihara, 2018).

Mine *et al.*, 2010, demonstraram que a baixa eficácia dos adesivos *self-etch mild* está atribuída não só à sua fraca capacidade de condicionarem o esmalte e formarem uma boa interligação mecânica, como também à baixa atividade química de alguns monómeros, como o 10-MDP. Estes resultados justificam, de certa forma, a utilização da técnica *selective enamel etching* (Mine *et al.*, 2010). Assim sendo, o condicionamento prévio de ácido no esmalte permite a utilização de um adesivo *self-etch mild* na dentina, que aparentemente parece ser a solução mais durável na adesão à dentina (Van Meerbeek *et al.* 2011).

Erickson, Barkmeier & Kimmes (2009), também chegaram a estas conclusões, através de um estudo de avaliação de resistência adesiva ao esmalte dos adesivos *self-etch*. Concluíram que os valores chegam a ser similares aos dos adesivos *etch-and-rinse*, quando há condicionamento prévio de ácido fosfórico no esmalte, o que pode aumentar clinicamente a eficácia destes adesivos.

Num estudo realizado por Bahillo *et al.* (2013), foi avaliado o potencial ácido do *primer* do Optibond FL sob protocolos diferentes de aplicação, nomeadamente, segundo as instruções do fabricante, com aplicação prévia de ácido (*etch-and-rinse*), e num segundo grupo sem aplicação prévia de ácido ortofosfórico (*self-etch*), no esmalte e dentina. O propósito deste estudo foi comparar a eficácia das duas técnicas diferentes avaliando a capacidade de retenção da restauração pelas suas margens. As amostras foram submetidas a dois tratamentos diferentes, termociclagem e stress mecânico. Os resultados revelaram níveis de retenção idênticos entre os dois grupos, mas não existiram diferenças significativas. As amostras foram ainda avaliadas em imagens de microscopia no esmalte e na dentina, no entanto o grupo com condicionamento ácido prévio revelou melhores resultados de desmineralização do esmalte, em relação ao grupo do *primer* Optibond FL. Desta forma, os resultados sugerem uma maior agressividade de desmineralização do grupo *etch-and-rinse*, do que o grupo de *primer* Optibond FL. Mais uma vez, apesar das condições serem diferentes, estes resultados estão de acordo com os da presente investigação.

Num outro estudo, apesar de analisarem a microinfiltração em classes II, Couto *et al.* (2016), compararam técnicas *self-etch* e *selective enamel etching*, após armazenamento de um ano e de 24h. O estudo revelou, após armazenamento de um ano, um aumento significativo de microinfiltração das restaurações submetidas ao sistema adesivo *self-etch*, em comparação com o grupo *selective enamel etching*. No entanto, após 24h não existiram diferenças significativas. Posto isto, segundo Couto *et al.* o condicionamento prévio de esmalte confere menor microinfiltração nas restaurações em comparação com sistemas adesivos *self-etch*.

Alguns estudos referem, assim, que a adesão ao esmalte deve ser efetuada com adesivos *etch-and-rinse* porque a retenção micromecânica atingida parece ser suficiente para a obtenção de uma adesão eficaz e durável. Isto porque, há uma dissolução dos cristais prismáticos do esmalte, que permite a formação de resin-tags, promovendo uma boa adesão mecânica da restauração. No entanto, se a adesão é feita ao esmalte e à dentina, deve ser feito um condicionamento prévio seletivo com ácido fosfórico no esmalte, seguido da aplicação de um *self-etch* no esmalte e na dentina (Ibrahim, Elkassas & Yousry, 2010; Cardoso *et al.*, 2011; Sezinado, 2014).

Desta forma, os resultados obtidos neste presente estudo podem ser justificados pela capacidade que o ácido fosfórico tem em desmineralizar o substrato dentário e o efeito que o monómero funcional, o GPDM, tem em ligar-se quimicamente à hidroxiapatite do esmalte.

## VII. CONCLUSÃO

Com os resultados obtidos neste estudo *in vitro* de resistência adesiva imediata ao esmalte, conclui-se que existem diferenças significativas entre os grupos estudados.

