

INSTITUTO UNIVERSITÁRIO EGAS MONIZ

MESTRADO INTEGRADO EM MEDICINA DENTÁRIA

VARIAÇÃO DA RUGOSIDADE DE SUPERFÍCIE E TEMPO DE APLICAÇÃO NA PREPARAÇÃO CAVITÁRIA EM DENTINA E O SEU EFEITO NAS CARACTERÍSTICAS INTERFACIAIS E ADESÃO DE RESINAS COMPOSTAS AUTO-ADESIVAS

Trabalho submetido por
Inês Neves Miranda
para a obtenção do grau de **Mestre** em Medicina Dentária

outubro de 2024

INSTITUTO UNIVERSITÁRIO EGAS MONIZ

MESTRADO INTEGRADO EM MEDICINA DENTÁRIA

VARIAÇÃO DA RUGOSIDADE DE SUPERFÍCIE E TEMPO DE APLICAÇÃO NA PREPARAÇÃO CAVITÁRIA EM DENTINA E O SEU EFEITO NAS CARACTERÍSTICAS INTERFACIAIS E ADESÃO DE RESINAS COMPOSTAS AUTO-ADESIVAS

Trabalho submetido por
Inês Neves Miranda
para a obtenção do grau de **Mestre** em Medicina Dentária

Trabalho orientado por
Prof. Doutor António Sales Delgado

outubro de 2024

AGRADECIMENTOS

Ao Prof. Doutor António Delgado por toda a orientação, paciência, dedicação e entusiasmo pela investigação no desenrolar desta jornada.

Ao Prof. Doutor António Matos pela ajuda no uso do microscópio eletrónico e pelo interesse que expressou neste trabalho.

Ao Prof. Doutor Mário Polido, pela disponibilidade do laboratório e todos os materiais necessários.

Ao laboratório de Prótese Dentária, nomeadamente a Professora Joana Oliveira, por ajudar no desenvolvimento do molde CAD/CAM.

Aos meus pais, por estarem sempre presentes. Por todo o apoio e amor, por todo o esforço feito para que a minha educação fosse a melhor possível.

Aos meus avós, prima e tia por mostrarem sempre interesse e quererem o melhor para mim.

À minha colega de box e para sempre amiga Bia. Obrigada pela tua dedicação, ajuda e simpatia. Por me ouvires sempre. À Gi, À Beatriz e à Mariana por fazerem parte desta jornada e por todas as viagens.

Às minhas mais antigas amigas Ana, Pita e Cata por todos os risos e almoços bem passados.

RESUMO

Objetivos: Avaliar a resistência adesiva ao microcisalhamento de duas resinas compostas auto-adesivas comerciais, variando o seu tempo de aplicação (0, 1 e 5 min) e a rugosidade de superfície na dentina. Comparar de forma qualitativa, com recurso à microscopia eletrónica de varrimento (MEV), a topografia da superfície.

Materiais e Métodos: Setenta molares humanos hígidos foram aleatoriamente distribuídos por 12 grupos de estudo, de acordo com 3 tempos de aplicação, 2 granulometrias de broca e 2 resinas compostas auto-adesivas comerciais (Vertise Flow e Constic). Foram ainda adicionados grupos de controlo com resina composta e sistema adesivo, para fins comparativos. Cada dente foi seccionado em discos de dentina média coronária, de 2 mm de espessura (Accutom-50 a 0.350 mm/s, Struers, Dinamarca), preparados com uma broca troncocónica diamantada (risca preta ou amarela), de forma a simular a *smear layer* e rugosidade. Utilizou-se um molde CAD/CAM cilíndrico de forma a padronizar 3 cilindros de resina composta em cada disco, seguindo um tempo de aplicação de 0, 1 ou 5 minutos antes da fotopolimerização (20 s, a 0 distância; 950 mW/cm², LED alta intensidade). Após 24 h em água destilada (37°C), os cilindros foram sujeitos ao teste de microcisalhamento (1 mm/min, Shimadzu AGS-X, Japão). Uma amostra aleatória de cada grupo foi analisada no MEV. Estatística inferencial contemplou ANOVA *three-way*, com teste Tukey *post-hoc*, a um nível de significância de 5%.

Resultados: O teste ANOVA *three-way* confirmou que a resina composta auto-adesiva ($p < 0,05$) e o tempo de aplicação ($p < 0,0001$) influenciaram a resistência adesiva. Contudo, a rugosidade de superfície não foi significativa ($p = 0,97$). O tempo de aplicação, foi de facto altamente significativo, sendo os 5 min, onde se obtiveram melhores resultados para ambas as resinas compostas testadas.

Conclusões: As resinas compostas auto-adesivas beneficiaram de um tempo de aplicação mais longo de 5 minutos, enquanto que as diferenças na rugosidade de superfície testada não influenciou a resistência adesiva. Estes resultados confirmam que o fraco desempenho das resinas auto-adesivas poderá estar relacionada com a limitada interação dos monómeros com o substrato.

Palavras-chave: microcisalhamento; resinas compostas auto-adesivas; resistência adesiva; rugosidade

ABSTRACT

Objectives: To evaluate the micro-shear bond strength of two commercial self-adhesive composite resins, varying their application time (0, 1 and 5 min) and surface roughness on dentin. To qualitatively compare the surface topography using scanning electron microscopy (SEM).

Materials and Methods: Seventy healthy human molars were randomly assigned to 12 study groups, according to 3 application times, 2 drill sizes and 2 commercial self-adhesive composite resins (Vertise Flow and Constic). Control groups with composite resin and adhesive system were also added for comparative purposes. Each tooth was sectioned into 2 mm-thick coronal middle dentin disks (Accutom-50 at 0.350 mm/s, Struers, Denmark), prepared with a diamond truncated bur (black or yellow stripe), in order to simulate the smear layer and roughness. A cylindrical CAD/CAM mold was used in order to standardize 3 cylinders of composite resin on each disc, following an application time of 0, 1 or 5 minutes before light curing (20 s, at 0 distance; 950 mW/cm², high intensity LED). After 24 hours in distilled water (37°C), the cylinders were subjected to the microshear test (1 mm/min, Shimadzu AGS-X, Japan). A random sample from each group was analyzed in the SEM. Inferential statistics included a three-way ANOVA with a Tukey post-hoc test at a 5% significance level.

Results: The three-way ANOVA test confirmed that self-adhesive composite resin ($p < 0.05$) and application time ($p < 0.0001$) influenced adhesive strength. However, surface roughness was not significant ($p = 0.97$). Application time was in fact highly significant, with 5 min being the best result for both composite resins tested.

Conclusions: Self-adhesive composite resins benefited from a longer application time of 5 minutes, while differences in the surface roughness tested did not influence adhesive strength. These results confirm that the poor performance of self-adhesive resins may be related to the limited interaction of the monomers with the substrate.

Keywords: micro-shear; self-adhesive composite resins; adhesive strength; roughness

ÍNDICE

I. INTRODUÇÃO	15
1.1. ADESÃO EM MEDICINA DENTÁRIA	15
1.1.1. Sistemas adesivos	16
1.1.1.1. Etch & rinse (E&R)	17
1.1.1.2. Self-etch (SE)	19
1.1.1.3 Adesivos universais	19
1.2. MATERIAIS RESTAURADORES EM MEDICINA DENTÁRIA	20
1.2.1. Resinas compostas.....	20
1.2.2. Resinas compostas auto-adesivas	21
1.3. FATORES QUE INFLUENCIAM A ADESÃO	24
1.3.1. Influência da rugosidade de superfície	24
1.3.2. Influência do tempo de aplicação	25
1.4. ENQUADRAMENTO	26
II. OBJETIVOS DE ESTUDO	27
III. HIPÓTESES DE ESTUDO	29
IV. MATERIAIS E MÉTODOS	31
4.1. SELEÇÃO, LIMPEZA E ARMAZENAMENTO DOS DENTES	31
4.2. MATERIAIS	32
4.3. PREPARAÇÃO DAS AMOSTRAS.....	33
4.4. TESTE DE MICROCISALHAMENTO.....	39
4.5. MICROSCOPIA ELETRÓNICA DE VARRIMENTO (MEV).....	40
4.6. ANÁLISE ESTATÍSTICA.....	42
V. RESULTADOS	43
VI. DISCUSSÃO.....	51
6.1. IMPORTÂNCIA DO ESTUDO E JUSTIFICATIVA	51

6.2. A ESCOLHA DO TIPO DE RESINA COMPOSTA AUTO-ADESIVA.....	52
6.3. TEMPO DE APLICAÇÃO.....	53
6.4. RUGOSIDADE DE SUPERFÍCIE	55
6.5. LIMITAÇÕES	55
VII. CONCLUSÃO	57
VIII. PERSPETIVAS FUTURAS.....	59
IX. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	61
X. ANEXOS	75

Índice de Figuras:

Figura 1. Esquema representativo das diferentes estratégias restauradoras.	17
Figura 2. Exemplo de um dente utilizado no estudo	31
Figura 3. Solução de Cloramina T tri-hidratada a 1%	31
Figura 4. Esquema representativo dos grupos deste estudo	33
Figura 5. Micrótomo de tecidos duros (Accutom-50, Struers A/S, Ballerup, Denmark)	35
Figura 6. Corte para formação de disco de dentina.	35
Figura 7. Disco de dentina.....	35
Figura 8. Preparação da superfície dentinária com recurso ao calibrador de instrumentos rotatórios	36
Figura 9. Modelo de CAD/CAM.....	36
Figura 10. A- resina auto-adesiva Vertise™ Flow (Kerr, EUA); B- Resina auto-adesiva Constic (DMG, Alemanha); C- Resina Charisma Diamond (CD, Kulzer); D- Sistema adesivo Clearfil S'bond Universal Quick.....	37
Figura 11. Aplicação da resina auto-adesiva no molde CAD/CAM	37
Figura 12. Fotopolimerização final	38
Figura 13. Fotopolimerizador LED de alta intensidade COXO modelo DB686 (Froshan COXO Medical Instruments, Guandong, China)	38
Figura 14. Amostra após remoção do molde CAD/CAM	38
Figura 15. Estufa (Mettler INE 400, Schwabach, Germany)	39
Figura 16. Máquina de testes universal (Shimadzu, Autograph AG-IS, Tokyo, Japan)	39
Figura 17. A: adaptador para a máquina de testes universal; B: liga metálica ortodôntica presa no jig metálico.....	40
Figura 18. Liga metálica ortodôntica pré-formada à volta do cilindro de resina, paralelamente à interface resina-restauração.	40
Figura 19. Protocolo de fixação e desidratação.....	41
Figura 20. Microscópio eletrónico de varrimento (JEOL, JSM-5400, Tóquio, Japão).	42

Figura 21. Gráfico de barras com médias de resistência adesiva ao microcisalhamento (MPa). As barras de erro representam o erro padrão da média. Quando as barras de erro não se intersejam, as diferenças não são estatisticamente significativas (Tukey's post-hoc, $p>0.05$).....	43
Figura 22. Gráfico de linhas com marcadores, representa as médias da resistência adesiva em relação ao tempo de aplicação.	44
Figura 23. Gráfico de barras para a comparação com os grupos de controlo positivo (Control_F – Controlo após preparação de grão fino; Control_G – Controlo após preparação de grão grosso). Letras diferentes denotam diferenças estatisticamente significativas (Tukey's post hoc, em $p<0,05$). As barras de erro são erro padrão da média.	45
Figura 24. É visível a presença de resina composta em todas as imagens indicada pela seta. A: Control_F, com ampliação 500x; B: Control_F, com ampliação 1500x; C: Control_G, com ampliação 500x; D: Control_G, com ampliação 1500x.	46
Figura 25. Não é visível alterações da dentina. A: CT_0_F com ampliação 500x; B: CT_0_F com ampliação 1500x; C: CT_0_G com ampliação 500x; D: grupo CT_0_G com ampliação 1500x.....	47
Figura 26. É visível a presença de resina auto-adesiva em todas as imagens indicada pela seta. A: CT_1_F com ampliação 500x; B: CT_1_F com ampliação 1500x; C: CT_1_G com ampliação 500x; D: CT_1_G com ampliação 1500x.	47
Figura 27. Nas imagens A e B estão indicados resin tags pela seta. Nas imagens C e D É visível a presença de resina auto-adesiva indicada pela seta. A: CT_5_F com ampliação 500x; B: CT_5_F com ampliação 1500x; C: CT_5_G com ampliação 500x; D: CT_5_G com ampliação 1500x.....	48
Figura 28. Não é visível alteração da dentina. A: VF_0_F com ampliação 500x; B: VF_0_F com ampliação 1500x; C: VF_0_G com ampliação 500x; D: VF_0_G com ampliação 1500x.....	48
Figura 29. Nas imagens A e B, está indicada pela seta a resina auto-adesiva. Nas imagens C e D, observa-se uma desmineralização da dentina. A: VF_1_F com ampliação 500x; B: VF_1_F com ampliação 1500x; C: VF_1_G com ampliação 500x; D: VF_1_G com ampliação 1500x.....	49

Figura 30. Em todas as imagens está presente a resina auto-adesiva, indicada pela seta. Há também a formação de resin tags, A: VF_5_F com ampliação 500x; B: VF_5_F com ampliação 1500x; C: VF_5_G com ampliação 500x; D: VF_5_G com ampliação 1500x
..... 49

Índice de Tabelas:

Tabela 1. Materiais utilizados – composição e especificações técnicas	32
--	----

Lista de Abreviaturas:

10-MDP: 10-metacrilóiloxdecil di-hidrogenofosfato

4-META: 4MetacrilóxietylTrimelitatoAnidrido

ANOVA Analysis of Variance

BIS-GMA: Bisfenol A-glicidilmetacrilato

CAD/CAM – Computer Aided Design/Computer Aided Manufacturing.

E&R: *Etch & rinse*

GPDM: dimetacrilato de glicerol fosfato

HEMA: hidróxietyl-metacrilato

ISO International Organization for Standardization

MEV Microscopia Eletrónica de Varrimento

MMPs: enzimas metaloproteinases

MPa: Força adesiva de microcisalhamento

SE: *self-etch*

TEGDMA: dimetacrilato de trietilenó-glicol

UDMA: dimetacrilato de uretano

μTBS: teste de microtração

μSBS: teste de microcisalhamento

I. Introdução

1.1. Adesão em medicina dentária

A adesão perpetua-se sempre com a mesma filosofia: estabelecer uma ligação efetiva e estável entre substratos de natureza distinta, resultando numa interface contínua. Neste caso, a união ocorre não apenas na superfície do substrato, sendo esmalte ou dentina, mas também na superfície do adesivo e na própria interface (Marshall et al., 2010; Sezinando, 2014).

O conceito de adesão ao esmalte tornou-se palpável quando Buonocore, em 1955, introduziu a técnica de condicionamento ácido neste substrato (Buonocore, 1955). Visto que este mecanismo de adesão provou ser forte e com substancial longevidade, sucedeu-se um enorme interesse nas técnicas adesivas em dentisteria e a consequente rápida evolução no seu estudo (Van Meerbeek et al., 2020).

Na linha do tempo, isto levou a que as resinas compostas substituíssem a amálgama como o material restaurador de eleição, não só devido à necessidade de diminuir o uso de materiais com mercúrio, mas também pela capacidade de imitação do substrato dentário, ou seja, a procura do biomimetismo. As resinas, para além de serem biocompatíveis, são eficazes na restauração de dentes anteriores e posteriores, mesmo em cavidades de grande dimensão (Demarco et al., 2017; Fugolin & Pfeifer, 2017; Spencer et al., 2019). Estas resinas compostas ganharam popularidade sobretudo na sua abordagem conservadora no que toca ao preparo cavitário, correspondendo à exigência estética dos pacientes (Aminoroaya et al., 2020; Cadenaro et al., 2023; Nascimento et al., 2013). Com a evolução da investigação nos materiais à base de resina, foram surgindo simplificações da técnica, nas quais se enquadram as resinas *bulk-fill* e, mais recentemente, as resinas compostas auto-adesivas (Fugolin & Pfeifer, 2017).

Apesar das suas vantagens as resinas compostas têm limitações, nomeadamente estas restaurações têm uma longevidade média de 10 anos (Fugolin & Pfeifer, 2017). Idealmente o procedimento restaurador beneficia de um procedimento simples e não sensível à técnica do operador e deveria constituir um material antibacteriano, diminuindo a incidência das cáries secundárias (Aminoroaya et al., 2020; Van Meerbeek et al., 2020). A resina composta ideal resistiria à hidrólise e degradação enzimática, de forma a limitar o dano da composição estrutural e funcional (Baldion et al., 2021; Durner et al., 2010).

1.1.1. Sistemas adesivos

A dentisteria minimamente invasiva atual baseia-se em preparos conservadores que preconizam a utilização de sistemas adesivos. Estes, podem ser definidos como soluções solvatadas de monómeros de resina que modificam a superfície do substrato, permitindo uma retenção forte entre este e o material restaurador subsequente (Milia et al., 2012; Sofan et al., 2017).

Como já indiciado, o desafio dos sistemas adesivos, e da adesão no geral, ainda no presente dia, é obter uma adesão que tenha uma longevidade substancial na dentina, à semelhança do que já acontece no esmalte (Van Meerbeek et al., 2011). O esmalte é constituído quase totalmente por matriz inorgânica, a hidroxiapatite, representando cerca de 96% do seu volume total (Bedran-Russo et al., 2017). No esmalte o uso do ácido ortofosfórico ajuda na formação de microporosidades que, nos próximos passos, são preenchidas por resina, formando os *resin tags*, o que permite uma adesão eficaz e previsível (Bedran-Russo et al., 2017; Sofan et al., 2017).

O problema na dentina prende-se com a reduzida quantidade de matriz inorgânica na dentina, a hidroxiapatite, que constitui 50% do volume total (Bedran-Russo et al., 2017). A menor matriz inorgânica, em relação ao esmalte, implica que a dentina tenha uma energia de superfície mais diminuída (Sezinando, 2014). Este substrato é um tecido hidratado e contem também uma rede de colagénio que representa 30% do volume do mesmo. Além do mencionado, a morfologia da dentina é complexa, sendo que é constituída por túbulos dentinários que se estendem desde a junção amelo-dentinária até à polpa (Spencer et al., 2019). Tem também a particularidade de que ocorre o aumento da permeabilidade da dentina em relação à profundidade da cavidade (Cardoso et al., 2019).

Os sistemas adesivos têm três componentes principais: o ácido, o *primer* e o adesivo. O ácido normalmente usado é o ácido ortofosfórico a 37% e prepara o esmalte e a dentina para a aplicação do *primer*. Este condicionamento cria microporosidades no substrato dentário, promovendo a formação mais tarde dos *resin tags*, e, assim, contribuindo para a adesão mecânica. O *primer* é uma solução composta por monómeros funcionais hidrofílicos, que são transportados por um solvente, podendo este ser água, álcool ou acetona. Este é necessário visto que a dentina é um substrato hidrofílico e não seria adequada a adesão desta a monómeros de resina hidrofóbicos (Bedran-Russo et al.,

2017). Por fim, o adesivo, é uma camada de resina que serve de união entre o primer hidrofílico e a resina hidrofóbica (Sezinando, 2014; Sofan et al., 2017).

