



**INSTITUTO UNIVERSITÁRIO EGAS MONIZ**

**MESTRADO INTEGRADO EM MEDICINA DENTÁRIA**

**ESTUDO IN VITRO DA RESISTÊNCIA ADESIVA AO ESMALTE,  
POR MICROTRAÇÃO, DE UM SISTEMA ADESIVO UNIVERSAL  
COMERCIAL SEM BIS-GMA E DE SISTEMAS ADESIVOS  
UNIVERSAIS COMERCIAIS.**

Trabalho submetido por  
**Ana Cecília Penedo Pereira de Oliveira Vilela**  
para a obtenção do grau de Mestre em Medicina Dentária

outubro de 2019





# **INSTITUTO UNIVERSITÁRIO EGAS MONIZ**

## **MESTRADO INTEGRADO EM MEDICINA DENTÁRIA**

### **ESTUDO IN VITRO DA RESISTÊNCIA ADESIVA AO ESMALTE, POR MICROTRAÇÃO, DE UM SISTEMA ADESIVO UNIVERSAL COMERCIAL SEM BIS-GMA E DE SISTEMAS ADESIVOS UNIVERSAIS COMERCIAIS.**

Trabalho submetido por  
**Ana Cecília Penedo Pereira de Oliveira Vilela**  
para a obtenção do grau de Mestre em Medicina Dentária

Trabalho orientado por  
**Prof. Doutor Mário Polido**  
E coorientado por  
**Mestre Joana Vasconcelos e Cruz**

**outubro de 2019**



# Dedicatória

*Aos meus Pais, Avôs, irmão e em especial à minha querida melhor Amiga, Catarina.*



## Agradecimentos

Ao meu orientador, Prof. Doutor Mário Cruz Polido, por toda a paciência, ajuda e disponibilidade demonstrada ao longo deste trabalho, e pela simpatia e boa disposição com que nos recebia, sempre.

À minha co-orientadora, Mestre Joana Cruz, por todo o conhecimento e simpatia demonstrada.

Ao Prof. Doutor José Brito pela disponibilidade e ajuda crucial no tratamento de dados estatísticos.

A esta “casa”, que ao longo destes sete anos e dois cursos foi o meu espaço, a minha segunda casa, onde cresci não só a nível de conhecimento, mas também como pessoa, por lidar com pessoas tão incríveis e com tanto a acrescentar a cada um de nós que por aqui passa.

Aos meus pais, que sempre fizeram os possíveis e impossíveis para eu ter o futuro que queria e para poder ser feliz fazendo o que realmente gosto. Ao meu querido irmão, por ser sempre o meu compincha quando eu mais precisava de distração. Aos meus queridos avôs, que foram e serão sempre a minha inspiração.

À Raquel, Ana Filipa e Joana, que neste longo percurso sempre me motivaram, sempre me aconselharam e ouviram quando eu precisava, e também aos meus queridos e loucos amigos, Bernardo, Tavares, Hernandez, Paulo e Fernando, um obrigada por me fazerem rir, sempre. Aos meus amigos de sempre, de infância, um obrigada por toda a motivação e bons momentos.

Aos meus queridos colegas, Steph, Cristiana, Inês, Margarida, Sofia, Faria, Maria, Ecaterina, Carlinha e Mariana que todos os dias me recebiam com toda a boa disposição, que sempre nos impulsionamos uns aos outros a fazer do nosso trabalho, algo bom e nos motivamos uns aos outros. Não podia pedir melhor.

À equipa de Endodontia e à Prof. Doutora Ana Mano Azul, principalmente ao Professor Antonio Vilas e ao Prof. Doutor Diego Gonzalez, por me terem dado a oportunidade de estar ao lado deles, a aprender e a gostar ainda mais desta Profissão.





## Resumo

**Objetivo:** O estudo teve como objetivo avaliar a resistência adesiva ao esmalte, por microtração, de um sistema adesivo universal comercial sem Bis-GMA comparativamente com outros sistemas adesivos universais comerciais.