Os grupos com aplicação prévia de ácido apresentaram valores significativamente mais elevados de resistência adesiva (OFL e CSE SEE), face aos que não recorreram ao seu uso (OPT NE e CSE SEE).

Na mesma linha de resultados, os grupos do sistema adesivo Optibond FL (OFL e OFL NE) obtiveram, igualmente, valores mais elevados de resistência adesiva, em comparação com os grupos do sistema adesivo Clearfil SE (CSE e CSE SEE).

Em suma, o condicionamento ácido prévio na adesão ao esmalte continua a ser um passo indispensável para uma melhor *performance* adesiva.

### 1. Relevância clínica

Até hoje, os sistemas *etch-and-rinse* de três passos permanecem como o "*gold standard*" da adesão ao esmalte.

O uso de sistemas self-etch simplificou a prática diária na remoção de etapas clínicas, ou seja, novas soluções rápidas, simples e eficazes. No entanto, o uso do ácido não deve ser subestimado, uma vez que a eficácia dos adesivos e a adesão do esmalte são mais importantes do que a adesão à dentina. Além de ser uma barreira determinante para a longevidade e durabilidade das restaurações, a maioria das preparações dentárias tem margens em esmalte.

### 2. Perspetivas Futuras

- Avaliar o potencial desmineralizante do *primer* ácido do Optibond FL em esmalte, com recurso a microscopia eletrónica de varrimento;
- Avaliar o efeito do envelhecimento, a longo prazo, na resistência adesiva e caracterização morfológica, com recurso a microscopia eletrónica de varrimento no esmalte e dentina.



## VIII. BIBLIOGRAFIA

Armstrong, S., Geraldeli, S., Maia, R., Raposo, L. H. A., Soares, J. C., & Yamagawa, J. (2010). Adhesion to tooth structure : A critical review of “micro” bond strength test methods. *Dental Materials*, 26, e50–e62. doi:10.1016/j.dental.2009.11.155

Armstrong, S., Breschi, L., Özcan, M., Pfefferkorn, F., Ferrari, M., & Van Meerbeek, B. (2017). Academy of Dental Materials guidance on in vitro testing of dental composite bonding effectiveness to dentin/enamel using micro-tensile bond strength ( $\mu$ TBS) approach. *Dental Materials*, 33(2), 133–143. doi:10.1016/j.dental.2016.11.015

Bahillo, J., Roig, M., Bortolotto, T., & Krejci, I. (2013). Self-etching aspects of a threestep etch-and-rinse adhesive. *Clinical Oral Investigations*, 17(8), 1893–1900. doi:10.1007/s00784-012-0878-y

Boushell, L. W., & Sturdevant, J. R. (2013). Clinical Significance of Dental Anatomy, Histology, Physiology, and Occlusion. In *Sturdevant’s Art and Science of Operative Dentistry* (pp. 1–40). St. Louis, Missouri: Elsevier Mosby.

Brackett, W. W., Ito, S., Nishitani, Y., Haisch, L. D., & Pashley, D. H. (2006). The Microtensile Bond Strength of Self-etching Adhesives to Ground Enamel. *Operative Dentistry*, 31(3), 332–337. doi:10.2341/05-38

Braga, R. R., Meira, J. B. C., Boaro, L. C. C., & Xavier, T. A. (2010). Adhesion to tooth structure: A critical review of “macro” test methods. *Dental Materials*, 26(2), 38–49. doi:10.1016/j.dental.2009.11.150

Breschi, L., Ferracane, J. L., Cadenaro, M., Mazzoni, A., & Hilton, T. J. (2013). Adhesion to Enamel and Dentin. In T. J. Hilton, J. L. Ferracane, & J. C. Broome (Eds.), *Summit’s Fundamentals of Operative Dentistry: A Contemporary Approach* (4th Edition, pp. 207–242). Carol Stream, Illinois: Quintessence Publishing Company

Buonocore, M. G. (1955). A simple method of increasing the adhesion of acrylic filling materials to enamel surfaces. *Journal of Dental Research*, 34(6), 849–853. doi:10.1177/00220345550340060801