Durante a preparação cavitária na dentina há a formação de uma camada de detritos, constituída maioritariamente por hidroxiapatite e colagénio, a *smear layer*, e, quando essa camada preenche os túbulos dentinários denomina-se de *smear plugs* (Sofan et al., 2017). Na dentina, realiza-se o condicionamento ácido na superfície dentária para a preparar para os restantes passos adesivos. O ácido ortofosfórico remove parte da matriz inorgânica da dentina, sem alterar a rede de colagénio. Os espaços criados com este passo são depois preenchidos pelo adesivo, que é então fotopolimerizado, formando a camada híbrida (Spencer et al., 2019; Tjäderhane et al., 2013). A camada híbrida ideal seria então uma rede tridimensional, entre os polímeros e o colagénio, totalmente polimerizada que promove uma ligação estável entre o adesivo e a dentina (Spencer et al., 2019).

Assim, os sistemas adesivos contemporâneos podem ser classificados de acordo com o seu método de aplicação, ou maneira como interagem com a *smear layer*, em: *etch & rinse*, *self-etch* e, também, adesivos universais, como exemplificado na Figura 1 (Sofan et al., 2017; Spencer et al., 2019; Van Meerbeek et al., 2010).

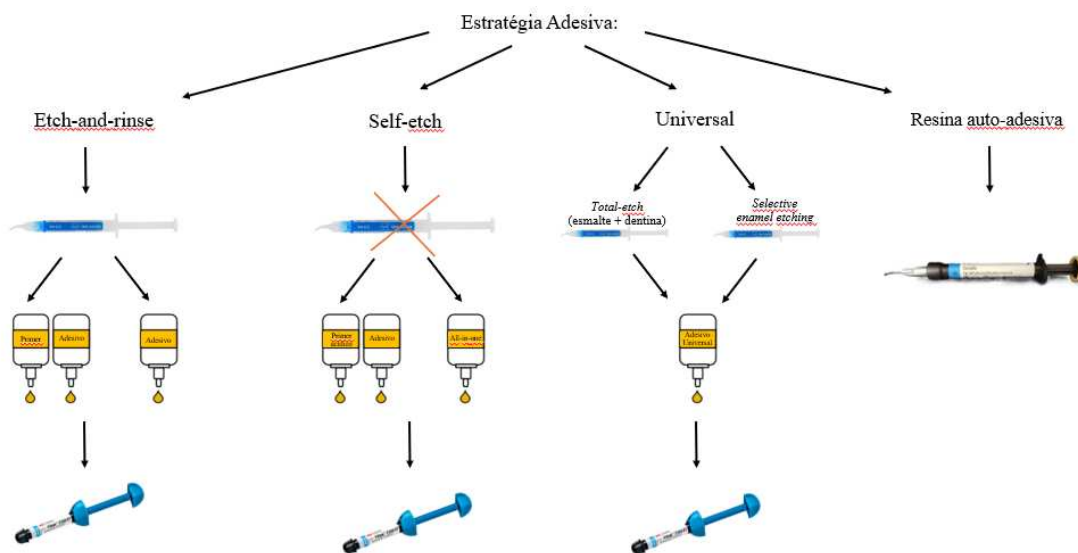


Figura 1. Esquema representativo das diferentes estratégias restauradoras.

1.1.1.1. *Etch & rinse* (E&R)

No final da década de 70 foi introduzida a técnica *Etch & Rinse* de 3 passos, o que revolucionou a dentisteria adesiva (Perdigão, 2010; Sofan et al., 2017).

Nesta técnica procede-se ao condicionamento ácido em toda a superfície do dente, podendo incluir esmalte e dentina, com o uso do ácido ortofosfórico. Com este condicionamento, há a remoção total da *smear layer*, a camada de detritos formada durante a preparação cavitária, e dos *smear plugs* (Cadenaro et al., 2023; Sofan et al., 2017). No esmalte, o ácido ortofosfórico cria microporosidades que são em seguida preenchidas com *primer* e adesivo, criando retenção micromecânica pela formação de *microtags* (Perdigão et al., 2021; Sofan et al., 2017; Van Meerbeek et al., 2020). Por outro lado, na dentina, o condicionamento ácido provoca a desmineralização da dentina a uma profundidade de 1-5 μm , dependente do tempo de aplicação, expondo a rede de colagénio (Perdigão et al., 2021; Sofan et al., 2017). Depois da remoção do ácido e lavagem com água, a dentina tem de permanecer húmida, visto que se tal não acontecesse a rede de colagénio iria colapsar e bloquear a infiltração do *primer* e adesivo (Sezinando, 2014).

Procede-se posteriormente à aplicação do *primer*, solução que contém monómeros com propriedades hidrofílicas em solventes como água, álcool e acetona (Sofan et al., 2017). Este passo tem o objetivo substituir a água que hidrata a rede de colagénio, pelos solventes presentes no *primer*, que atuam como um transportador de monómeros de resina, sendo estes compatíveis com as camadas de resina subsequentes (Bertassoni et al., 2012). Por último, é aplicado o adesivo que penetra na rede de colagénio e nos túbulos dentinários, formando *resin tags* e que, depois de fotopolimerizado, forma a camada híbrida (Sofan et al., 2017).

Hoje em dia sabe-se que mesmo com o sistema *etch & rinse*, a formação da camada híbrida pode não ser completa e não atingir a qualidade ideal para garantir uma adesão duradoura (Pashley et al., 2011). Tem-se notado que há a formação de espaços com fibras de colagénio não embebidas em resina, mas preenchidas com água. Tal pode-se justificar pela discrepância entre a profundidade da camada de dentina desmineralizada em comparação com a camada de infiltração do *primer* e adesivo (Cardenas et al., 2018; Ñaupari-Villasante et al., 2022). O condicionamento ácido da dentina pode também iniciar uma cascata de degradação das fibras de colagénio parcialmente embebidas em resina, ativando as enzimas metaloproteínases (MMPs), o que compromete a integridade da camada híbrida (Pashley et al., 2004; Spencer et al., 2019).

1.1.1.2. *Self-etch* (SE)

Neste sistema adesivo não é utilizado um passo separado com ácido. Este sistema contempla uma solução aquosa que contém monómeros funcionais acídicos, com um pH ligeiramente mais básico que o ácido ortofosfórico (Sofan et al., 2017). Estes adesivos podem ser classificados de acordo com o nível de acidez em: ultra-suaves (pH > 2,5), suaves (pH $\approx$ 2), intermédios (pH entre 1 e 2) e fortes (pH < 1) (Van Meerbeek et al., 2020). Como não ocorre a remoção total da *smear layer*, mas sim a sua incorporação na interface adesiva, os *smear plugs* permanecem, protegendo o colagénio, o que alguns autores defendem que pode diminuir a sensibilidade pós-operatória. Contudo, a camada híbrida formada é fina e os *microtags* formados são mais finos e curtos (Perdigão et al., 2021; Sofan et al., 2017).

Devido à pouca desmineralização da hidroxiapatite e, visto que, a adesão micromecânica é o pré-requisito para uma robusta adesão, é importante reter que em certos casos, sobretudo na abundância de esmalte, o método *self-etch* pode não ser o preferido (Cadenaro et al., 2023; Van Landuyt et al., 2007).

1.1.1.3 Adesivos universais

Os sistemas adesivos universais foram introduzidos em 2011 numa tentativa de simplificar e diminuir ainda mais a sensibilidade da técnica. Estes podem ser usados com a técnica *Etch-and-rinse* ou *self-etch*, devido à sua grande versatilidade e ao pequeno número de passos (Nagarkar et al., 2019; Sofan et al., 2017). Podem também promover a adesão a diferentes substratos como ao esmalte, dentina e a restaurações anteriores de resina composta (Kalavacharla et al., 2015; Tsujimoto et al., 2017).

Em 1984, Kuraray introduziu o monómero 10-metaciloiloxidecildi-hidrogenofosfato (10-MDP) e, na década de 2000, com a expiração da patente, foi possível o início de uma larga escala de estudo sobre monómeros acídicos possibilitando eventuais reproduções comerciais. O 10-MDP é um monómero funcional hidrofílico acídico, hoje ainda considerado um dos monómeros mais eficazes deste tipo. Este liga-se quimicamente ao cálcio da hidroxiapatite da dentina não condicionada com ácido. O monómero 10-MDP contém dois grupos funcionais, um grupo fosfato que liga aos minerais da dentina, e um grupo metacrilato polimerizável, separados por uma cadeia

longa, esta estrutura justifica a sua estabilidade à degradação (Delgado et al., 2021; Feitosa et al., 2014; Yoshihara et al., 2010, 2013).

Está também descrita a formação de sais insolúveis MDP-Ca dispostos em camadas, num fenómeno denominado de *nanolayering*, o que possivelmente pode contribuir para melhorar a longevidade e estabilidade da interface adesiva. Houve a tentativa de sintetizar monómeros com eficácia semelhante à do 10-MDP, mas mais resistentes à hidrólise, no entanto estes demonstravam uma eficácia de ligação substancialmente menor (Cadenaro et al., 2023; Dressano et al., 2020; Van Meerbeek et al., 2020).

Em relação ao esmalte, com a utilização da técnica *self-etch*, não há a formação de microporosidades na mesma ordem que com o condicionamento em separado, e consecutivamente, não há formação de *microtags* e a adesão micromecânica é afetada. Foi então desenvolvida a técnica *selective enamel etching*, em que é realizado o condicionamento ácido apenas no esmalte, enquanto na dentina não é necessária nenhuma preparação (Cadenaro et al., 2023; Cuevas-Suárez et al., 2019; Sofan et al., 2017). Com o uso desta técnica, no esmalte aplica-se uma abordagem *etch-and-rinse*, aumentando a durabilidade adesiva e na dentina, uma abordagem *self-etch*, diminuindo os danos às fibras de colagénio (Sai et al., 2018; Takamizawa et al., 2016).

1.2. Materiais restauradores em medicina dentária

1.2.1. Resinas compostas

As resinas compostas foram primeiro introduzidas em Medicina Dentária nos anos 50, sendo atualmente o material de restauração mais utilizado (Aminoroaya et al., 2020; Demarco et al., 2017). Têm uma elevada aplicabilidade em dentisteria, podendo ser usadas em restaurações diretas ou indiretas, como facetas, e também como selantes de fissuras, entre outros (Ferracane, 2011; Moszner & Hirt, 2012).

Este material restaurador permite restabelecer a estética e a função dentária e, quando usados em conjunto com os sistemas adesivos, tornam as restaurações previsíveis, fiáveis e duradouras (Baldion et al., 2021; Yao et al., 2020). A resina composta é constituída por monómeros polimerizáveis de metacrilato, a matriz orgânica, associados a partículas inorgânicas, geralmente vidros de silicato. Estas duas fases estão unidas por

organossilanos. A resina é também composta por um sistema fotoiniciador, a canforoquinona, corantes, estabilizadores e potenciadores de brilho (Baldion et al., 2021; Bayne et al., 2019; Moszner & Hirt, 2012). Está provado que a microestrutura e composição das resinas afeta não só as características mecânicas, mas também o seu resultado estético (Popescu et al., 2023).

Atualmente as resinas compostas têm uma boa estabilidade de cor e ótimas propriedades óticas, conseguindo mimetizar o substrato dentário (Demarco et al., 2017). No entanto, devido à sua composição à base de polímeros, sofrem alterações irreversíveis na sua estrutura, o que pode limitar a longevidade da restauração (Seoane et al., 2023; Szczesio-Wlodarczyk et al., 2020). Os materiais restauradores atuais possuem diversas limitações, como a contração após polimerização, a sua elevada suscetibilidade à biodegradação no ambiente oral e o facto de o processo adesivo ser sensível à técnica do operador (Inglês et al., 2022). Assim, o sucesso clínico da restauração em resina composta depende da durabilidade e da eficácia do sistema adesivo e da interface formada (Cardoso et al., 2019; Peumans et al., 2014).

A utilização dos materiais adesivos atuais é muito sensível à técnica, visto que consiste em várias etapas dependentes de tempo, técnica de aplicação e experiência do operador (Brueckner et al., 2017; Inglês et al., 2022). É necessário o controlo da contaminação, nomeadamente da saliva e sangue e também a colaboração do paciente, visto que a restauração com resina composta é um processo demorado, consequência dos vários passos necessários, o que aumenta o risco de erros (Inglês et al., 2022; Ozel Bektas et al., 2013).

1.2.2. Resinas compostas auto-adesivas

Com a evolução na tecnologia adesiva, surgiram as resinas compostas fluídas auto-adesivas, em 2009, com o intuito de diminuir o tempo de execução, simplificar o procedimento e reduzir a sensibilidade da técnica adesiva (David et al., 2021; Peterson et al., 2018). Tudo isto, pela simplificação da técnica, permitiria também reduzir possíveis erros, visto que a restauração passaria a ser só de um passo (Brueckner et al., 2017; Latta et al., 2020; Van Meerbeek et al., 2020). Seria então um sistema *all-in-one* de adesão em que seria eliminada a necessidade da aplicação separada do sistema adesivo (Vichi et al., 2013).

Até à data, as resinas auto-adesivas comercializadas são de consistência *flowable*, de modo a potenciar a adaptação ao substrato, e, sendo que conseguem ser facilmente inseridas em cavidades de pequena dimensão, revelam uma facilidade de adaptação marginal às paredes internas (Fugolin & Pfeifer, 2017; Ikeda et al., 2009; Ozel Bektas et al., 2013; Vichi et al., 2013).

A adesão das resinas compostas auto-adesivas baseia-se na introdução de monómeros funcionais ácidos que devem simultaneamente condicionar e infiltrar no substrato dentário, mantendo a presença de sistemas de monómeros tradicionais de metacrilato. Estes monómeros, nomeadamente o dimetacrilato de glicerol fosfato (GPDM) e o 10-MDP, possibilitam um condicionamento leve do esmalte e da dentina, criando alguma retenção micromecânica superficial e, simultaneamente, exposição de minerais predispostos para uma potencial ligação química, tal como com o cálcio da hidroxiapatite (Delgado et al., 2021; Latta et al., 2020; Ozel Bektas et al., 2013; Yoshida et al., 2001). Há então a formação de ligações iónicas entre os grupos carboxilo ou fosfato e o cálcio (Yoshioka et al., 2002).

Esta adesão química permite uma ótima adesão entre a resina e a dentina e é especialmente indicada em classes II de Black visto que na margem gengival destas há pouco esmalte (Ozel Bektas et al., 2013; Spencer et al., 2019). Ao ocorrer uma menor profundidade de desmineralização, há uma menor exposição da rede de colagénio, criando uma interface estável e menos suscetível à degradação das fibras de colagénio (Van Meerbeek et al., 2020).

2.2.1. Limitações das resinas compostas auto-adesivas

Apesar de ser um material promissor, estudos *in vitro*, *in vivo* e clínicos evidenciam que estes materiais ainda não têm uma adesão suficiente com os tecidos dentários, nomeadamente à dentina, tanto a curto como a longo prazo, quando comparados com a aplicação de sistema adesivo seguida de aplicação de resina composta (Çelik et al., 2015; David et al., 2022; Delgado et al., 2021; Yao et al., 2020). Estes mostram uma menor resistência adesiva, defeitos na interface adesiva e uma reduzida interação com a *smear layer*, uma vez que não são capazes de a remover (Brueckner et al., 2017; Peterson et al., 2018).

Por apresentarem na sua composição uma menor quantidade de partículas de carga, possuem também menor resistência mecânica e maior contração de polimerização e, quando comparada com sistemas adesivos, têm uma maior viscosidade, o que prejudica a molhabilidade no substrato (Inglês et al., 2022; Jordehi et al., 2019; Vichi et al., 2013). Além do mencionado, certos estudos mostram que há pouco selamento das margens, sendo mais provável a invasão bacteriana e formação de cáries secundárias, do que em restaurações com outros materiais (Ferreira et al., 2023; Kopperud et al., 2012; Opdam et al., 2014; Van Meerbeek et al., 2020).

Podemos então inferir que a simples incorporação de monómeros funcionais parece ser insuficiente para criar uma adesão estável e durável (Ferreira et al., 2023; Inglês et al., 2022; Seoane et al., 2023). É, assim, de importância a dedicação ao estudo da possibilidade de diferentes tratamentos de superfície e modificações à constituição das resinas auto-adesivas de forma a garantir a correta adesão, otimizando este material restaurador (Inglês et al., 2022). A título de exemplo, em relação às resinas auto-adesivas, estudos comprovaram que o uso de um *primer* à priori da aplicação destes aumenta a sua capacidade adesiva até três vezes mais do que sem a sua aplicação do *primer* (Inglês et al., 2022). Isto permite que a solução de *primer* se estendesse na rede de colagénio, transportando os monómeros hidrofílicos, algo que neste momento não é possível com as resinas devido à sua viscosidade. No entanto, ao adicionar um passo à técnica adesiva, iria contra o objetivo principal das resinas auto-adesivas (Inglês et al., 2022; Kim et al., 2020; Van Meerbeek et al., 2020).

Tendo em conta estas limitações, as resinas compostas auto-adesivas neste momento ainda não são recomendadas em restaurações diretas convencionais (Jordehi et al., 2019; Peterson et al., 2018). Podem, no entanto, ser indicadas na restauração de lesões cervicais não cariosas e, nas localizações de elevada carga oclusal, podem ser usados como base cavitária, ou, no evento da cavidade ser de pequena dimensão, em que o tecido dentário adjacente consiga suportar as forças oclusais (Ferracane, 2011; He et al., 2007; Helvatjoglu-Antoniades et al., 2006).

1.3. Fatores que influenciam a adesão

De acordo com Van Meerbeek, em 2020, existem três mecanismos principais de adesão entre qualquer material dentário e o substrato, estes são a molhabilidade, a microretenção e a interação química (Van Meerbeek et al., 2020).

Em relação à molhabilidade, esta é a capacidade que um líquido tem de estar em contacto, e de espalhar uniformemente, numa superfície sólida. O líquido deve escoar para dentro das irregularidades do substrato e promover o contacto entre a maior superfície do mesmo. Se há uma verdadeira molhabilidade da superfície não devem ocorrer falhas adesivas. O grau de molhabilidade pode ser calculado pela determinação do ângulo de contacto, que é o ângulo entre a forma do líquido e a superfície do sólido. Como a tendência do líquido se espalhar aumenta à medida que o ângulo de contacto diminui, o ângulo de contacto é um indicador da capacidade de molhamento. Se a energia de superfície do aderente for reduzida por contaminação, a energia de superfície do sólido diminuirá podendo observar-se um aumento do ângulo de contacto (Srinivas et al., 2022; Van Meerbeek et al., 2020).

A microretenção é considerado o mecanismo principal de adesão dos materiais à base de resina aos tecidos mineralizados, como o esmalte e a dentina. No esmalte é necessária a aplicação do ácido ortofosfórico de modo a remover a *smear layer* e a criar microporosidades, que vão ser preenchidas por resina, formando os *resin tags*. Relativamente à interação química, esta é formada entre os monómeros funcionais e o cálcio da hidroxiapatite, ajudando a estabilizar a camada híbrida (Latta et al., 2020; Van Meerbeek et al., 2020).

1.3.1. Influência da rugosidade de superfície

A preparação cavitária com brocas torna a superfície mais rugosa, removendo a camada mais superficial contaminada. Substratos que são pouco recetivos ao sistema adesivo, como esmalte aprismático ou dentina esclerótica, precisam de ser preparados a fim de se aumentar a sua rugosidade, ou até parcialmente ou completamente removidos, de forma a se obter uma adesão ideal.

A *smear layer* interfere diretamente com a molhabilidade (Giannini et al., 2015). Estudos mostram que a adesão de uma resina à *smear layer*, que não está firmemente

ligada ao substrato adjacente, compromete a formação de uma interface adesiva adequada (Schwartz & Fransman, 2005).

Este é o principal problema das resinas auto-adesivas aplicadas sem condicionamento prévio, não entram em contacto direto com o substrato dentário. Nesses casos, a resina deve ter a capacidade química de tratar o substrato e dissolver a *smear layer*, permitindo a interação adequada com o substrato dentário (David et al., 2022; Van Meerbeek et al., 2020). Alguns estudos defendem que quanto maior o grão e abrasividade da broca, maior a camada de *smear layer* que se forma. Neste caso, ao aumentar a camada de *smear layer* há uma consequente diminuição da taxa de penetração de monómeros durante a hibridização, sendo que estes autores defendem que uma superfície lisa e com uma *smear layer* fina, obtém melhores resultados adesivos (Kambara et al., 2012; Kim et al., 2020; Oliveira et al., 2003; Rirattanapong et al., 2015)

Por outro lado, investigações prévias determinaram que o aumento da rugosidade de superfície, a partir do uso de brocas, beneficia o aumento da área de contacto criada entre o substrato e o sistema adesivo, melhorando assim a capacidade adesiva (Koodaryan et al., 2016). Ou seja, ao tornar a cavidade mais rugosa com o uso de instrumentos rotatórios, há um aumento do mecanismo de interlocking, a criação de *microtags*, o que melhora a retenção, diminuindo a necessidade de outros métodos retentivos menos conservadores (Ayad et al., 1997; Koodaryan et al., 2016).

1.3.2. Influência do tempo de aplicação

O tempo de aplicação tem também surgido como um dos fatores passíveis de condicionar a capacidade adesiva garantida no substrato, quer a curto quer a longo-prazo. Estudos anteriores feitos sobre a variação do tempo de aplicação de sistemas adesivos, como o estudo de Sai, em 2018, mostram que ao aumentar o tempo de aplicação do sistema adesivo universal, aumenta também a qualidade e quantidade de adesão química, que de acordo com algumas investigações pode apenas ocorrer passados alguns segundos da aplicação do sistema adesivo (Karadas, 2021; Sai et al., 2018; Saito et al., 2020).

Já nas resinas compostas auto-adesivas, até à data, não se encontraram estudos que referem a variabilidade do tempo de aplicação. Como referido anteriormente, a molhabilidade é um requisito para obter um bom ângulo de contacto entre o aderente e o substrato. Para um líquido se espalhar ao longo de um substrato, a tensão de superfície do

líquido deve ser muito menor do que a energia de superfície do substrato. Nos materiais com uma composição mais viscosa, como as resinas compostas auto-adesivas, há uma maior dificuldade da dispersão uniforme do material, durante um determinado tempo, o que pode dificultar a infiltração dos monómeros e formação da camada híbrida (Van Meerbeek et al., 2020).

A adesão à dentina depende maioritariamente da infiltração de monómeros e da formação da camada híbrida e, devido à maior viscosidade deste material restaurador, não há a penetração nos túbulos dentinários em profundidade, diminuindo a resistência adesiva (David et al., 2022). Põe-se a questão de que, se aumentar o tempo de aplicação da resina auto-adesiva antes de esta ser fotopolimerizada, haja uma maior difusão da mesma, com mais interação monómero-cálcio, melhor espalhamento e eventual uniformização da camada híbrida resultante.

1.4. Enquadramento

As resinas compostas auto-adesivas aparentam ser promissoras em dentisteria, devido ao seu potencial de uso fácil nos substratos dentários, sem a necessidade da complexidade de uso e sensibilidade de um sistema adesivo em separado (Cadenaro et al., 2023). No entanto, é essencial otimizar este material restaurador, considerando o estudo de novas variáveis que podem impactar o seu desempenho. Para isto, as avaliações de novos pré-tratamentos do substrato dentário são cruciais, uma vez que estes podem otimizar a adesão resina-dentina e resina-esmalte, garantindo a longevidade da restauração.

Investigações prévias em outros materiais de restauração determinaram que o aumento da rugosidade de superfície beneficia a área de contacto criada no substrato, melhorando assim a capacidade adesiva (Koodaryan et al., 2016). Por outro lado, o tempo de aplicação dos sistemas adesivos, por aumentar a interação química, pode também impactar esta variável (Sai et al., 2018). Assim, torna-se significativo investigar a influência da rugosidade da superfície dentinária e estudar o tempo de aplicação nas resinas compostas auto-adesivas na sua aplicação antes da fotopolimerização, numa tentativa destas se tornarem uma possibilidade na prática clínica.

II. Objetivos de estudo

2.1 Objetivo primeiro

Avaliar a resistência adesiva ao microcisalhamento de duas resinas auto-adesivas comerciais, variando o tempo de aplicação e a rugosidade de superfície. O estudo contempla três tempos de aplicação: 0, 1 minuto e 5 minutos, e duas granulometrias distintas de preparação do substrato.

2.2. Objetivo segundo

Comparar de forma qualitativa, com recurso à microscopia eletrónica de varrimento (MEV), a qualidade da interface adesiva produzida, consoante as diferentes variáveis em teste.

Varição da rugosidade de superfície e tempo de aplicação na preparação cavitária em dentina e o seu efeito nas características interfaciais e adesão de resinas compostas auto-adesivas.

III. Hipóteses de estudo

Hipótese Nula 0.1: O tipo de resina composta auto-adesiva utilizada não tem efeito significativo sobre as médias de resistência adesiva ao microcisolamento, na dentina.

Hipótese Alternativa 1.1: O tipo de resina composta auto-adesiva utilizada tem um efeito significativo sobre as médias de resistência adesiva ao microcisolamento, na dentina.

Hipótese Nula 0.2: O aumento do tempo de aplicação das resinas auto-adesivas, antes da fotopolimerização, não tem efeito significativo sobre as médias de resistência adesiva ao microcisolamento, na dentina.

Hipótese Alternativa 1.2: O aumento do tempo de aplicação das resinas auto-adesivas, antes da fotopolimerização, tem um efeito significativo sobre as médias de resistência adesiva ao microcisolamento, na dentina.

Hipótese Nula 0.3: A preparação do substrato dentinário variando a granulometria das brocas de acabamento de superfície, não tem um efeito significativo sobre as médias de resistência adesiva ao microcisolamento, na dentina.

Hipótese Alternativa 1.3: A preparação do substrato dentinário variando a granulometria das brocas de acabamento de superfície, tem um efeito significativo sobre as médias de resistência adesiva ao microcisolamento, na dentina.

Variação da rugosidade de superfície e tempo de aplicação na preparação cavitária em dentina e o seu efeito nas características interfaciais e adesão de resinas compostas auto-adesivas.

IV. Materiais e métodos

4.1. Seleção, limpeza e armazenamento dos dentes

Este estudo laboratorial foi aprovado pela Comissão de Ética da *Egas Moniz School of Health and Science*, com o número de processo interno 1342 (Anexo 1). Para este estudo foram utilizados setenta molares hígidos, isentos de cárie, defeitos estruturais e livres de qualquer tratamento restaurador (Figura 2). O trabalho laboratorial realizou-se no Laboratório de Biomateriais e no Centro de Microscopia Eletrónica de Varrimento da *Egas Moniz School of Health and Science*.



Figura 2. Exemplo de um dente utilizado no estudo

Após a sua aquisição, os dentes foram lavados com água corrente e tratados com recurso a curetas de *Gracey*, de forma a eliminar resíduos orgânicos presentes. De seguida, os dentes foram colocados numa solução de cloramina tri-hidratada a 1% durante uma semana (Figura 3) (ISSO 11405, 2003) (Armstrong et al., 2017).



Figura 3. Solução de Cloramina T tri-hidratada a 1%

Posteriormente a este protocolo de desinfecção, os dentes foram colocados em água destilada a 4°C, substituída semanalmente até ao início do estudo laboratorial. Durante todo o estudo, os procedimentos experimentais foram executados pelo mesmo operador, com uma temperatura e humidade controladas [(23 ± 2)°C + Humidade Relativa (50 ± 5)%] (Armstrong et al., 2017).

4.2. Materiais

Os materiais e reagentes utilizados no presente estudo estão contemplados na tabela apresentada abaixo:

Tabela 1. Materiais utilizados – composição e especificações técnicas

Material	Fabricante	Composição	Lote	Validade
Cloramina T	Laboratório de Preparações Egas Moniz	Solução de 100 mL de Cloramina-T trihidratada a 1%	-	
Resina Vertise™ Flow	Kerr Italia, S.r.l.; Scafati, Italy Cor: A2	Partículas de carga: fluoreto de itérbio e aluminossilicato de bário (70% vol) Matriz orgânica: 5-10% HEMA, N/A% Bis-GMA, 5-10% UDMA e 1-5% GPDM	11043458	31/03/2026
Resina Constic	DMG Chem – Pharm. Fabrik GmbH; Hamburg; Germany Cor: A2	Partículas de carga: aluminossilicato de bário (66%) Matriz orgânica: 15-35% Bis-GMA, <45% TEGDMA e N/A% 10-MDP	292495	07/07/2025
Resina Charisma Diamond	Kulzer GmbH; Hanau, Germany	Partículas de carga: aluminossilicato de bário, sílica (64%) Matriz orgânica: N/A% UDMA, N/A% TEGDMA	66044522	
Clearfil S'Bond	Kuraray Noritake; Okayama, Japan	Matriz orgânica: 10-MDP, Bis-GMA, HEMA		

Universal

Quick

4.3. Preparação das amostras

Foi efetuada a distribuição aleatória dos setenta dentes em catorze grupos experimentais, de acordo com a granulometria de preparação da amostra, o tempo de aplicação das resinas auto-adesivas antes da fotopolimerização e de duas resinas auto-adesivas em: como representado no esquema da Figura 4.

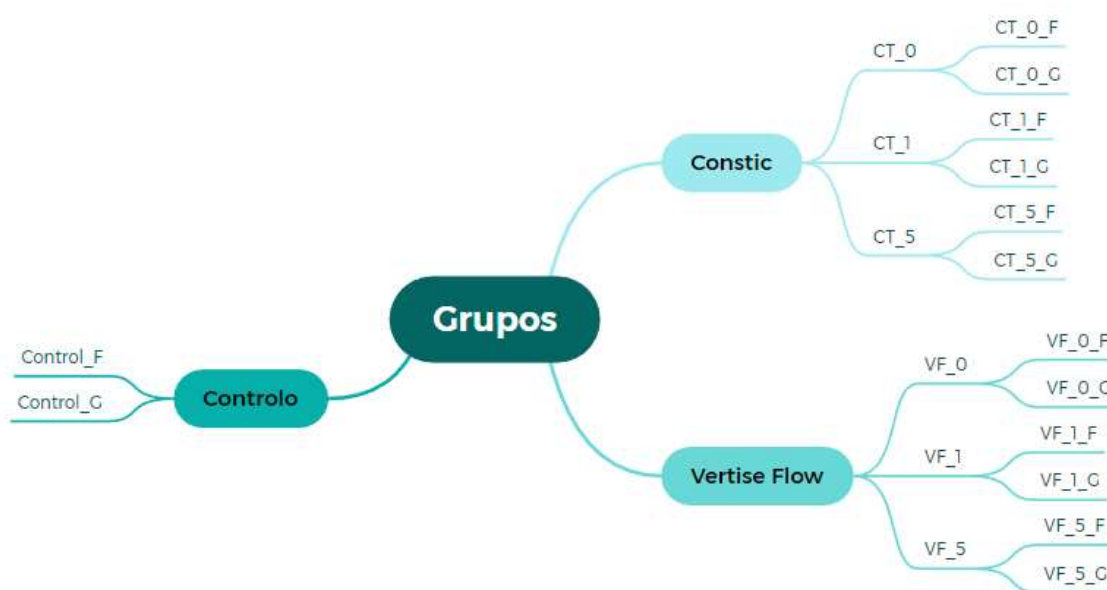


Figura 4. Esquema representativo dos grupos deste estudo

Grupo Control_F - Preparação com broca de fissura fina diamantada de risca amarela, aplicação de resina Charisma® Diamond (CD, Kulzer) de acordo com instruções do fabricante

Grupo Control_G - Preparação com broca troncocónica diamantada de risca preta, aplicação de resina composta Charisma® Diamond (CD, Kulzer) de acordo com instruções do fabricante

Grupo VF_0_F - Preparação com broca de fissura fina diamantada de risca amarela, 0 segundos de aplicação da resina *Vertise™ Flow* (Kerr, EUA)

Grupo VF_1_F - Preparação com broca de fissura fina diamantada de risca amarela, 1 minuto de aplicação da resina *Vertise™ Flow* (Kerr, EUA)

Grupo VF_5_F - Preparação com broca de fissura fina diamantada de risca amarela, 5 minutos de aplicação da resina *VertiseTM Flow* (Kerr, EUA)

Grupo VF_0_G - Preparação com broca troncocónica diamantada de risca preta, 0 segundos de aplicação da resina *VertiseTM Flow* (Kerr, EUA)

Grupo VF_1_G - Preparação com broca troncocónica diamantada de risca preta, 1 minuto de aplicação da resina *VertiseTM Flow* (Kerr, EUA)

Grupo VF_5_G - Preparação com broca troncocónica diamantada de risca preta, 5 minutos de aplicação da resina *VertiseTM Flow* (Kerr, EUA)

Grupo CT_0_F - Preparação com broca de fissura fina diamantada de risca amarela, 0 segundos de aplicação da resina *Constic* (DMG, Alemanha)

Grupo CT_1_F - Preparação com broca de fissura fina diamantada de risca amarela, 1 minuto de aplicação da resina *Constic* (DMG, Alemanha)

Grupo CT_5_F - Preparação com broca de fissura fina diamantada de risca amarela, 5 minutos de aplicação da resina *Constic* (DMG, Alemanha)

Grupo CT_0_G - Preparação com broca troncocónica diamantada de risca preta, 0 segundos de aplicação da resina *Constic* (DMG, Alemanha)

Grupo CT_1_G - Preparação com broca troncocónica diamantada de risca preta, 1 minuto de aplicação da resina *Constic* (DMG, Alemanha)

Grupo CT_5_G - Preparação com broca troncocónica diamantada de risca preta, 5 minutos de aplicação da resina *Constic* (DMG, Alemanha)

Numa primeira fase, os dentes foram colocados com cola quente (Salki, Navarra, Espanha) num suporte acrílico. Com recurso ao micrótomo de tecidos duros (Accutom-50, Struers A/S, Ballerup, Denmark) (Figura 5), sob refrigeração constante de água e a baixa rotação (0.350 mm/min), os dentes foram seccionados perpendicularmente ao longo eixo do dente, retirando 3 mm a partir das cúspides, pela linha da fossa adjacente (Figura 6). Foi realizado outro corte, 2 mm a baixo do primeiro, de forma a obter um disco de dentina com 2 mm de altura (Figura 7).



Figura 5. Micrótomo de tecidos duros (Accutom-50, Struers A/S, Ballerup, Denmark)

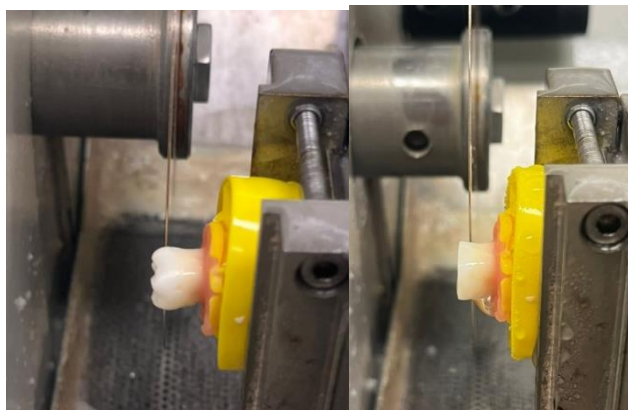


Figura 6. Corte para formação de disco de dentina.



Figura 7. Disco de dentina

Após a formação dos discos de dentina, prepararam-se metade dos discos com uma broca troncocônica diamantada de risca preta de granulometria 018 (SG850.314.018), e a outra metade com uma broca de fissura fina diamantada de risca amarela de granulometria 012 (C859.314.012). Os discos foram colocados num suporte de acrílico com o longo eixo do dente paralelo ao eixo da broca, e, com recurso ao calibrador de instrumentos rotatórios (Figura 8), é realizada então a preparação de uma

das faces do disco de dentina. Estas brocas foram substituídas a cada 6 utilizações, devido ao seu desgaste, como recomendado (Soares et al., 2018).

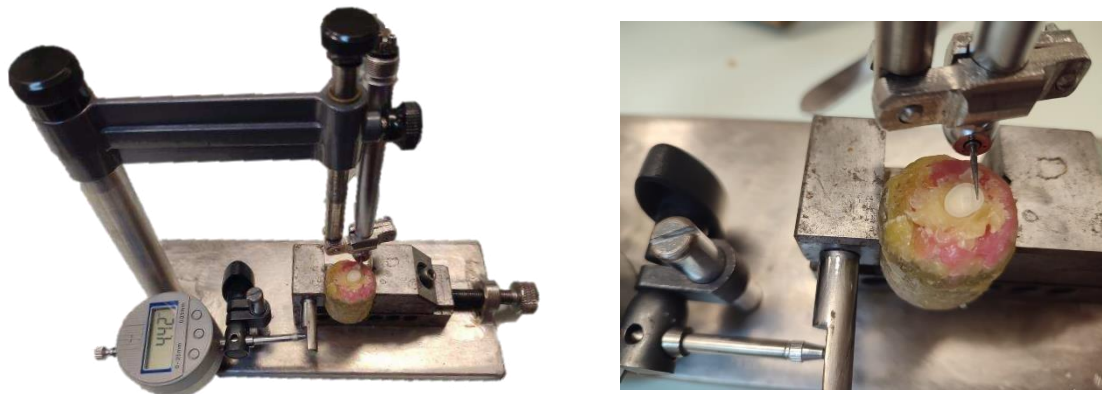


Figura 8. Preparação da superfície dentinária com recurso ao calibrador de instrumentos rotatórios

Em cada disco foi colocado um molde feito à medida em CAD/CAM de forma a serem criados três cilindros de resina com diâmetro interno de 1 mm e altura de 2 mm, para o teste de microcisalhamento (Figura 9).