Cardoso, M. V., De Almeida Neves, A., Mine, A., Coutinho, E., Van Landuyt, K., De Munck, J., & Van Meerbeek, B. (2011). Current aspects on bonding effectiveness tissue: Methods and results. *Journal of Dental Research*, 84(2), 118–132. doi:10.1177/154405910508400204

Cardoso, M., de Almeida Neves, A., Mine, A., Coutinho, E., Van Landuyt, K., De Munck, J., & Van Meerbeek, B. (2011). Current aspects on bonding effectiveness and stability in adhesive dentistry. *Australian Dental Journal*, 56, 31–44. doi:10.1111/j.1834-7819.2011.01294.x

Coelho, A., Canta, J. P., Martins, J. N. R., Oliveira, S. A., & Marques, P. (2012). Perspetiva histórica e conceitos atuais dos sistemas adesivos amelodentinários – revisão da literatura. *Revista Portuguesa de Estomatologia, Medicina Dentária e Cirurgia Maxilofacial*, 53(1), 39–46. doi:10.1016/j.rpemd.2011.11.008

Couto, A. M., Banni Alevato, A., Oliveira de Andrade, C., Lopes Devito, K., & Salvio, L. A. (2016). Análise da microinfiltração de restaurações em dentes posteriores hibridizados com adesivo autocondicionante após armazenagem. *Revista Portuguesa de Estomatologia, Medicina Dentária e Cirurgia Maxilofacial*, 57(1), 46–50. doi:10.1016/j.rpemd.2015.12.004

De Munck, J., Van Meerbeek, B., Yoshida, Y., Inoue, S., Vargas, M., Suzuki, K., ... Vanherle, G. (2003). Four-year Water Degradation of Total-etch Adhesives Bonded to Dentin. *Journal of Dental Research*, 82(2), 136–140. doi:10.1177/154405910308200212

De Munck, J., Van Landuyt, K., Peumans, M., Poitevin, A., Lambrechts, P., Braem, M., & Van Meerbeek, B. (2005). A Critical Review of the Durability of Adhesion to Tooth Tissue: Methods and Results. *Journal of Dental Research*, 84(2), 118–132. doi:10.1177/154405910508400204

Delbons, F. B., Perdigão, J., Araujo, E., Melo Freire, C. A., Caldas, D. D., Cardoso, J. L., Pagani, M., Borges, G. A., & Lima, R. B. (2015). Randomized clinical trial of four adhesion strategies in posterior restorations - 18-month results. *Journal of Esthetic and Restorative Dentistry*, 27(2), 107–117. doi: 10.1111/jerd.12135

Drobac, M., Stojanac, I., Ramic, B., Premovic, M., & Petrovic, L. (2015). Micromorphological characterization of adhesive interface of sound dentin and total-etch and self-etch adhesives. *Medicinski Pregled*, 68(1–2), 10–16. doi:10.2298/MPNS1502010D

Erickson, R. L., Barkmeier, W. W., & Latta, M. A. (2009). The role of etching in bonding to enamel: A comparison of self-etching and etch-and-rinse adhesive systems. *Dental Materials*, 25(11), 1459–1467. doi:10.1016/j.dental.2009.07.002

Ferraris, M., & Muñoz, A (2009). Esmalte. In Ferraris, M., & Muñoz, A, *Histología y Embriología Bucodental* (third edition ed., pp. 295-332). Editorial Médica Panamericana.

Fruits, T. J., Khajotia, S. S., & Nicholson, J. W. (2013). Biologic considerations. In T. J. Hilton, J. L. Ferracane, & J. C. Broome, *Summitt's Fundamentals of Operative Dentistry: A Contemporary Approach* (4th Edition ed., pp. 1-36). quintessence books.

Garg N, Garg A (2012) Textbook of Operative Dentistry, 2nd edn. Delhi, India: Jaypee Brothers Medical Publishing.