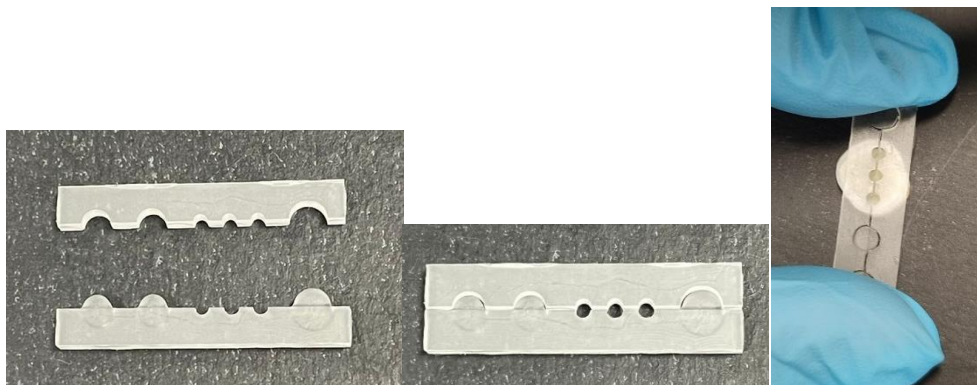


Figura 9. Modelo de CAD/CAM

Após colocação do molde em cima do disco de dentina, o mesmo foi preenchido com resina auto-adesiva *Vertise™ Flow* (Kerr, EUA) ou *Constic* (DMG, Alemanha) (Figura 10 e 11). Para o grupo controlo o mesmo sucedeu com a resina *Charisma Diamond* (CD, Kulzer) com o sistema adesivo *Clearfil S'bond Universal Quick*.



Figura 10. A- resina auto-adesiva *Vertise™ Flow* (Kerr, EUA); B- Resina auto-adesiva *Constic* (DMG, Alemanha); C- Resina *Charisma Diamond* (CD, Kulzer); D- Sistema adesivo *Clearfil S'bond Universal Quick*

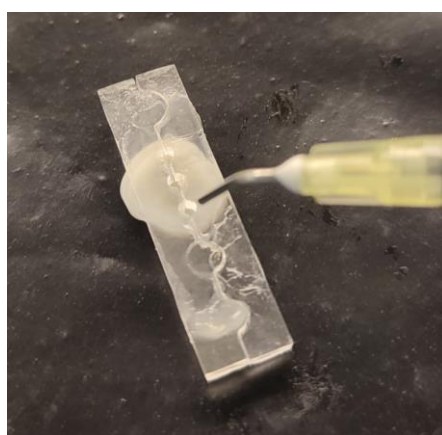


Figura 11. Aplicação da resina auto-adesiva no molde CAD/CAM

Utilizou-se um tempo de aplicação de 30 s, 1 min ou 5 min, consoante o grupo experimental e, de seguida, os espécimes foram fotopolimerizados durante 40 segundos (Figura 12). Para a polimerização foi utilizado um fotopolimerizador LED de alta intensidade COXO modelo DB686 (Froshan COXO Medical Instruments, Guandong, China) (Figura 13), com a potência de irradiação de ponta de 950 mW/cm^2 , medida a cada três utilizações com recurso ao radiómetro analógico Optilux Radiometer (SDS Kerr, Orange, EUA), e um comprimento de onda entre os 420 e 480 nm. Depois de fotopolimerizado, foi retirado o molde CAD/CAM (Figura 14).

Variação da rugosidade de superfície e tempo de aplicação na preparação cavitária em dentina e o seu efeito nas características interfaciais e adesão de resinas compostas auto-adesivas.



Figura 12. Fotopolimerização final



Figura 13. Fotopolimerizador LED de alta intensidade COXO modelo DB686 (Froshan COXO Medical Instruments, Guandong, China)



Figura 14. Amostra após remoção do molde CAD/CAM

Foram utilizadas como *stop* folhas de papel de acetato em contacto com o fotopolimerizador e foram realizados 2 ciclos de fotopolimerização, de 20 s cada. Os dentes foram de seguida armazenados em água destilada numa estufa a 37°C (Memmert INE 400, Schwabach, Germany) durante 24h (Figura 15).



Figura 15. Estufa (Mettmert INE 400, Schwabach, Germany)

4.4. Teste de microcisalhamento

O teste de microcisalhamento foi realizado com recurso a uma máquina de testes universal (Shimadzu, Autograph AG-IS, Tokyo, Japan) (Figura 16), a uma velocidade de 1 mm/min, de acordo com o protocolo descrito por Shimada em 2002 (Shimada et al., 2002). Cada disco de dentina foi colocado na máquina de forma que a liga metálica ortodôntica pré-formada de .010 (Ortho Classic, Oregon, USA) presa no *jig* metálico de aço inoxidável esteja à volta do cilindro de resina (Figura 17), paralelamente à interface resina-restauração e foi aplicada a força até à rutura, nos três cilindros de resina de cada disco de dentina (Figura 18) (El Zohairy et al., 2010; Menezes et al., 2018).

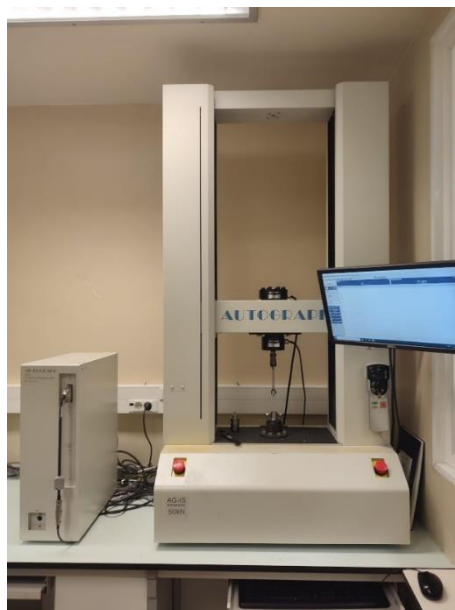


Figura 16. Máquina de testes universal (Shimadzu, Autograph AG-IS, Tokyo, Japan)

Variação da rugosidade de superfície e tempo de aplicação na preparação cavitária em dentina e o seu efeito nas características interfaciais e adesão de resinas compostas auto-adesivas.

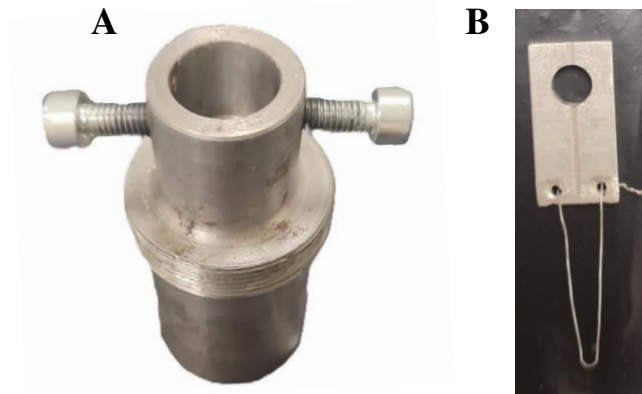


Figura 17. A: adaptador para a máquina de testes universal; B: liga metálica ortodôntica presa no *jig* metálico

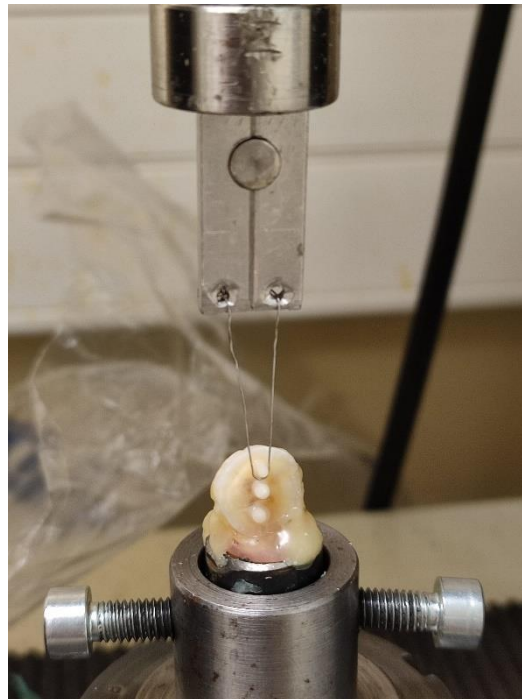


Figura 18. Liga metálica ortodôntica pré-formada à volta do cilindro de resina, paralelamente à interface resina-restauração.

4.5. Microscopia Eletrônica de Varrimento (MEV)

Para a observação e caracterização da interface através do MEV selecionou-se aleatoriamente um disco de dente de cada grupo experimental ($n=1$). Esses discos, que já tinham sido submetidos ao teste de microcissalhamento, foram preparados segundo o protocolo de Perdigão e colaboradores em 1996: fixação, desidratação e metalização (Perdigão et al., 1996).

Na etapa de fixação, mergulharam-se as amostras numa solução de glutaraldeído 2,5 % a 4 °C durante 24 h. Em seguida, foram transferidas para uma solução de cacodilato de sódio (20 mL, 0,1 M) a pH 7,3 por 1 h para remover os resíduos do fixador, trocando a solução a cada 20 min e repetindo este processo três vezes.

Após a fixação seguiu-se a etapa de desidratação onde os discos foram lavados com água destilada por 1 min e imersos em ácido clorídrico 0,1 M por 10 min e em hipoclorito de sódio 13 % por 2 min. Seguiram-se os ciclos de etanol da desidratação: etanol a 70 % por 20 min, a 95 % por 20 minutos e a 100 % por 60 min. Estas duas etapas estão representadas na Figura 19. Por fim, as amostras foram submersas em hexametildisilano em dois banhos de 10 minutos e depois deixadas secar em papel de filtro à temperatura ambiente (24 °C) por 24 h.

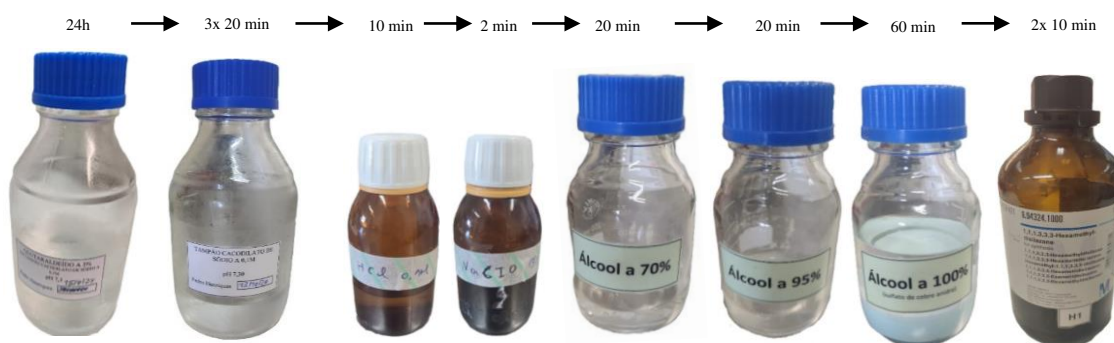


Figura 19. Protocolo de fixação e desidratação

Na etapa de metalização fixaram-se os discos de dentina em discos de alumínio com fita adesiva de dupla face de cobre, com a superfície a ser observada voltada para cima. De seguida é depositado um filme fino (~20 nm) de Ouro/Paládio num *sputter coater* (JEOL, JEE-400, Vacuum Evaporator, Tóquio, Japão).

De seguida, colocou-se o disco no MEV (JEOL, JSM-5400, Tóquio, Japão) (Figura 20) para observação da interface entre a resina composta e a dentina.



Figura 20. Microscópio eletrônico de varrimento (JEOL, JSM-5400, Tóquio, Japão)

Capturaram-se imagens em ampliações de 500x e 1500 x, usando o software associado ao microscópio (Bruker Espirit Compact), de forma a realizar uma caracterização ultramorfológica com uma distância de trabalho de 16 mm e alta voltagem de 25 kV.

4.6. Análise Estatística

De modo a calcular o tamanho amostral (n), foram seguidas as recomendações da norma em vigor para o teste de resistência adesiva à microtracao, da Academy of Dental Materials (ADM), que indica que cada grupo experimental deverá ter pelo menos 5 dentes, mas, idealmente 8 a 10, visto que o mesmo não está descrito para o teste de resistência adesiva ao microcisalhamento (ref: Armstrong 2017). O dente foi a unidade estatística experimental deste estudo.

Para realizar os testes de estatística inferencial, foi utilizado o software Statistical Package for the Social Sciences (SPSS) versão 26.0 para Mac (IBM Corporation Armonk, NY, USA). Realizou-se uma análise de variância (ANOVA) *three-way*, para comparar o efeito da alteração de rugosidade de superfície, o tempo de aplicação e a utilização de diferentes materiais restauradores auto-adesivos, sobre a variável dependente, que neste estudo corresponde à resistência adesiva ao microcisalhamento. Como teste *post-hoc* foi utilizado o teste de comparação múltipla de *Tukey*, a um nível de significância de 5%

V. Resultados

5.1. Resultados de resistência adesiva ao microcisolamento

Considerando as três variáveis em estudo, v_1 “resina composta auto-adesiva”, v_2 “tempo de aplicação” e v_3 “acabamento de superfície”, podemos observar as médias dos valores da resistência adesiva ao microcisolamento, consoante cada grupo experimental, no gráfico de barras representado na Figura 21.

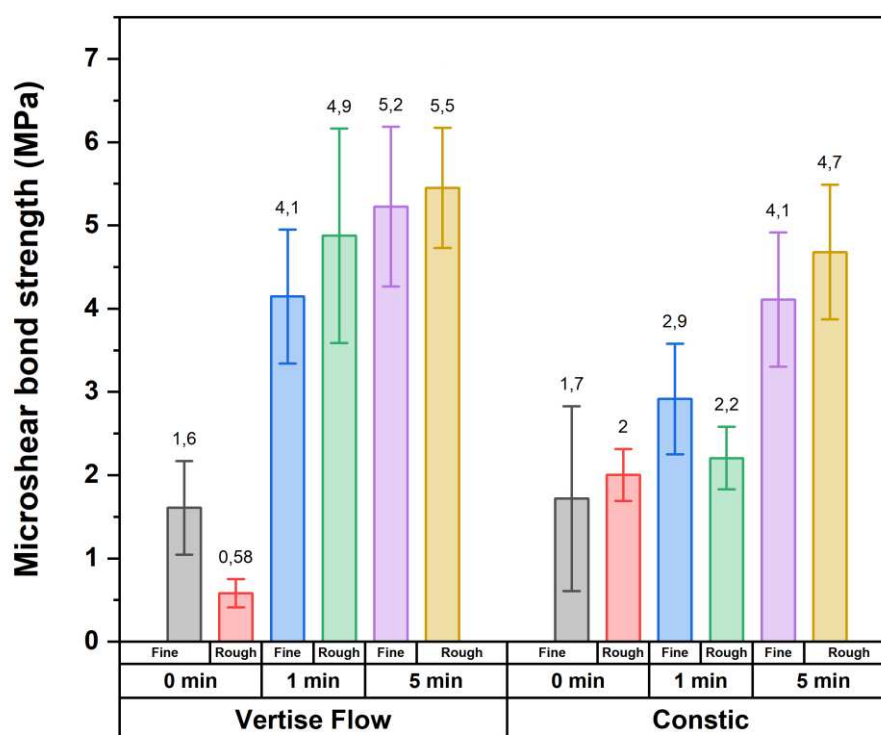


Figura 21. Gráfico de barras com médias de resistência adesiva ao microcisolamento (MPa). As barras de erro representam o erro padrão da média. Quando as barras de erro não se intersectam, as diferenças não são estatisticamente significativas (*Tukey's post-hoc*, $p > 0.05$).

O teste inferencial *ANOVA three-way* confirmou o impacto das três variáveis de estudo na média dos valores de resistência adesiva. Tanto as variáveis v_1 “resina composta auto-adesiva” (*ANOVA three-way*, $F=5,6$; $p=0,02$), como o v_2 “tempo de aplicação” (*ANOVA three-way*, $F=43,1$; $p < 0,0001$) tiveram um impacto significativo na média. O tempo de aplicação teve um impacto altamente significativo ($p < 0,0001$) na média de resistência adesiva, tendo duplicado e triplicado os valores obtidos, com o

aumento do tempo (Figura 22). No que toca à resina composta, o Vertise Flow obteve as médias superiores de valores de resistência adesiva ao microcisolamento. Já a variável v_3 “*acabamento de superfície*” não teve influência sobre a resistência adesiva ($p=0,97$).

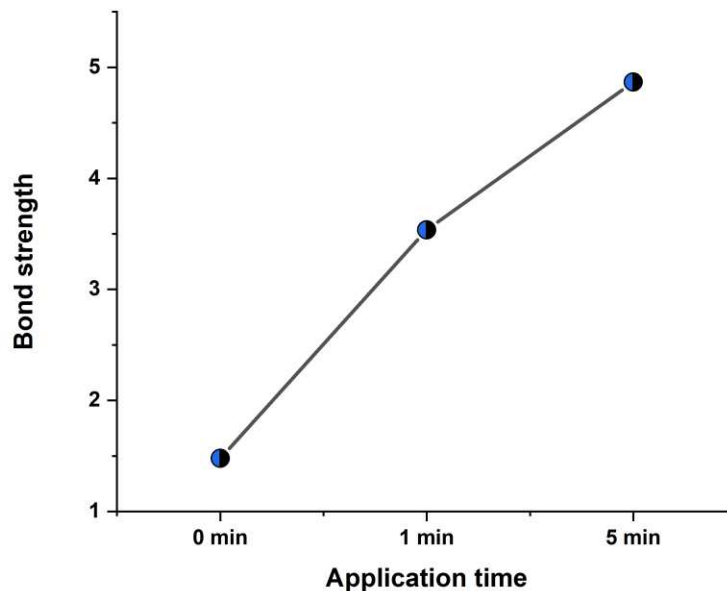


Figura 22. Gráfico de linhas com marcadores, representa as médias da resistência adesiva em relação ao tempo de aplicação.

As comparações múltiplas entre os grupos, asseguradas pelo *post-hoc* de Tukey, podem ser observadas no gráfico de barras presente na Figura 23. Este gráfico de barras contempla a comparação entre os grupos de controlo positivo (resina composta + sistema adesivo), com todos os grupos restaurados com resina composta auto-adesiva, sem sistema adesivo.

Assim, verifica-se que os grupos de controlo positivo, Control_F e Control_G, apresentam valores elevados que são estatisticamente comparáveis com os grupos VF_5_G, CT_5_G, VF_1_F, VF_1_G e CT_1_G. O grupo VF_0_G apresentou o valor mais baixo de resistência adesiva ao microcisolamento e foi estatisticamente diferente de quase todos os outros grupos, exceto de VF_0_F, que também apresenta valores baixos.

Os grupos VF_5_G e CT_5_G atingiram valores comparáveis aos dos grupos Control_F e Control_G, não apresentando diferenças significativas entre si, como

indicado pelas letras “ab”. Os grupos VF_5_G, CT_5_G, VF_5_F, CT_1_F, CT_1_G e CT_5_F têm diferenças estatisticamente diferentes com os grupos VF_0_G e VF_0_F.