Giannini, M., Makishi, P., Ayres, A. P. A., Vermelho, P. M., Fronza, B. M., Nikaido, T., & Tagami, J. (2015). Self-Etch Adhesive Systems: A Literature Review. *Brazilian Dental Journal*, 26(1), 3–10. doi:10.1590/0103-6440201302442

- Gu, F., Bresciani, E., Barata, T. J., Fagundes, T. C., Navarro, M. F., Dickens, S. H., Peters, M. C. (2010). In vivo Acid Etching Effect on Bacteria within Caries-Affected Dentin. *Caries Research*, 44(5), 472–477. doi:10.1159/000320362
- Gwinnett, A. J., & Matsui, A. (1967). A study of enamel adhesives. *Archives of Oral Biology*, 12(12), 1615–IN46. doi:10.1016/0003-9969(67)90195-1
- Grégoire, G., & Ahmed, Y. (2007). Evaluation of the enamel etching capacity of six contemporary self-etching adhesives. *Journal of Dentistry*, 35(5), 388–397. doi:10.1016/j.jdent.2006.11.003
- Hamouda, I. M., Samra, N. R., & Badawi, M. F. (2011). Microtensile bond strength of etch and rinse versus self-etch adhesive systems. *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials*, 4(3), 461–466. doi:10.1016/j.jmbbm.2010.12.007
- Hara, A. T., C. M. Amaral, L. A. Pimenta, and M. A. Sinhoreti. 1999. "Shear bond strength of hydrophilic adhesive systems to enamel." *Am J Dent* 12(4):181-4.
- Hoshika, S., Kameyama, A., Suyama, Y., De Munck, J., Sano, H. & Van Meerbeek, B. (2018). GPDM and 10-MDP-based Self-etch Adhesive Bonded to Bur-cut and Uncut Enamel - "Immediate" and "Aged" TBS. *J Adhes Dent*, 20(2), 113-120. doi: 10.3290/j.jad.a40307
- Ibrahim, I. M., D. W. Elkassas, and M. M. Yousry. 2010. "Effect of EDTA and phosphoric Acid pretreatment on the bonding effectiveness of self-etch adhesives to ground enamel." *Eur J Dent* 4(4):418-28.
- ISO/TS 11405:2003. Dental materials – Testing of adhesion to tooth structure. Granada: Biblioteca universitária de Granada – Faculdade de Odontologia.
- Kaaden, C., Powers, J., Friedl, K.-H., & Schmalz, G. (2002). Bond strength of self-etching adhesives to dental hard tissues. *Clinical Oral Investigations*, 6(3), 155–160. doi:10.1007/s00784-002-0170-7
- Loguercio, A. D., Bittencourt, D. D., Baratieri, L. N., & Reis, A. (2007). A 36-month evaluation of self-etch and etch-and-rinse adhesives in noncarious cervical lesions. *JADA*, 138(April), 507–514. doi:10.14219/jada.archive.2007.0204
- Loguercio, A., Luque-Martinez, I., Muñoz, M., Szesz, A., Cuadros-Sánchez, J., & Reis, A. (2014). A Comprehensive Laboratory Screening of Three-Step Etch-and-Rinse Adhesives. *Operative Dentistry*, 39(6), 652–662. doi:10.2341/13-236
- Lührs, A.-K., Guhr, S., Schilke, R., Borchers, L., Geurtsen, W., & Günay, H. (2008). Shear Bond Strength of Self-etch Adhesives to Enamel with Additional Phosphoric Acid Etching. *Operative Dentistry*, 33(2), 155–162. doi:10.2341/07-63

Matos, A.B., Botta, S.B., Shimaoka, A.M., Andrade A.P. (2011). Adesão Dental. Odontologia estética – Educação à Distância. Programa de atualização em Odontologia Estética, Porto Alegre: Artmed/ Panamericana Editora, P.9-36

Mazzoni, A., Tjäderhane, L., Checchi, V., Di Lenarda, R., Salo, T., Tay, F. R., Breschi, L. (2015). Role of dentin MMPs in caries progression and bond stability. *Journal of Dental Research*, 94(2), 241–251. doi:10.1177/0022034514562833