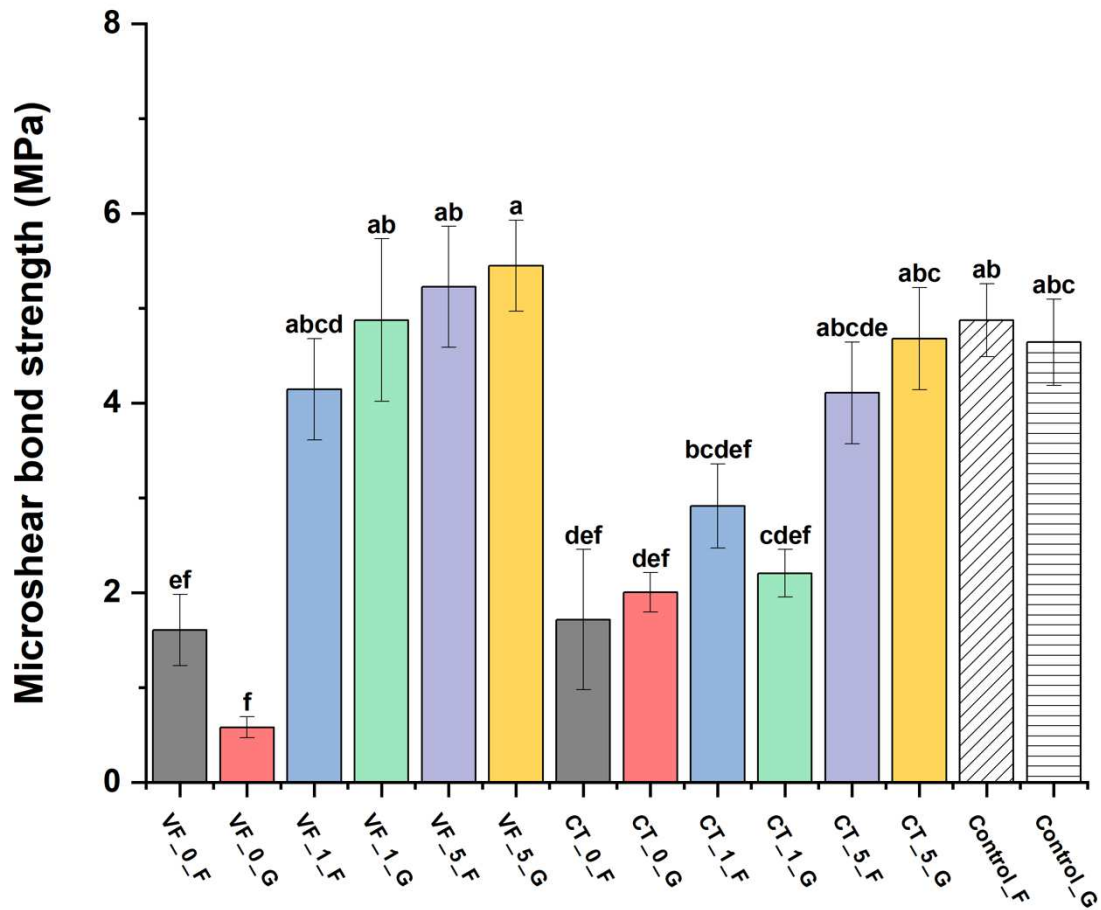


Figura 23. Gráfico de barras para a comparação com os grupos de controlo positivo (Control_F – Controlo após preparação de grão fino; Control_G – Controlo após preparação de grão grosso). Letras diferentes denotam diferenças estatisticamente significativas (*Tukey's post hoc*, em $p < 0,05$). As barras de erro são erro padrão da média.

5.2. Resultados qualitativos da microscopia eletrônica de varrimento (MEV)

As imagens obtidas através do microscópio eletrônico de varrimento estão representadas da Figura 24 à Figura 30, com ampliações de 500x e 1500x. Na Figura 24, dos grupos de controlo, é possível notar a presença da resina composta, indicada pela seta. Os túbulos dentinários, na Figura 24 D), apresentam restos de *smear layer* e/ou vestígios de *resin tags*. Em todos os grupos experimentais, com tempo de aplicação de 0 min, observa-se uma superfície dentinária regular, sem túbulos dentinários obstruídos (Figura 25 e 28). Já nos grupos com tempo de aplicação de 1 min (Figura 26 e 29), é visível a presença de resina (ver seta). Os túbulos dentinários não estão obstruídos por *smear layer*. Na figura 29 C e D, apesar de não haver presença de resina, é possível observar-se uma zona escura de desmineralização. Nos grupos com tempo de aplicação de 5 min (Figura 27 e 30), é também observável a resina, indicada pela seta. Na Figura 30 e na Figura 27 A e B estão presentes *resin tags*, indicando penetração em profundidade da resina. Nestas micrografias não se encontram diferenças qualitativas significativas entre diferentes granulometrias.

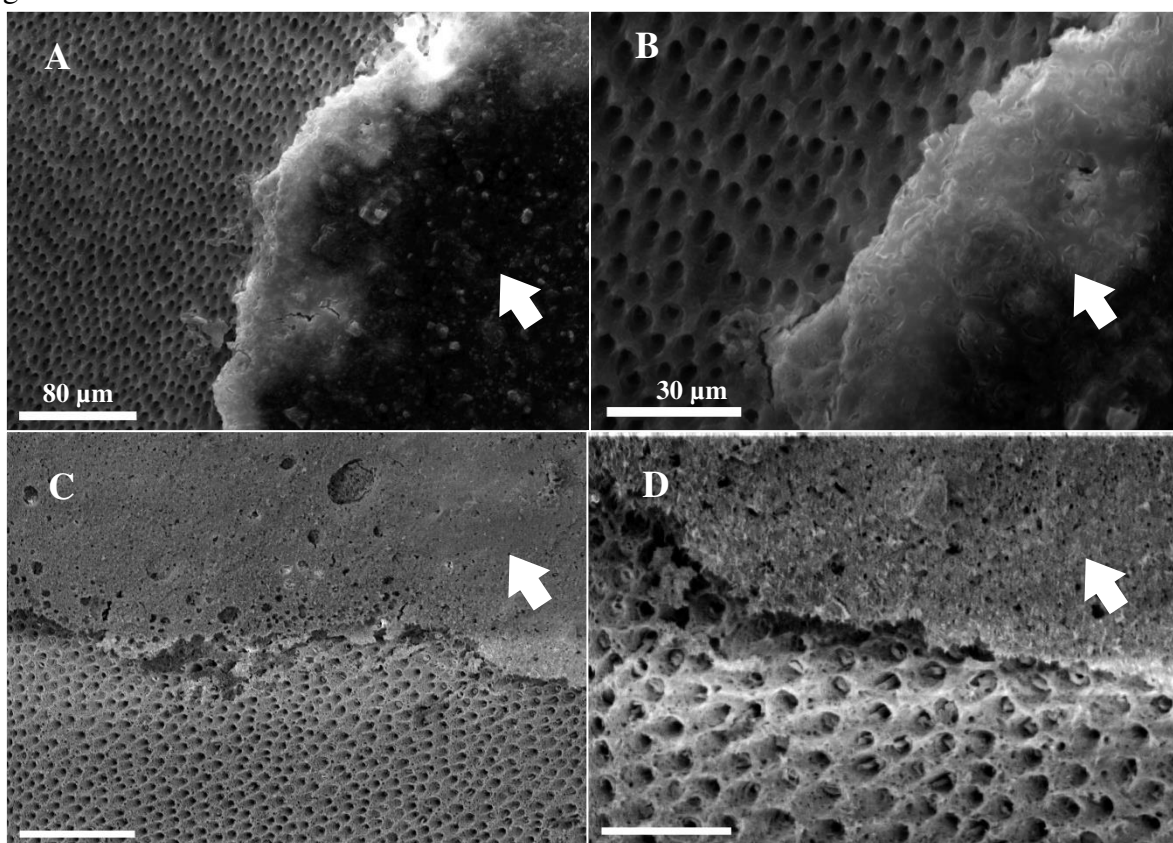


Figura 24. É visível a presença de resina composta em todas as imagens indicada pela seta. A: Control_F, com ampliação 500x; B: Control_F, com ampliação 1500x; C: Control_G, com ampliação 500x; D: Control_G, com ampliação 1500x.

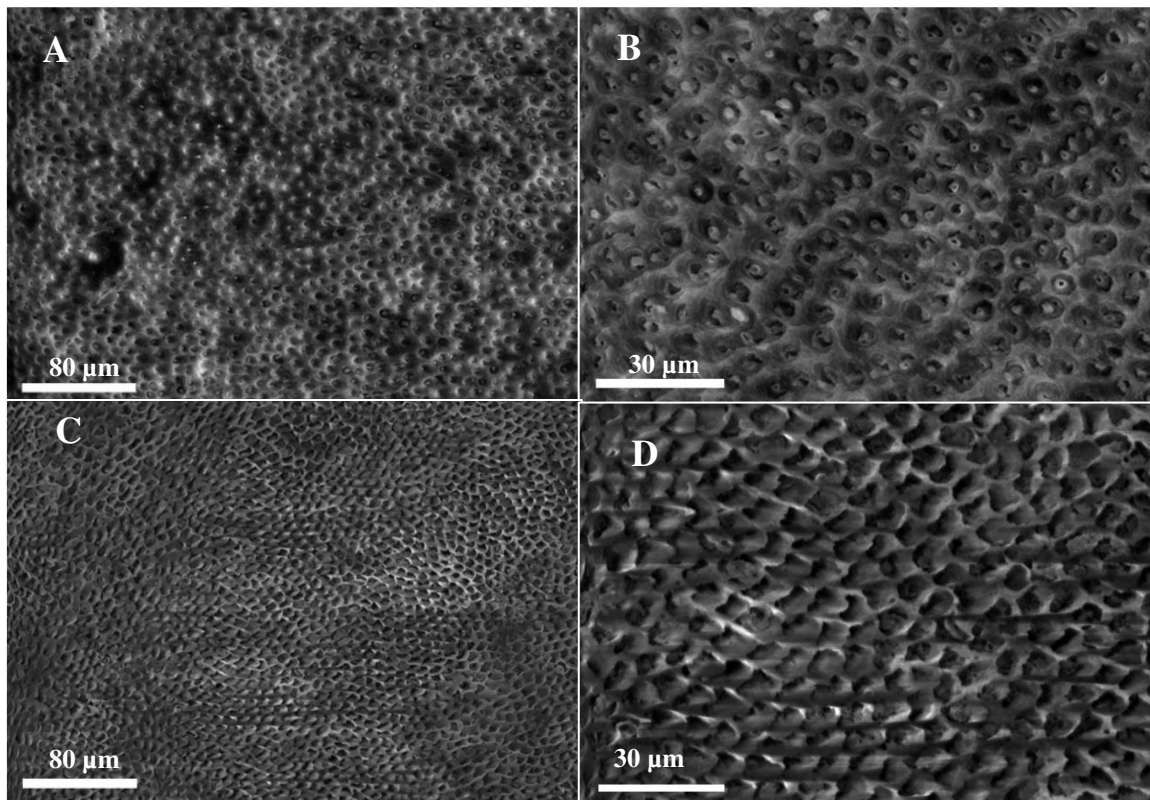


Figura 25. Não é visível alterações da dentina. A: CT_0_F com ampliação 500x; B: CT_0_F com ampliação 1500x; C: CT_0_G com ampliação 500x; D: grupo CT_0_G com ampliação 1500x.

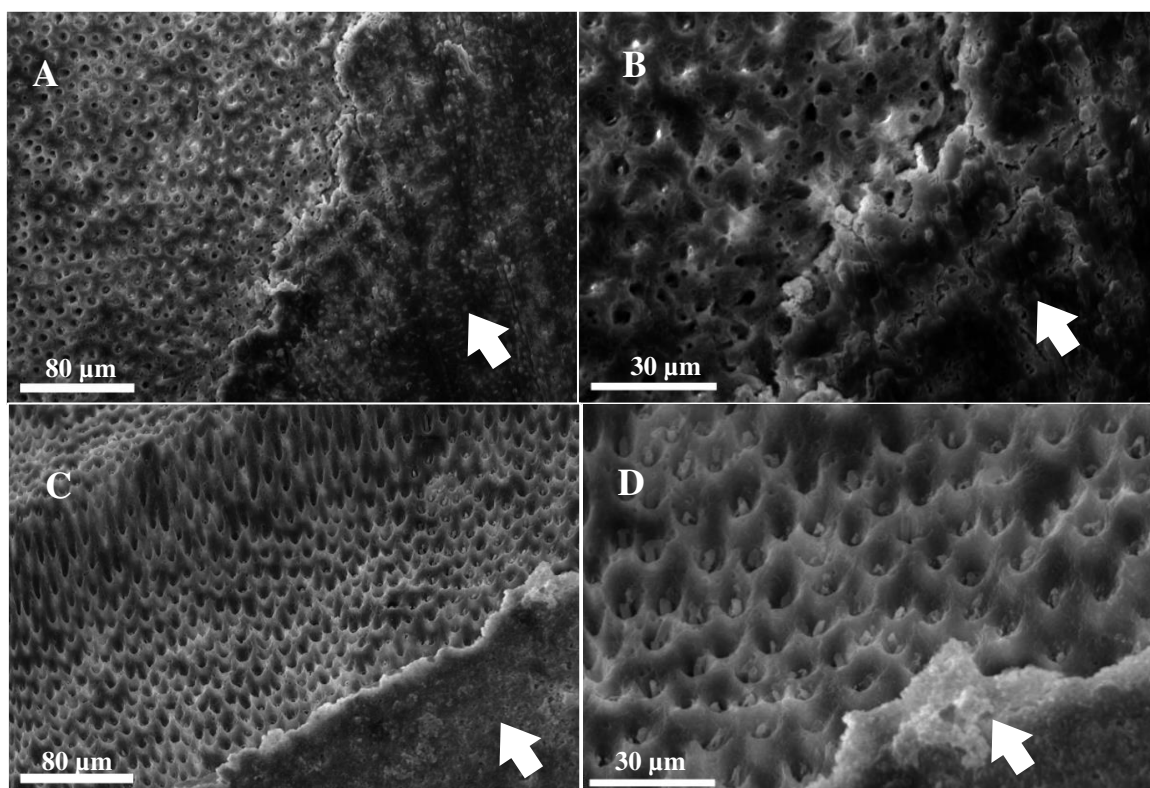


Figura 26. É visível a presença de resina auto-adesiva em todas as imagens indicada pela seta. A: CT_1_F com ampliação 500x; B: CT_1_F com ampliação 1500x; C: CT_1_G com ampliação 500x; D: CT_1_G com ampliação 1500x.

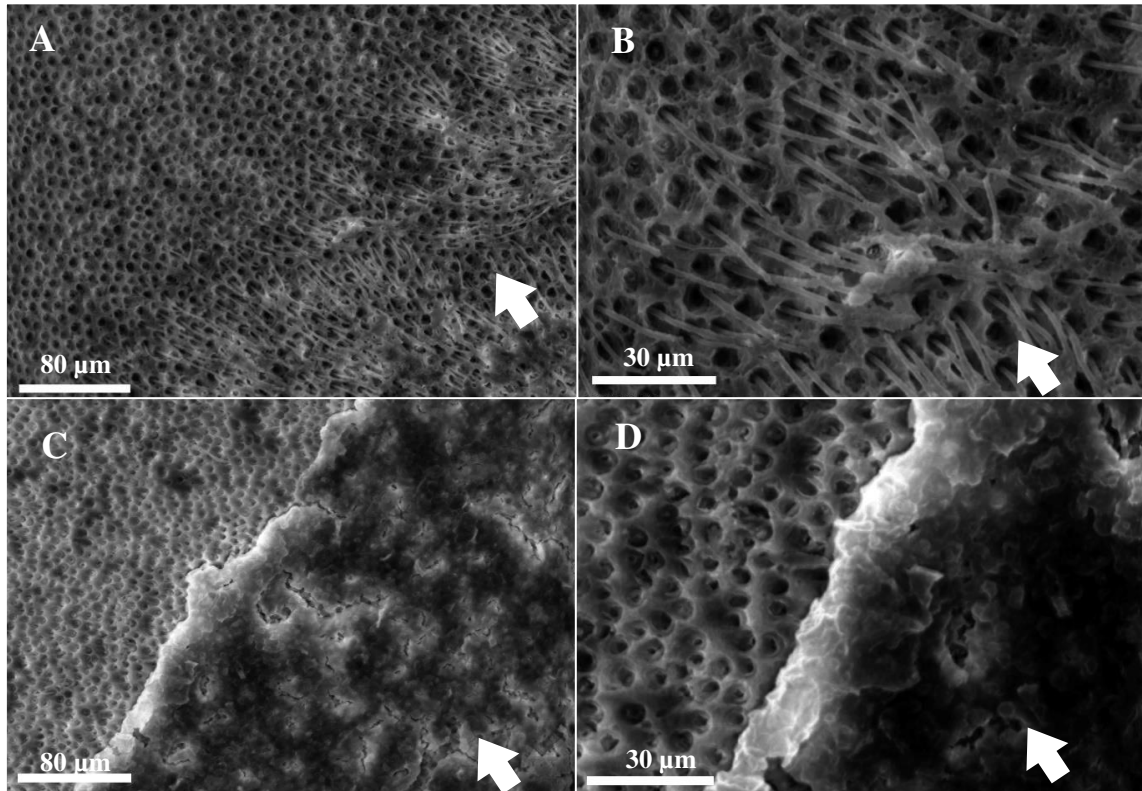


Figura 27. Nas imagens A e B estão indicados *resin tags* pela seta. Nas imagens C e D É visível a presença de resina auto-adesiva indicada pela seta. A: CT_5_F com ampliação 500x; B: CT_5_F com ampliação 1500x; C: CT_5_G com ampliação 500x; D: CT_5_G com ampliação 1500x.

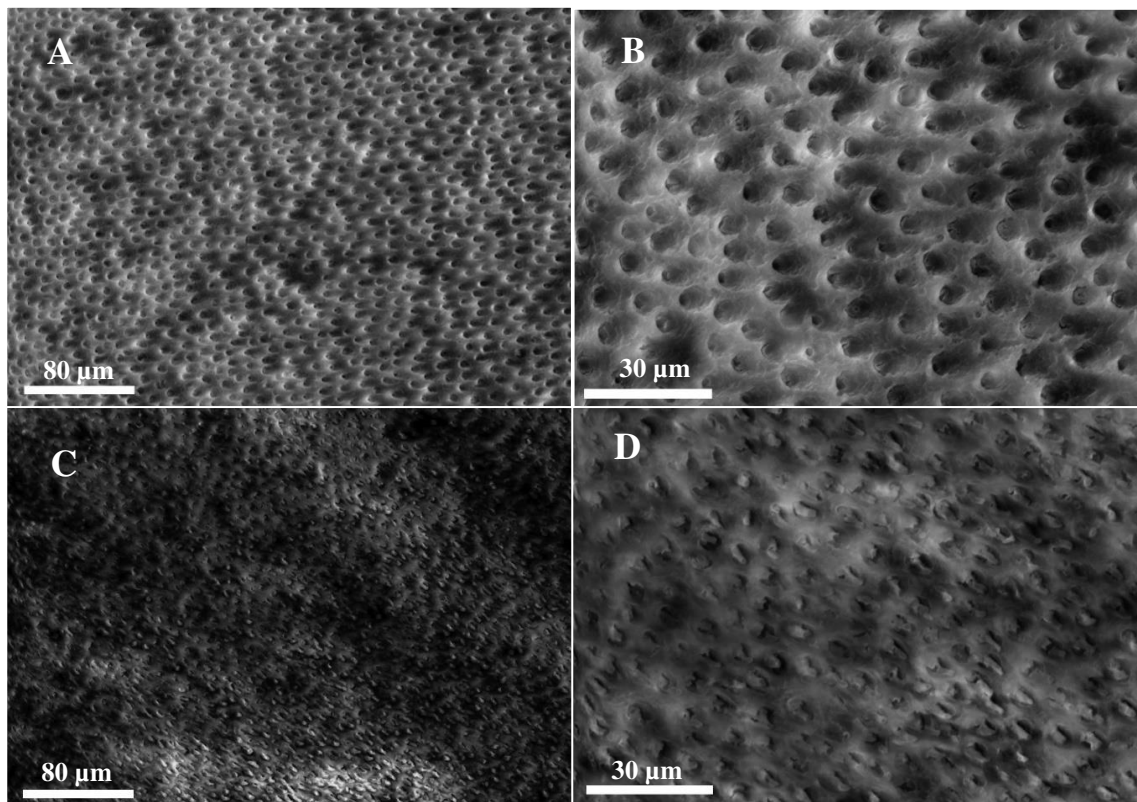


Figura 28. Não é visível alteração da dentina. A: VF_0_F com ampliação 500x; B: VF_0_F com ampliação 1500x; C: VF_0_G com ampliação 500x; D: VF_0_G com ampliação 1500x.

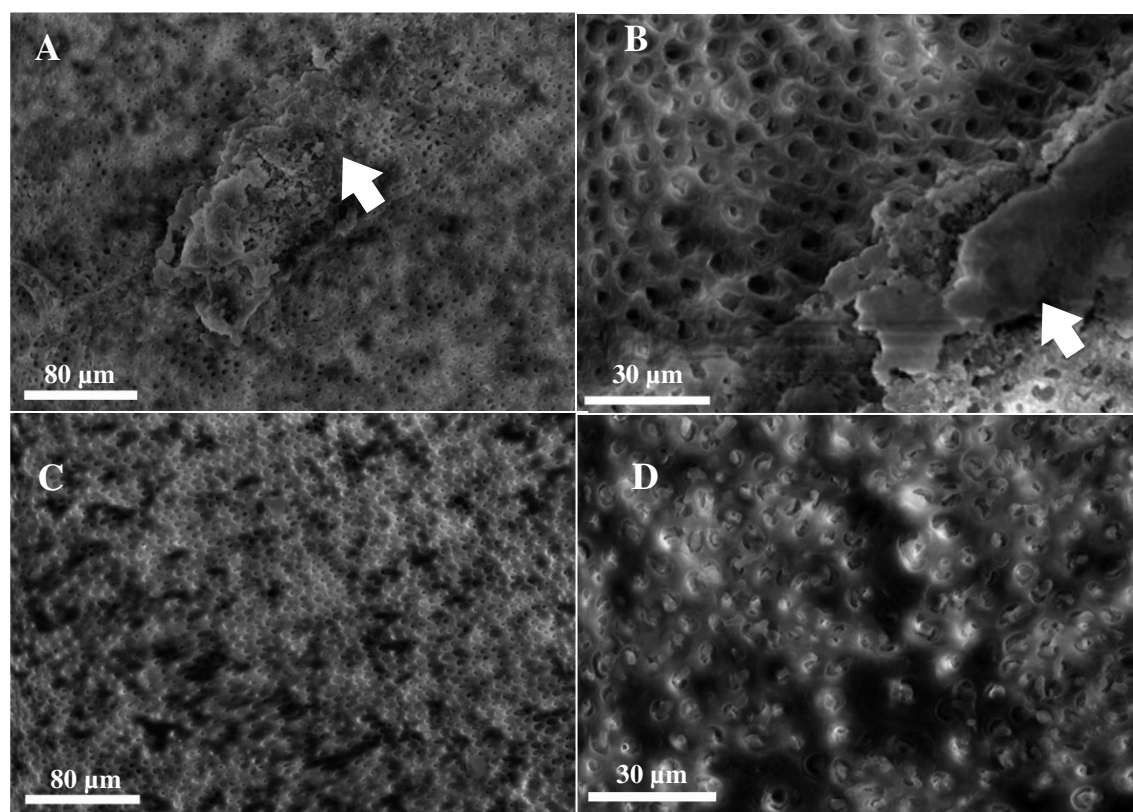


Figura 29. Nas imagens A e B, está indicada pela seta a resina auto-adesiva. Nas imagens C e D, observa-se uma desmineralização da dentina. A: VF_1_F com ampliação 500x; B: VF_1_F com ampliação 1500x; C: VF_1_G com ampliação 500x; D: VF_1_G com ampliação 1500x.

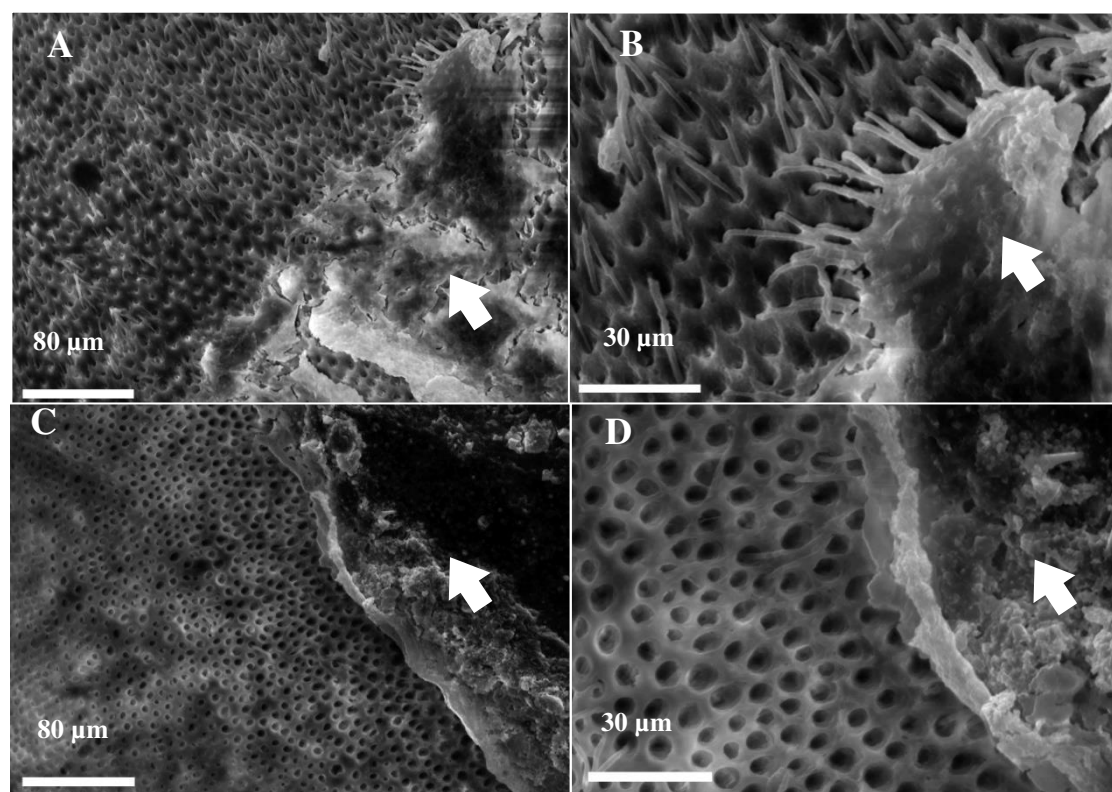


Figura 30. Em todas as imagens está presente a resina auto-adesiva, indicada pela seta. Há também a formação de *resin tags*, A: VF_5_F com ampliação 500x; B: VF_5_F com ampliação 1500x; C: VF_5_G com ampliação 500x; D: VF_5_G com ampliação 1500x

Varição da rugosidade de superfície e tempo de aplicação na preparação cavitária em dentina e o seu efeito nas características interfaciais e adesão de resinas compostas auto-adesivas.

VI. Discussão

6.1. Importância do estudo e justificativa

Este estudo laboratorial pré-clínico teve como objetivo avaliar a resistência adesiva ao microcissalhamento de resinas compostas auto-adesivas com foco em três variáveis principais: o tipo de resina utilizada, o tempo de aplicação da mesma e o acabamento de superfície, na dentina. A crescente demanda por procedimentos restauradores mais rápidos e eficientes tem impulsionado o desenvolvimento de materiais dentários que simplifiquem o processo clínico sem comprometer a qualidade dos resultados (David et al., 2022). As resinas compostas auto-adesivas surgem como uma inovação nesse contexto, prometendo eliminar a necessidade de um sistema adesivo separado, economizando tempo e reduzindo o potencial de erros durante a aplicação (Van Meerbeek et al., 2020).

Na investigação em adesão, em Medicina Dentária, o maior desafio tem sido a adesão eficaz e duradoura dos materiais restauradores à dentina (Asiri et al., 2021). O esmalte é um substrato rico em matéria inorgânica, a hidroxiapatite e com apenas 3% de água. A adesão de resina é previsível, sendo que se baseia no mecanismo de adesão micromecânica, possível devido à formação de microporosidades formadas pela desmineralização superficial do esmalte (Perdigão, 2020). Por outro lado, a dentina é constituída por um menor conteúdo mineral, tendo uma grande quantidade de matéria orgânica e água. Devido à dentina ser um substrato altamente complexo, e à hidrofobicidade dos materiais restauradores atualmente utilizados, o protocolo adesivo na dentina é sensível e requer experiência (Sofan et al., 2017). A molhabilidade insuficiente do substrato e a incompatibilidade hidrofobicidade-hidrofilicidade observada nas resinas compostas auto-adesivas podem ser problemas cruciais (Inglês et al., 2022). Daí surge a necessidade de estudos contínuos das resinas auto-adesivas, de forma a tentar estabelecer algum tipo de processo adesivo com estes materiais e/ou determinar as melhores formas de preparação do substrato.

Para testar as hipóteses propostas, recorreu-se ao ensaio de resistência adesiva ao microcissalhamento e à caracterização a microscopia eletrónica de varrimento. Por norma, o teste de resistência adesiva à microtração (μ TBS) é o preferido, e atualmente um dos testes *in vitro* mais padronizados e versáteis. Este teste permite uma distribuição uniforme das forças na interface resina-dentina, e um bom uso da amostra teste. O teste de

microcisalhamento, em alternativa, resulta numa distribuição não uniforme de tração e numa concentração de forças na zona do substrato (El Mourad, 2018). Isto adiciona uma componente de factor de configuração (factor C), no teste. Apesar do teste de microtração ser um teste comum e fiável, é muito suscetível a falhas pré-teste, sendo difícil quantificar forças adesivas menores a 5 MPa (Sano et al., 2020; Van Meerbeek et al., 2010). Isto põe-se um problema quando se trata de resinas auto-adesivas, por apresentarem valores de resistência adesiva muito baixos (El Mourad, 2018). O teste de microcisalhamento pode ser usado quando é implausível ser realizado o teste de microtração. Devido ao protocolo mais simples, no microcisalhamento há uma menor suscetibilidade a fraturas prévias, aquando da preparação das amostras (El Mourad, 2018). Por isso, é considerado um excelente teste como método de rastreio rápido de resistência adesiva, e atualmente ainda usado por várias equipas de investigação (Ismail et al., 2021; Kitagawa et al., 2022).

6.2. A escolha do tipo de resina composta auto-adesiva

No que toca a esta variável, com os resultados obtidos, foi possível aceitar-se a primeira hipótese alternativa. No presente estudo foram utilizadas duas resinas compostas auto-adesivas diferentes que demonstraram resultados estatisticamente distintos de resistência adesiva ao microcisalhamento, sendo a resina *VertiseTM Flow* a que obteve valores mais altos.

A resina *VertiseTM Flow* é uma resina auto-adesiva em que a matriz orgânica é constituída pelos seguintes monómeros: HEMA, Bis-GMA, UDMA e GPDM. O monómero HEMA, é o que apresenta maior concentração na formulação desta resina, e, sendo hidrofílico, age como um co-solvente para outros monómeros hidrofóbicos que não iriam reagir com a água da dentina (Ahmed et al., 2021; Wang et al., 2017). Este monómero co-polimeriza com outros monómeros de metacrilato e pode ter a capacidade de melhorar a adesão da resina por ser atraído à humidade intrínseca da dentina, aumentando a sua molhabilidade (Ahmed et al., 2021; Wang et al., 2017). A afinidade deste monómero com a molécula de água pode possibilitar a re-expansão das fibras de colagénio (Asthana & Parmar, 2014; Pashley et al., 2011b). O mesmo pode influenciar a formação coesa da camada híbrida e consequentemente aumentar a resistência adesiva ao microcisalhamento (Poorzandpoush et al., 2019).

O monômero GPDM, também presente na resina *VertiseTM Flow*, é altamente hidrofílico e tem uma cadeia espaçadora curta o que, apesar de se teorizar que forma pouca ligação química à hidroxiapatite em comparação ao 10-MDP, promove também o efeito de condicionar o substrato e aumentar a molhabilidade da dentina (Wang et al., 2017).

Por outro lado, a resina *Constic* tem o monômero 10-MDP na sua constituição, que é mais hidrofóbico em relação ao GPDM. Com este monômero, há a formação de sais estáveis com o cálcio, que levam a uma forte ligação química com a hidroxiapatite (Wang et al., 2017). Apesar deste monômero ser um dos mais estáveis, é um monômero viscoso e a sua presença é necessária numa maior concentração, para que se dê a tradução do seu efeito adesivo, o que pode levar à redução da penetração da resina no substrato dentinário e uma incompatibilidade na hidrofobicidade-hidrofilicidade do substrato-resina (Majidinia, 2023; Oguri et al., 2012). Assim, o referido pode justificar a resina *VertiseTM Flow* ter obtido valores superiores de resistência adesiva, visto que, parece ter monômeros que melhor interagem com o substrato dentinário.

Nos estudos passados, os resultados não foram concordantes com este estudo, sendo que maioria aponta para uma semelhança de resistência adesiva entre a *VertiseTM Flow* e a *Constic*, ou até valores ligeiramente superiores da última (Abu Haimed et al., 2023; Ibrahim, 2021; Sanal & Kilinc, 2020; Troconis & Pérez, 2021). O referido pode ser dado por, neste estudo, os resultados significativos terem se dado com o tempo de aplicação de 5 minutos. Sendo que a resina *VertiseTM Flow* é mais fluída e tem monômeros que interagem de forma dinâmica com a dentina, podem beneficiar do tempo de aplicação longo para a penetração em profundidade na dentina para a formação de uma boa camada híbrida.

6.3. Tempo de aplicação

No que toca à segunda hipótese formulada, foi validada a hipótese alternativa, uma vez que foi possível verificar, com os resultados obtidos, que a variável tempo de aplicação teve um impacto altamente significativo, sendo a variável que teve maior influência sobre a média da resistência adesiva. Verificou-se que à medida que se aumenta o tempo de aplicação das resinas auto-adesivas, os valores de resistência adesiva também aumentam significativamente, duplicando ou triplicando.

Devido à resina composta auto-adesiva ser um material mais viscoso do que o sistema adesivo convencional, em geral, o facto é que não existe uma penetração em profundidade dos monómeros para a hibridização (David et al., 2022).

Os resultados deste estudo estão em consonância com a literatura existente, que frequentemente aponta para a importância do tempo de aplicação na eficácia adesiva de materiais à base de resina (Hardan et al., 2023; Saikaew et al., 2018), ainda que até à data tal não tenha sido estudado em resinas compostas auto-adesivas. Investigações em sistemas adesivos, mostram que com um tempo de aplicação mais longo a *smear layer* é dissolvida de forma mais eficaz e uniforme, sendo incorporada na camada híbrida e que há a formação de *resin tags* mais longos (Saikaew et al., 2018). Os resultados sugerem que, um tempo de aplicação mais longo antes da fotopolimerização, favorece a infiltração dos monómeros no substrato dentinário na matriz de colagénio exposta e com maior interação monómero-cálcio, favorecendo a formação de uma camada híbrida estável (Van Meerbeek et al., 2020). Esta observação vai de encontro com a literatura que indica que a interação química pode continuar a desenvolver-se por alguns segundos após a aplicação inicial (Yoshihara et al., 2018).

O grau de desmineralização depende da acidez dos monómeros, da presença de água e do tempo de aplicação. A remoção da *smear layer* e a desmineralização do esmalte e da dentina baseia-se em processos iónicos que só ocorrem na presença de água, que envolve a quelatação de iões de cálcio pelos monómeros acídicos (Pucci et al., 2013). Quanto maior o tempo de contacto dos monómeros com o substrato, maior o grau de desmineralização.

A análise com o microscópio eletrónico de varrimento permitiu obter imagens sobre o substrato dentinário após o teste de microcissalhamento. Nos grupos com maior tempo de aplicação da resina, nomeadamente os representados na Figura 27 e 30, observou-se uma camada regular de resina, comparável com os grupos de controlo positivo (Figura 24). Na figura 30B foi possível observar *resin tags*, o que parece indiciar que houve uma penetração da resina auto-adesiva em profundidade. Por outro lado, nos grupos com menor tempo de aplicação, não se encontrou a presença de *resin tags*, sendo apenas visível algumas áreas que parecem indiciar vestígios de colagénio exposto, como demonstrado na Figura 25 e 28, o que pode explicar os valores de resistência adesiva mais baixos, também observados nesses grupos.

6.4. Rugosidade de superfície

Relativamente à terceira hipótese nula formulada, esta foi aceite, uma vez que os resultados observados confirmaram que o acabamento de superfície não teve um impacto significativo na resistência adesiva ao microcislhamento.

Na literatura existente, há evidências mistas sobre a influência da rugosidade de superfície na adesão. Alguns estudos indicam que um acabamento superficial mais rugoso pode melhorar a adesão, aumentando a área de contacto e a retenção mecânica entre o material restaurador e o dente (Koodaryan et al., 2016). Outros estudos defendem que com uma granulometria maior há a formação de uma *smear layer* mais espessa. Ao aumentar esta camada as resinas auto-adesivas teriam de ter um comportamento ácido relevante o suficiente de forma a dissolver e incorporar esta camada na camada híbrida (Van Meerbeek et al., 2020). No entanto, neste último caso, poderá não permitir a formação de *resin tags* com tamanho suficiente para formar uma interface adesiva estável (Kim et al., 2020).

A ausência da influência do acabamento de superfície pode estar relacionada com a pouca diferença entre as granulometrias usadas, sendo que para um futuro prospetivo, seria interessante a investigação contemplar brocas de grão ultrafino (risca branca) em comparação com super grosso, para uma rugosidade mais exponente. No entanto, de acordo com os métodos utilizados neste estudo, os valores de resistência adesiva não variaram significativamente, face à diferença de rugosidade da superfície.