Mine, A., De Munck, J., Vivan Cardoso, M., Van Landuyt, K. L., Poitevin, A., Kuboki, T., Yoshida, Y., Suzuki, K., & Van Meerbeek, B. (2010). Enamel-smear compromises bonding by mild self-etch adhesives. *Journal of Dental Research*, 89(12), 1505-1509. doi:10.1177/0022034510384871

Nanci, A. (2013). Enamel: composition, formation, and structure; Dentin-pulp complex. In A. Nanci, *Ten Cate's. Oral histology: development, structure, and function* (8th edition ed., pp. 122-204). St. Louis, Missouri: Elsevier Mosby.

Özcan, M., Dündar, M., Erhan, M. (2012) Adhesion concepts in dentistry: tooth and material aspects, *Journal of Adhesion Science and Technology*, 26(24), 2661-2681. doi: 10.1080/01694243.2012.691038

Pashley, D. H., Tay, F. R., Breschi, L., Tjäderhane, L., Carvalho, R. M., Carrilho, M., & Tezvergil-Mutluay, A. (2013). State of the art etch-and-rinse adhesives. *Dental Materials*, 27(1), 1–34. doi:10.1016/j.dental.2010.10.016.State

Perdigão J, Lopes M. (1999). Dentin bonding – Questions for the new Millennium. *J Adhesive Dent.*;1:191–209.

Perdigão, J., & Geraldeli, S. (2003). Bonding Characteristics of Self-etching Adhesives to Intact versus Prepared Enamel. *Journal of Esthetic and Restorative Dentistry*, 15(1), 32–42. doi:10.1111/j.1708-8240.2003.tb00280.x

Perdigão, J., Carmo, A.R.P., Anauate-Netto, C., Amore, R., Lewgoy, H.R., Cordeiro, H.J.D., Dutra-Corrêa, M. e Castilhos, N. (2005) “Clinical performance of a self-etching at 18 months”, *Am. J. Dent.*, 18(2), pp. 135-40.

Perdigão, J., Gomes, G. e Lopes, M.M. (2006) “Influence of conditioning time on enamel adhesion”, *Quintessence Int.*, 37(1), pp. 35-41

Perdigão, J. (2007). New Developments in Dental Adhesion. *Dental Clinics of North America*, 51(2), 333–357. doi:10.1016/j.cden.2007.01.001

Perdigão, J. (2010). Dentin bonding-Variables related to the clinical situation and the substrate treatment. *Dental Materials*, 26(2), 24–37. doi:10.1016/j.dental.2009.11.149

Perdigão, J., Geraldeli, S., & Hodges, J. S. (2013). Total-etch versus self-etch adhesive: Effect on postoperative sensitivity. *Journal of Esthetic and Restorative Dentistry*, 25(4), 284–285. doi:10.1111/jerd.12045

Ralph Rawls, H., Teixeira, E. C., & Wanf, Q. (2013). Bonding and bonding agents. Phillips' science of dental materials (12th ed.). St. Louis, Mo.: Elsevier/Saunders, 2013

Sano, H. (2006). Microtensile Testing, Nanoleakage, and Biodegradation of Resin-Dentin Bonds. *Journal of Dental Research*, 85(1), 11–14. doi:10.1177/154405910608500102

Sarr, M., Kane, A., Vreven, J., Mine, A., Van Landuyt, K., Peumans, M., ... De Munck, J. (2010). Microtensile Bond Strength and Interfacial Characterization of 11 Contemporary Adhesives Bonded to Bur-cut Dentin. *Operative Dentistry*, 35(1), 94–104. doi:10.2341/09-076-L

Sezinando, A. (2014). Looking for the ideal adhesive – A review. *Revista Portuguesa de Estomatologia, Medicina Dentária E Cirurgia Maxilofacial*, 55(4), 194–206. doi:10.1016/j.rpemd.2014.07.004

Scherrer, S. S., Cesar, P. F., & Swain, M. V. (2010). Direct comparison of the bond strength results of the different test methods: a critical literature review. *Dental Materials*, 26(2), e78–e93. doi:10.1016/j.dental.2009.12.002