6.5. Limitações

Uma das principais limitações deste estudo é o facto de ter sido utilizado o teste de microcislhamento. Este teste não tem um protocolo estandardizado, sendo que até o diâmetro interno dos cilindros de resina pode afetar os resultados (Andrade et al., 2014). No teste de microtração as forças aplicadas passam primeiro pelo substrato e pela resina e só depois para a interface adesiva, o que leva a uma distribuição uniforme do stress. No entanto, no teste de microcislhamento, as forças são aplicadas o mais perto possível da interface adesiva, introduzindo também uma componente de stress/efeito da contração de polimerização (Andrade et al., 2014; El Mourad, 2018).

Neste estudo a diferença na granulometria das brocas não foi, provavelmente, grande o suficiente para a diferença se traduzir nos valores de resistência. Mais, apesar de os grupos com o tempo de aplicação de 5 minutos apresentarem valores muito superiores e comparáveis com os grupos de controlo, este tempo de aplicação pode não ser clinicamente aceitável. Seria também fundamental testar-se outras resinas auto-adesivas presentes no mercado, sendo que as resinas comercializadas em Portugal, apenas são as duas testadas - a *Vertise Flow* e a *Constic*, o que pode constituir uma limitação deste estudo. Outro fator limitante foi a falta de análise a longo prazo, do ensaio de resistência adesiva, visto que os testes foram sempre realizados 24 h após o procedimento restaurador. Seria necessário testar após um período de envelhecimento.

Apesar das limitações descritas, os resultados são considerados válidos e relevantes para responder à pergunta de investigação formulada. O cumprimento rigoroso da metodologia, a aplicação de técnicas estatísticas apropriadas e a utilização de métodos de teste adequados, contribuíram para o mesmo.

O presente estudo permite inferir que a escolha da resina auto-adesiva e o tempo de aplicação são fatores que influenciam a resistência adesiva. Foi possível comprovar que ao aumentar o tempo de aplicação há um aumento significativo da resistência adesiva, permitindo que as resinas auto-adesivas tenham valores de resistência adesiva equiparáveis aos dos grupos de controlo. Verifica-se também que a rugosidade de superfície não teve impacto na adesão sugerindo que, esta variável, não seja um fator crítico para a utilização destas resinas.

VII. Conclusão

Segundo os resultados obtidos na presente investigação e considerando todas as limitações inerentes ao estudo laboratorial, é possível concluir que:

- As resinas auto-adesivas podem beneficiar de um tempo de aplicação mais longo, a fim de estabelecer uma melhor adesão à dentina. Os melhores resultados foram observados quando se usou um tempo de 5 minutos antes da fotopolimerização, apesar de poder não ser viável em todos os cenários clínicos
- As diferentes granulometrias utilizadas na preparação da superfície da dentina não influenciaram a resistência adesiva ao microcisalhamento
- Estes resultados servem para confirmar que o fraco desempenho das resinas auto-adesivas poderá estar relacionado com a limitação da sua interação com os substratos, provavelmente necessitando de um tempo de atuação para que se dê a acidificação e infiltração dos monómeros funcionais.

Varição da rugosidade de superfície e tempo de aplicação na preparação cavitária em dentina e o seu efeito nas características interfaciais e adesão de resinas compostas auto-adesivas.

VIII. Perspetivas Futuras

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

- Investigação que incida sobre o pré-aquecimento de resinas compostas auto-adesivas e o impacto na reatividade dos monómeros a fim de testar a resistência adesiva resultante
- Testar diferentes *set-ups* de ensaio de resistência adesiva, como o teste *push-out* e o teste de microtração (μ TBS), e submeter as amostras a diferentes condições de envelhecimento (idealmente envelhecimento real > 6 meses)

Varição da rugosidade de superfície e tempo de aplicação na preparação cavitária em dentina e o seu efeito nas características interfaciais e adesão de resinas compostas auto-adesivas.

IX. Referências bibliográficas

- Abu Haimed, T., Osama Filfilan, R., Nazih Hassoubah, M., Abou Neel, E. A., & Bamashmous, M. (2023). Cyclic shear fatigue of orthodontic brackets bonded to enamel using self-adhering flowable composites. *Saudi Dental Journal*, 35(7), 834–840. <https://doi.org/10.1016/j.sdentj.2023.07.014>
- Ahmed, M. H., Yoshihara, K., Yao, C., Okazaki, Y., Van Landuyt, K., Peumans, M., & Van Meerbeek, B. (2021). Multiparameter evaluation of acrylamide HEMA alternative monomers in 2-step adhesives. *Dental Materials*, 37(1), 30–47. <https://doi.org/10.1016/j.dental.2020.10.002>
- Aminoroaya, A., Esmaeely Neisiany, R., Nouri Khorasani, S., Panahi, P., Das, O., & Ramakrishna, S. (2020). A Review of Dental Composites: Methods of Characterizations. *ACS Biomaterials Science and Engineering*, 6(7), 3713–3744. <https://doi.org/10.1021/acsbiomaterials.0c00051>
- Andrade, A. M., Jose Garcia, E., El-Askary, F. S., Reis, A., Loguercio, A. D., Helena Miranda Grande, R., & Dra Rosa Helena Miranda Grande, P. (2014). Influence of Different Test Parameters on the Microshear Bond Strength of Two Simplified Etch-and-Rinse Adhesives. *J Adhes Dent*, 16(4), 323–331. <https://doi.org/10.3290/j.jad.a32071>
- Armstrong, S., Breschi, L., Özcan, M., Pfefferkorn, F., Ferrari, M., & Van Meerbeek, B. (2017). Academy of Dental Materials guidance on in vitro testing of dental composite bonding effectiveness to dentin/enamel using micro-tensile bond strength (μ TBS) approach. *Dental Materials*, 33(2), 133–143. <https://doi.org/10.1016/j.dental.2016.11.015>
- Asiri, A. A., Khan, R., Alzahrani, S. S., Haider, S., Khan, S. U. D., Asiri, E. A. M., Alamri, M. F., Ahmad, A., & Mubushar, M. (2021). Comparative analysis of the shear bond strength of flowable self-adhering resin-composites adhesive to dentin with a conventional adhesive. *Coatings*, 11(3), 1–12. <https://doi.org/10.3390/coatings11030273>
- Ayad, M. F., Rosenstiel, S. F., & Salama, M. (1997). Influence of tooth surface roughness and type of cement on retention of complete cast crowns. *Journal of Prosthetic Dentistry*, 77(2).

- Baldion, P. A., Velandia-Romero, M. L., & Castellanos, J. E. (2021). Dental resin monomers induce early and potent oxidative damage on human odontoblast-like cells. *Chemico-Biological Interactions*, 333. <https://doi.org/10.1016/j.cbi.2020.109336>
- Bayne, S. C., Ferracane, J. L., Marshall, G. W., Marshall, S. J., & van Noort, R. (2019). The Evolution of Dental Materials over the Past Century: Silver and Gold to Tooth Color and Beyond. *Journal of Dental Research*, 98(3), 257–265. <https://doi.org/10.1177/0022034518822808>
- Bedran-Russo, A., Leme-Kraus, A. A., Vidal, C. M. P., & Teixeira, E. C. (2017). An Overview of Dental Adhesive Systems and the Dynamic Tooth–Adhesive Interface. In *Dental Clinics of North America* (Vol. 61, Issue 4, pp. 713–731). W.B. Saunders. <https://doi.org/10.1016/j.cden.2017.06.001>
- Bertassoni, L. E., Orgel, J. P. R., Antipova, O., & Swain, M. V. (2012). The dentin organic matrix - Limitations of restorative dentistry hidden on the nanometer scale. In *Acta Biomaterialia* (Vol. 8, Issue 7, pp. 2419–2433). Elsevier Ltd. <https://doi.org/10.1016/j.actbio.2012.02.022>
- Brueckner, C., Schneider, H., & Haak, R. (2017). Shear bond strength and tooth-composite interaction with self-adhering flowable composites. *Operative Dentistry*, 42(1), 90–100. <https://doi.org/10.2341/15-365-L>
- Buonocore, M. G. (1955). A simple method of increasing the adhesion of acrylic filling materials to enamel surfaces. *Journal of Dental Research*, 34(6), 849–853. <https://doi.org/10.1177/00220345550340060801>
- Cadenaro, M., Josic, U., Maravić, T., Mazzitelli, C., Marchesi, G., Mancuso, E., Breschi, L., & Mazzoni, A. (2023). Progress in Dental Adhesive Materials. *Journal of Dental Research*, 102(3), 254–262. <https://doi.org/10.1177/00220345221145673>
- Cardenas, A. F. M., Siqueira, F. S. F., Bandeca, M. C., Costa, S. O., Lemos, M. V. S., Feitora, V. P., Reis, A., Loguercio, A. D., & Gomes, J. C. (2018). Impact of pH and application time of meta-phosphoric acid on resin-enamel and resin-dentin bonding. *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials*, 78, 352–361. <https://doi.org/10.1016/j.jmbbm.2017.11.028>

- Cardoso, G. C., Nakanishi, L., Isolan, C. P., Jardim, P. D. S., & de Moraes, R. R. (2019). Bond stability of universal adhesives applied to dentin using etch-and-rinse or self-etch strategies. *Brazilian Dental Journal*, 30(5), 467–475. <https://doi.org/10.1590/0103-6440201902578>
- Çelik, E. U., Aka, B., & Yilmaz, F. (2015). Six-month Clinical Evaluation of a Self-adhesive Flowable Composite in Noncarious Cervical Lesions. *The Journal of Adhesive Dentistry*, 17(4), 361–368. <https://doi.org/10.3290/j.jad.a34556>
- Cuevas-Suárez, C. E., Luiz De Oliveira Da Rosa, W., Rafael, I., Lund, G., Fernandes Da Silva, A., & Piva, E. (2019). Bonding Performance of Universal Adhesives: An Updated Systematic Review and Meta-Analysis. *J Adhes Dent*, 21(1), 7–26. <https://doi.org/10.3290/j.jad.a41975>
- David, C., Cardoso De Cardoso, G., Pereira Isolan, C., Piva, E., Moraes, R. R., & Cuevas-Suarez, C. E. (2021). Bond strength of self-adhesive flowable composite resins to dental tissues: A systematic review and meta-analysis of in vitro studies. *The Journal of Prosthetic Dentistry*.
- David, C., Cardoso De Cardoso, G., Pereira Isolan, C., Piva, E., Moraes, R. R., & Cuevas-Suarez, C. E. (2022). Bond strength of self-adhesive flowable composite resins to dental tissues: A systematic review and meta-analysis of in vitro studies. *The Journal of Prosthetic Dentistry*, 128, 876–885.
- Delgado, A. H. S., Owji, N., Ashley, P., & Young, A. M. (2021). Varying 10-methacryloyloxydecyl dihydrogen phosphate (10-MDP) level improves polymerisation kinetics and flexural strength in self-adhesive, remineralising composites. *Dental Materials*, 37(9), 1366–1376. <https://doi.org/10.1016/j.dental.2021.06.006>
- Demarco, F. F., Collares, K., Correa, M. B., Cenci, M. S., de Moraes, R. R., & Opdam, N. J. (2017). Should my composite restorations last forever? Why are they failing? In *Brazilian Oral Research* (Vol. 31, pp. 92–99). Sociedade Brasileira de Hematologia e Hemoterapia. <https://doi.org/10.1590/1807-3107BOR-2017.vol31.0056>
- Dressano, D., Salvador, M. V., Oliveira, M. T., Marchi, G. M., Fronza, B. M., Hadis, M., Palin, W. M., & Lima, A. F. (2020). Chemistry of novel and contemporary resin-

- based dental adhesives. In *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials* (Vol. 110). Elsevier Ltd. <https://doi.org/10.1016/j.jmbbm.2020.103875>
- Durner, J., Walther, U. I., Zaspel, J., Hickel, R., & Reichl, F. X. (2010). Metabolism of TEGDMA and HEMA in human cells. *Biomaterials*, 31(5), 818–823. <https://doi.org/10.1016/j.biomaterials.2009.09.097>
- El Mourad, A. M. (2018). Assessment of Bonding Effectiveness of Adhesive Materials to Tooth Structure using Bond Strength Test Methods: A Review of Literature. *The Open Dentistry Journal*, 12(1), 664–678. <https://doi.org/10.2174/1745017901814010664>
- El Zohairy, A. A., Saber, M. H., Abdalla, A. I., & Feilzer, A. J. (2010). Efficacy of microtensile versus microshear bond testing for evaluation of bond strength of dental adhesive systems to enamel. *Dental Materials*, 26(9), 848–854. <https://doi.org/10.1016/j.dental.2010.04.010>
- Feitosa, V. P., Sauro, S., Ogliari, F. A., Ogliari, A. O., Yoshihara, K., Zanchi, C. H., Correr-Sobrinho, L., Sinhoreti, M. A., Correr, A. B., Watson, T. F., & Van Meerbeek, B. (2014). Impact of hydrophilicity and length of spacer chains on the bonding of functional monomers. *Dental Materials*, 30(12), e317–e323. <https://doi.org/10.1016/j.dental.2014.06.006>
- Ferracane, J. L. (2011). Resin composite - State of the art. In *Dental Materials* (Vol. 27, Issue 1, pp. 29–38). <https://doi.org/10.1016/j.dental.2010.10.020>
- Ferreira, M. N., Neves Dos Santos, M., Fernandes, I., Marto, C. M., Laranjo, M., Silva, D., Serro, A. P., Carrilho, E., Botelho, M. F., Azul, A. M., & Delgado, A. H. (2023). Effect of varying functional monomers in experimental self-adhesive composites: polymerization kinetics, cell metabolism influence and sealing ability. *Biomedical Materials (Bristol)*, 18(6). <https://doi.org/10.1088/1748-605X/acfc8d>
- Fugolin, A. P. P., & Pfeifer, C. S. (2017). New Resins for Dental Composites. In *Journal of Dental Research* (Vol. 96, Issue 10, pp. 1085–1091). SAGE Publications Inc. <https://doi.org/10.1177/0022034517720658>
- 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. In *Brazilian*

- Dental Journal* (Vol. 26, Issue 1, pp. 3–10). Associacao Brasileira de Divulgacao Cientifica. <https://doi.org/10.1590/0103-6440201302442>
- Hardan, L., Bourgi, R., Cuevas-Suárez, C. E., Devoto, W., Zarow, M., Monteiro, P., Jakubowicz, N., Zoghbi, A. El, Skaba, D., Mancino, D., Kharouf, N., Haïkel, Y., & Lukomska-Szymanska, M. (2023). Effect of Different Application Modalities on the Bonding Performance of Adhesive Systems to Dentin: A Systematic Review and Meta-Analysis. In *Cells* (Vol. 12, Issue 1). MDPI. <https://doi.org/10.3390/cells12010190>
- He, Z., Shimada, Y., & Tagami, J. (2007). The effects of cavity size and incremental technique on micro-tensile bond strength of resin composite in Class I cavities. *Dental Materials*, 23(5), 533–538. <https://doi.org/10.1016/j.dental.2006.03.012>
- Helvatjoglu-Antoniades, M., Papadogiannis, Y., Lakes, R. S., Dionysopoulos, P., & Papadogiannis, D. (2006). Dynamic and static elastic moduli of packable and flowable composite resins and their development after initial photo curing. *Dental Materials*, 22(5), 450–459. <https://doi.org/10.1016/j.dental.2005.04.038>
- Ibrahim, A. (2021). The shear bond measurement of two self-adhesive composite resins to both enamel and dentin (An in vitro study). *Erbil Dental Journal*, 4(1). <https://doi.org/10.15218/edj.2021.01>
- Ikeda, I., Otsuki, M., Sadr, A., Nomura, T., Kishikawa, R., & Tagami, J. (2009). Effect of filler content of flowable composites on resin-cavity interface. In *Dental Materials Journal* (Vol. 28, Issue 6).
- Inglês, M., Vasconcelos e Cruz, J., Mano Azul, A., Polido, M., & Delgado, A. H. S. (2022). Comparative Assessment of Different Pre-Treatment Bonding Strategies to Improve the Adhesion of Self-Adhesive Composites to Dentin. *Polymers*, 14(19). <https://doi.org/10.3390/polym14193945>
- Ismail, A. M., Bourauel, C., Elbanna, A., & Eldin, T. S. (2021). Micro versus macro shear bond strength testing of dentin-composite interface using chisel and wireloop loading techniques. *Dentistry Journal*, 9(12). <https://doi.org/10.3390/dj9120140>
- Jordehi, A. Y., Shahabi, M. S., & Akbari, A. (2019). Comparison of self-adhering flowable composite microleakage with several types of bonding agent in class V

- cavity restoration. In *Dental Research Journal* (Vol. 257).
www.ncbi.nlm.nih.gov/pmc/journals/1480
- Kalavacharla, V. K., Lawson, N. C., Ramp, L. C., & Burgess, J. O. (2015). Influence of etching protocol and silane treatment with a universal adhesive on lithium disilicate bond strength. *Operative Dentistry*, 40(4), 372–378. <https://doi.org/10.2341/14-116-L>
- Kambara, K., Nakajima, M., Hosaka, K., Takahashi, M., Thanatvarakorn, O., Ichinose, S., Foxton, R. M., & Tagami, J. (2012). Effect of smear layer treatment on dentin bond of self-adhesive cements. *Dental Materials Journal*, 31(6), 980–987. <https://doi.org/10.4012/dmj.2012-031>
- Karadas, M. (2021). Influence of reduced application time on bonding durability of universal adhesives to demineralized enamel. *Clinic Oral Investigation*. <https://doi.org/10.1007/s00784-021-03972-y/Published>
- Kim, B. N., Son, S. A., & Park, J. K. (2020). Effect of exclusive primer and adhesive on microtensile bond strength of self-adhesive resin cement to dentin. *Materials*, 13(10). <https://doi.org/10.3390/ma13102353>
- Kitagawa, F. A., Leite, M. L., Soares, I. P. M., Anselmi, C., de Oliveira Ribeiro, R. A., Hebling, J., & de Souza Costa, C. A. (2022). Influence of ceramic veneer on the transdentinal cytotoxicity, degree of conversion and bond strength of light-cured resin cements to dentin. *Dental Materials*, 38(6), e160–e173. <https://doi.org/10.1016/j.dental.2022.04.015>
- Koodaryan, R., Hafezeqoran, A., & Poursoltan, S. (2016). Effect of dentin surface roughness on the shear bond strength of resin bonded restorations. *Journal of Advanced Prosthodontics*, 8(3), 224–228. <https://doi.org/10.4047/jap.2016.8.3.224>
- Kopperud, S. E., Tveit, A. B., Gaarden, T., Sandvik, L., & Espelid, I. (2012). Longevity of posterior dental restorations and reasons for failure. *European Journal of Oral Sciences*, 120(6), 539–548. <https://doi.org/10.1111/eos.12004>
- Latta, M. A., Tsujimoto, A., Takamizawa, T., & Barkmeier, W. W. (2020). Enamel and Dentin Bond Durability of Self-Adhesive Restorative Materials. *J Adhes Dent*, 22(1), 99–105. <https://doi.org/10.3290/j.jad.a43996>