Stangel, I., Ellis, T. H., & Sacher, E. (2007). Adhesion to Tooth Structure Mediated by Contemporary Bonding Systems. *Dental Clinics of North America*, 51(3), 677–694. doi:10.1016/j.cden.2007.04.007

Tjäderhane, L. (2015). Dentin Bonding: Can We Make it Last? *Operative Dentistry*, 40(1), 4–18. doi:10.2341/14-095-bl

Torii, Y., Itou, K., Hikasa, R., Iwata, S., & Nishitani, Y. (2002). Enamel tensile bond strength and morphology of resin-enamel interface created by acid etching system with or without moisture and self-etching priming system. *Journal of Oral Rehabilitation*, 29(6), 528–533. doi:10.1046/j.1365-2842.2002.00855.x

Van Meerbeek, B., Yoshida, Y., Lambrechts, P., Vanherle, G., Duke, E. S., Eick, J. D., & Robinson, S. J. (1998). A TEM study of two water-based adhesive systems bonded to dry and wet dentin. *Journal of Dental Research*, 77(1), 50–59. <http://doi.org/10.1177/00220345980770010501>

Van Meerbeek B, De Munck J, Yoshida Y, Inoue S, Vargas M, Vijay P, et al. (2003). Buonocore memorial lecture: adhesion to enamel and dentin: current status and future challenges. *Operative Dentistry*, 28:215-235.

Van Meerbeek, B., Peumans, M., Poitevin, A., Mine, A., Van Ende, A., Neves, A., & De Munck, J. (2010). Relationship between bond-strength tests and clinical outcomes. *Dental Materials*, 26(1), 100–121. doi:10.1016/j.dental.2009.11.148

Van Meerbeek, B., Yoshihara, K., Yoshida, Y., Mine, A., De Munck, J., & Van Landuyt, K. L. (2011). State of the art of self-etch adhesives. *Dental Materials*, 27(1), 17–28. doi:10.1016/j.dental.2010.10.023

Vinagre, A., & Ramos, J. (2016). Adhesion in Restorative Dentistry. Adhesives - Applications and Properties. doi:10.5772/65605

Wagner, A., Wendler, M., Petschelt, A., Belli, R., & Lohbauer, U. (2014). Bonding performance of universal adhesives in different etching modes. *Journal of Dentistry*, 42(7), 800–807. doi:10.1016/j.jdent.2014.04.012

Wang, Y., & Spencer, P. (2005). Continuing Etching of an All-in-One Adhesive in Wet Dentin Tubules. *Journal of Dental Research*, 84(4), 350–354. doi:10.1177/154405910508400411

Wang, R., Shi, Y., Li, T., Pan, Y., Cui, Y., & Xia, W. (2017). Adhesive interfacial characteristics and the related bonding performance of four self-etching adhesives with different functional monomers applied to dentin. *Journal of Dentistry*, 62, 72–80. doi:10.1016/j.jdent.2017.05.010

Yoshida, Y., Van Meerbeek, B., Nakayama, Y., Yoshioka, M., Snauwaert, J., Abe, Y., Lambrechts, P., Vanherle, G. e Okazaki, M. (2001) “Adhesion to and decalcification of hydroxyapatite by carboxylic acids”, *Journal of Dental Research*, 80(6), pp. 1565-69.

Yoshihara, K., Hayakawa, S., Nagaoka, N., Okihara, T., Yoshida, Y., & Van Meerbeek, B. (2018). Etching Efficacy of Self-Etching Functional Monomers. *Journal of Dental Research*, 97(9), 1010–1016. doi:10.1177/0022034518763606

Yoshihara, K., Nagaoka, N., Hayakawa, S., Okihara, T., Yoshida, Y., & Van Meerbeek, B. (2018). Chemical interaction of glycerophosphate dimethacrylate (GPDM) with hydroxyapatite and dentin. *Dental Materials*, 34(7), 1072–1081. doi:10.1016/j.dental.2018.04.003

## IX. ANEXOS

### (Anexo 1)