- Majidinia, S. (2023). Evaluating the effect of adding 10-MDP to resin-modified glass ionomer on its dentin bond strength and fluoride release. *Annali Di Stomatologia*, 14(3–4), 11. <https://doi.org/10.59987/ads/2023.3.11-15>
- Marshall, S. J., Bayne, S. C., Baier, R., Tomsia, A. P., & Marshall, G. W. (2010). A review of adhesion science. *Dental Materials*, 26(2). <https://doi.org/10.1016/j.dental.2009.11.157>
- Menezes, D. J. B. de, Galvão, A. K., Ribeiro, E. D., Franceschini Neto, F., Lima Júnior, M. A. V., Silva de Matos, R., Freire, J. C. P., Pereira, L. de L., Viana Filho, J. M. C., Gonçalves, P. G. P., Pinheiro, R. C. de Q., Rodrigues, R. C. da S., Santos, C. A. O. dos, Nóbrega, S. C. L. da, Abílio, V. M. F., Lima, L. C. M. de, Suassuna, T. M., Oliveira, E. T. F. de, Caldas, A. T. L. de, ... Campos, F. (2018). Anais 1o COREO - Congresso Internacional de Reabilitação Oral. *ARCHIVES OF HEALTH INVESTIGATION*, 7. <https://doi.org/10.21270/archi.v7i0.3250>
- Milia, E., Cumbo, E., Josè Cardoso, R. A., & Gallina, G. (2012). Current Dental Adhesives Systems. A Narrative Review. *Current Pharmaceutical Design*, 18, 5542–5552.
- Moszner, N., & Hirt, T. (2012). New polymer-chemical developments in clinical dental polymer materials: Enamel-dentin adhesives and restorative composites. In *Journal of Polymer Science, Part A: Polymer Chemistry* (Vol. 50, Issue 21, pp. 4369–4402). <https://doi.org/10.1002/pola.26260>
- Nagarkar, S., Theis-Mahon, N., & Perdigão, J. (2019). Universal dental adhesives: Current status, laboratory testing, and clinical performance. In *Journal of Biomedical Materials Research - Part B Applied Biomaterials* (Vol. 107, Issue 6, pp. 2121–2131). John Wiley and Sons Inc. <https://doi.org/10.1002/jbm.b.34305>
- Nascimento, G. G., Correa, M. B., Opdam, N., & Demarco, F. F. (2013). Do clinical experience time and postgraduate training influence the choice of materials for posterior restorations? Results of a survey with brazilian general dentists. *Brazilian Dental Journal*, 24(6), 642–646. <https://doi.org/10.1590/0103-6440201302361>
- Ñaupari-Villasante, R., Ocampo, J. B., Cardenas, A., Muniz, L. P., Siqueira, F., Moreira, A., Feitosa, V. P., & Loguercio, A. D. (2022). Effect of the Viscosity and Application Time of Different Phosphoric Acids on the Bond Strength and

- Nanoleakage of Fiber Posts to Root Dentin. *Operative Dentistry*, 47(6), E253–E263.
<https://doi.org/10.2341/21-118-L>
- Oguri, M., Yoshida, Y., Yoshihara, K., Miyauchi, T., Nakamura, Y., Shimoda, S., Hanabusa, M., Momoi, Y., & Van Meerbeek, B. (2012). Effects of functional monomers and photo-initiators on the degree of conversion of a dental adhesive. *Acta Biomaterialia*, 8(5), 1928–1934. <https://doi.org/10.1016/j.actbio.2012.01.013>
- Oliveira, S. S. A., Pugach, M. K., Hilton, J. F., Watanabe, L. G., Marshall, S. J., & Marshall, G. W. (2003). The influence of the dentin smear layer on adhesion: A self-etching primer vs. a total-etch system. *Dental Materials*, 19(8), 758–767. [https://doi.org/10.1016/S0109-5641\(03\)00023-X](https://doi.org/10.1016/S0109-5641(03)00023-X)
- Opdam, N. J. M., Van De Sande, F. H., Bronkhorst, E., Cenci, M. S., Bottenberg, P., Pallesen, U., Gaengler, P., Lindberg, A., Huysmans, M. C. D. N. J. M., & Van Dijken, J. W. (2014). Longevity of posterior composite restorations: A systematic review and meta-analysis. In *Journal of Dental Research* (Vol. 93, Issue 10, pp. 943–949). SAGE Publications Inc. <https://doi.org/10.1177/0022034514544217>
- Ozel Bektas, O., Eren, D., Akin, E. G., & Akin, H. (2013). Evaluation of a self-Adhering flowable composite in terms of micro-shear bond strength and microleakage. *Acta Odontologica Scandinavica*, 71(3–4), 541–546. <https://doi.org/10.3109/00016357.2012.696697>
- Pashley, D. H., Tay, F. R., Breschi, L., Tjäderhane, L., Carvalho, R. M., Carrilho, M., & Tezvergil-Mutluay, A. (2011). State of the art etch-and-rinse adhesives. *Dental Materials*, 27(1), 1–16. <https://doi.org/10.1016/j.dental.2010.10.016>
- Pashley, D. H., Tay, F. R., Yiu, C., Hashimoto, M., Breschi, L., Carvalho, R. M., & Ito, S. (2004). Collagen Degradation by Host-derived Enzymes during Aging. *Journal of Dental Research*, 83(3), 216–221.
- Perdigão, J. (2010). Dentin bonding-Variables related to the clinical situation and the substrate treatment. *Dental Materials*, 26(2). <https://doi.org/10.1016/j.dental.2009.11.149>
- Perdigão, J. (2020). Current perspectives on dental adhesion: (1) Dentin adhesion – not there yet. In *Japanese Dental Science Review* (Vol. 56, Issue 1, pp. 190–207). Elsevier Ltd. <https://doi.org/10.1016/j.jdsr.2020.08.004>

- Perdigão, J., Araujo, E., Ramos, R. Q., Gomes, G., & Pizzolotto, L. (2021). Adhesive dentistry: Current concepts and clinical considerations. In *Journal of Esthetic and Restorative Dentistry* (Vol. 33, Issue 1, pp. 51–68). Blackwell Publishing Ltd. <https://doi.org/10.1111/jerd.12692>
- Peterson, J., Rizk, M., Hoch, M., & Wiegand, A. (2018). Bonding performance of self-adhesive flowable composites to enamel, dentin and a nano-hybrid composite. *Odontology*, 106(2), 171–180. <https://doi.org/10.1007/s10266-017-0324-3>
- Peumans, M., De Munck, J., Mine, A., & Van Meerbeek, B. (2014). Clinical effectiveness of contemporary adhesives for the restoration of non-carious cervical lesions. A systematic review. In *Dental Materials* (Vol. 30, Issue 10, pp. 1089–1103). Elsevier Inc. <https://doi.org/10.1016/j.dental.2014.07.007>
- Poorzandpoush, K., Shahrabi, M., Heidari, A., & Hosseini pour, Z. S. (2019). Shear bond strength of self-adhesive flowable composite, conventional flowable composite and resin-modified glass ionomer cement to primary dentin. *Frontiers in Dentistry*, 16(1), 62–68. <https://doi.org/10.18502/fid.v16i1.1111>
- Popescu, A. D., Tuculina, M. J., Diaconu, O. A., Gheorghîță, L. M., Nicolicescu, C., Cumpătă, C. N., Petcu, C., Abdul-Razzak, J., Rîcă, A. M., & Voinea-Georgescu, R. (2023). Effects of Dental Bleaching Agents on the Surface Roughness of Dental Restoration Materials. *Medicina (Lithuania)*, 59(6). <https://doi.org/10.3390/medicina59061067>
- Pucci, C. R., De Oliveira, R. S., Caneppele, T. M. F., Torres, C. R. G., Borges, A. B., & Tay, F. R. (2013). Effects of surface treatment, hydration and application method on the bond strength of a silorane adhesive and resin system to dentine. *Journal of Dentistry*, 41(3), 278–286. <https://doi.org/10.1016/j.jdent.2012.11.016>
- Rirattanapong, P., Professor, A., Senawongse, P., & Harnirattisai, C. (2015). Effect of Smear Layers Created by Different Burs Effect of Smear Layers Created by Different Burs on Durability of Self-Etching Adhesive Bond to Dentin of Primary Teeth. In *The Journal of Clinical Pediatric Dentistry* (Vol. 39, Issue 3). http://meridian.allenpress.com/jcpd/article-pdf/39/3/224/1745284/1053-4628-39_3_224.pdf

- Sai, K., Takamizawa, T., Tsujimoto, A., Ishii, R., & Latta, M. (2018). Influence of Application Time and Etching Mode of Universal Adhesives on Enamel Adhesion. *Article in The Journal of Adhesive Dentistry*. <https://doi.org/10.3290/j.jad.a39913>
- Saikaew, P., Matsumoto, M., Chowdhury, A. F. M. A., Carvalho, R. M., & Sano, H. (2018). Does shortened application time affect long-term bond strength of universal adhesives to dentin? *Operative Dentistry*, 43(5), 549–558. <https://doi.org/10.2341/17-205-L>
- Saito, T., Takamizawa, T., Ishii, R., Tsujimoto, A., Barkmeier, E. H. W., Latta, M., & Miyazaki, M. (2020). Influence of Application Time on Dentin Bond Performance in Different Etching Modes of Universal Adhesives. *Operative Dentistry*, 45(2), 183–195. <https://doi.org/10.2341/19-028-L>
- Sanal, F., & Kilinc, H. (2020). Evaluating Ceramic Repair Materials in Terms of Bond Strength and Color Stability. *The International Journal of Prosthodontics*, 33(5), 536–545. <https://doi.org/10.11607/ijp.6760>
- Sano, H., Chowdhury, A. F. M. A., Saikaew, P., Matsumoto, M., Hoshika, S., & Yamauti, M. (2020). The microtensile bond strength test: Its historical background and application to bond testing. In *Japanese Dental Science Review* (Vol. 56, Issue 1, pp. 24–31). Elsevier Ltd. <https://doi.org/10.1016/j.jdsr.2019.10.001>
- Schwartz, R. S., & Fransman, R. (2005). *Adhesive Dentistry and Endodontics: Materials, Clinical Strategies and Procedures for Restoration of Access Cavities: A Review*.
- Seoane, H., Chasqueira, F., Azul, A. M., Polido, M., & Delgado, A. H. (2023). Impact of Shelf-Life Simulation on a Self-Adhesive Composite: Polymerization Kinetics, Chemical and Color Stability. *The Journal of Adhesive Dentistry*, 25(1), 167–176. <https://doi.org/10.3290/j.jad.b4368821>
- Sezinando, A. (2014). Looking for the ideal adhesive - A review. In *Revista Portuguesa de Estomatologia, Medicina Dentaria e Cirurgia Maxilofacial* (Vol. 55, Issue 4, pp. 194–206). Elsevier Doyma. <https://doi.org/10.1016/j.rpemd.2014.07.004>
- Shimada, Y., Yamaguchi, S., & Tagami, J. (2002). *Micro-shear bond strength of dual-cured resin cement to glass ceramics*. www.elsevier.com/locate/dental

- Soares, L. M., Razaghy, M., & Magne, P. (2018). Optimization of large MOD restorations: Composite resin inlays vs. short fiber-reinforced direct restorations. *Dental Materials*, 34(4), 587–597. <https://doi.org/10.1016/j.dental.2018.01.004>
- Sofan, E., Sofan, A., Palaia, G., Tenore, G., Romeo, U., & Migliau, G. (2017). Classification review of dental adhesive systemas: from the IV generation to the universal type. *Annali Di Stomatologia*, VIII(1), 1–17.
- Spencer, P., Ye, Q., Song, L., Parthasarathy, R., Boone, K., Misra, A., & Tamerler, C. (2019). Threats to adhesive/dentin interfacial integrity and next generation bio-enabled multifunctional adhesives. In *Journal of Biomedical Materials Research - Part B Applied Biomaterials* (Vol. 107, Issue 8, pp. 2673–2683). John Wiley and Sons Inc. <https://doi.org/10.1002/jbm.b.34358>
- Srinivas, K., Balaji Ganesh, S., & Jayalakshmi, S. (2022). Estimation of wettability of topical fluoride gel on anterior and posterior teeth: An in vitro study. *Journal of Advanced Pharmaceutical Technology and Research*, 13(6), 462–465. https://doi.org/10.4103/japtr.japtr_262_22
- Szczesio-Wlodarczyk, A., Sokolowski, J., Kleczewska, J., & Bociong, K. (2020). Ageing of dental composites based on methacrylate resins-A critical review of the causes and method of assessment. In *Polymers* (Vol. 12, Issue 4). MDPI AG. <https://doi.org/10.3390/POLYM12040882>
- Takamizawa, T., Barkmeier, W. W., Tsujimoto, A., Berry, T. P., Watanabe, H., Erickson, R. L., Latta, M. A., & Miyazaki, M. (2016). Influence of different etching modes on bond strength and fatigue strength to dentin using universal adhesive systems. *Dental Materials*, 32(2), e9–e21. <https://doi.org/10.1016/j.dental.2015.11.005>
- Tjäderhane, L., Nascimento, F. D., Breschi, L., Mazzoni, A., Tersariol, I. L. S., Geraldeli, S., Tezvergil-Mutluay, A., Carrilho, M., Carvalho, R. M., Tay, F. R., & Pashley, D. H. (2013). Strategies to prevent hydrolytic degradation of the hybrid layer - A review. In *Dental Materials* (Vol. 29, Issue 10, pp. 999–1011). <https://doi.org/10.1016/j.dental.2013.07.016>
- Troconis, C. C. M., & Pérez, S. M. (2021). Bond Strength of Selfadhesive Flowable Resin Composites to Tooth Structure: a Systematic Review. *Brazilian Journal of Oral Sciences*, 20, 1–21. <https://doi.org/10.20396/BJOS.V20I00.8663641>

- Tsujimoto, A., Barkmeier, W. W., Takamizawa, T., Wilwerding, T. M., Latta, M. A., & Miyazaki, M. (2017). Interfacial characteristics and bond durability of universal adhesive to various substrates. *Operative Dentistry*, 42(2), e59–e70. <https://doi.org/10.2341/15-353-L>
- Van Landuyt, K. L., Snauwaert, J., De Munck, J., Peumans, M., Yoshida, Y., Poitevin, A., Coutinho, E., Suzuki, K., Lambrechts, P., & Van Meerbeek, B. (2007). Systematic review of the chemical composition of contemporary dental adhesives. In *Biomaterials* (Vol. 28, Issue 26, pp. 3757–3785). <https://doi.org/10.1016/j.biomaterials.2007.04.044>
- Van Meerbeek, B., Peumans, M., Poitevin, A., Mine, A., Van Ende, A., Neves, A., & De Munck, J. (2010). Relationship between bond-strength tests and clinical outcomes. In *Dental Materials* (Vol. 26, Issue 2). <https://doi.org/10.1016/j.dental.2009.11.148>
- Van Meerbeek, B., Yoshihara, K., Van Landuyt, K., Yoshida, Y., & Peumans, M. (2020). From Buonocore's Pioneering Acid-Etch Technique to Self-Adhering Restoratives. A Status Perspective of Rapidly Advancing Dental Adhesive Technology. *The Journal of Adhesive Dentistry*, 22(1), 7–34. <https://doi.org/10.3290/j.jad.a43994>
- Van Meerbeek, B., Yoshihara, K., Yoshida, Y., Mine, A., De Munck, J., & Van Landuyt, K. L. (2011). State of the art of self-etch adhesives. *Dental Materials*, 27(1), 17–28. <https://doi.org/10.1016/j.dental.2010.10.023>
- Vichi, A., Margvelashvili, M., Goracci, C., Papacchini, F., & Ferrari, M. (2013). Bonding and sealing ability of a new self-adhering flowable composite resin in class I restorations. *Clinical Oral Investigations*, 17(6), 1497–1506. <https://doi.org/10.1007/s00784-012-0846-6>
- 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. <https://doi.org/10.1016/j.jdent.2017.05.010>
- Yao, C., Ahmed, M. H., Okazaki, Y., Van Landuyt, K. L., Huang, C., & Van Meerbeek, B. (2020). Bonding Efficacy of a New Self-Adhesive Restorative onto Flat Dentin vs Class-I Cavity-bottom Dentin. *The Journal of Adhesive Dentistry*, 22(1), 65–77. <https://doi.org/10.3290/j.jad.a43999>

- Yoshida, Y., Van Meerbeek, B., Nakayama, Y., Yoshioka, M., Snauwaert, J., Abe, Y., Lambrechts, P., Vanherle, G., & Okazaki, M. (2001). Adhesion to and decalcification of hydroxyapatite by carboxylic acids. *Journal of Dental Research*, 80(6), 1565–1569. <https://doi.org/10.1177/00220345010800061701>
- 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. <https://doi.org/10.1177/0022034518763606>
- Yoshihara, K., Yoshida, Y., Nagaoka, N., Fukegawa, D., Hayakawa, S., Mine, A., Nakamura, M., Minagi, S., Osaka, A., Suzuki, K., & Van Meerbeek, B. (2010). Nano-controlled molecular interaction at adhesive interfaces for hard tissue reconstruction. *Acta Biomaterialia*, 6(9), 3573–3582. <https://doi.org/10.1016/j.actbio.2010.03.024>
- Yoshihara, K., Yoshida, Y., Nagaoka, N., Hayakawa, S., Okihara, T., De Munck, J., Maruo, Y., Nishigawa, G., Minagi, S., Osaka, A., & Van Meerbeek, B. (2013). Adhesive interfacial interaction affected by different carbon-chain monomers. *Dental Materials*, 29(8), 888–897. <https://doi.org/10.1016/j.dental.2013.05.006>
- Yoshioka, M., Yoshida, Y., Inoue, S., Lambrechts, P., Vanherle, G., Nomura, Y., Okazaki, M., Shintani, H., & Van Meerbeek, B. (2002). Adhesion/decalcification mechanisms of acid interactions with human hard tissues. *Journal of Biomedical Materials Research*, 59(1), 56–62. <https://doi.org/10.1002/jbm.1216>

Variação da rugosidade de superfície e tempo de aplicação na preparação cavitária em dentina e o seu efeito nas características interfaciais e adesão de resinas compostas auto-adesivas.

X. Anexos

1. Autorização/aprovação da Comissão Ética para execução do Projeto de Investigação



Comissão de Ética EGAS MONIZ

Plataforma: PT-320/23

Processo Interno nº1342

Ex.ma Senhora

Inês Neves Miranda

Monte de Caparica, 25 de janeiro de 2024.

Ex.ma Senhora,

Em resposta ao Pedido de Parecer que submeteu à apreciação da Comissão de Ética da Egas Moniz, com o tema denominada **"Variação da rugosidade de superfície e tempo de aplicação na preparação cavitária em dentina e o seu efeito nas características interfaciais e adesão de resinas compostas auto-adesivas"**, foi aprovado.

A Presidente da Comissão de Ética da Egas Moniz

Prof.ª Doutora Cidália de Castro