**Materiais e métodos:** Foram utilizados 15 dentes molares hígidos, extraídos há menos de 6 meses, sendo distribuídos aleatoriamente por 3 grupos (n=5). Posteriormente, os dentes foram seccionados paralelamente ao longo eixo do dente, no sentido vestibulo-lingual ou vestibulo-palatino de forma a obtermos 2 espécimes por grupo (n=10). Foi efetuada a simulação da *Smear layer* no esmalte, através de discos abrasivos de CSi com 600 grit e de seguida foram aplicados os sistemas adesivos selecionados para cada grupo segundo o protocolo *Etch-and-rinse* e de acordo com as instruções dos fabricantes: Grupo 1 – Scotchbond Universal (3M ESPE, St Paul, USA); Grupo 2 – Futurabond U (VOCO GmbH, Cuxhaven, Alemanha); Grupo 3 – Ambar Aps (DentscareSCARE Ltda, Brasil). Após a aplicação dos sistemas adesivos, foram construídos blocos de resina (Filtek™ Z250), com aproximadamente 6 a 8 mm, sendo fotopolimerizados a cada 2 mm.

Após 24h de armazenamento em água desionizada, numa estufa a 37°C, os espécimes foram seccionados em palitos de 1 mm<sup>2</sup>. De seguida, os palitos viáveis obtidos em cada grupo, foram submetidos a um teste de microtração ( $\mu$ TBS) à velocidade constante de 0.5 mm/min sendo registados os valores da força aplicada no momento da fratura do palito. As fraturas foram classificadas como adesivas, coesivas de resina, coesivas de esmalte ou mistas. Os resultados foram analisados com recurso a um modelo linear misto ( $p \leq 0,05$ ) através do programa SPSS.

**Resultados:** Os resultados obtidos não demonstram diferenças significativas na resistência adesiva entre os três adesivos estudados (Scotchbond Universal, Futurabond U e Ambar Aps) ( $p \geq 0.05$ , sendo o obtido  $p=0.195$ ).

**Conclusões:** Apesar das limitações deste estudo *in vitro*, podemos concluir que a utilização de sistemas adesivos universais sem Bis-GMA é igualmente eficaz quando comparados com os sistemas adesivos que contém Bis-GMA, não existindo diferenças estatisticamente significativas na resistência adesiva ao esmalte entre os três sistemas adesivos universais. Desta forma é aceite a hipótese nula.

**Palavras-Chave:** Esmalte, Adesão, Adesivo Universal, *Etch-and-rinse*, Microtração, Resistência adesiva, Bis-GMA Free.



## Abstract

**Objective:** The objective of this study was to evaluate the enamel adhesive strength, by microtensile bond strength, of a commercial universal adhesive system without Bis-GMA compared to other commercial universal adhesive systems.

**Materials and methods:** Fifteen healthy molar teeth extracted less than 6 months ago were used and randomly assigned to three groups (n=5). Subsequently, the teeth were sectioned parallel to the long axis of the tooth, in the bucco-lingual or bucco-palatal direction, in order to obtain 2 specimens per group (n=10). The *Smear layer* was simulated in the enamel using 600 grit CSi abrasive discs and then the adhesive systems selected for each group were applied according to the *Etch-and-rinse* protocol and according to the manufacturers' instructions: Group 1 - Scotchbond Universal (3M ESPE, St Paul, USA); Group 2 - Futurabond U (VOCO GmbH, Cuxhaven, Alemanha); Group 3 - Amber Aps (DentscareSCARE Ltda, Brasil). After the application of the adhesive systems, resin blocks (Filtek™ Z250) were built, with approximately 6 to 8 mm, being photopolymerized every 2 mm.

After 24 hours of storage in deionized water, in an oven at 37°C, the specimens were sectioned in 1 mm<sup>2</sup> beam. Then, the viable beams obtained in each group were submitted to a microtensile bond strength test ( $\mu$ TBS) at a constant speed of 0.5 mm/min and the values of the force applied at the time of beam fracture were recorded. The fractures were classified as adhesive, resin cohesive, enamel cohesive or mixed. The results were analyzed using a mixed linear model ( $p \leq 0,05$ ) using the SPSS software.

**Results:** The results obtained did not show significant differences in adhesive strength between the three adhesives studied (Scotchbond Universal, Futurabond U and Amber Aps) ( $p \geq 0.05$ , with  $p = 0.195$ ).

**Conclusions:** Despite the limitations of this in vitro study, we can conclude that the use of universal adhesive systems without Bis-GMA is equally effective when compared to the adhesive systems containing Bis-GMA, with no statistically significant differences in enamel adhesive strength between the three universal adhesive systems. Thus, the null hypothesis is accepted.

**Keywords:** Enamel, Adhesion, Universal Adhesive, *Etch-and-rinse*, Microtensile bond strength, Adhesive Resistance, Bis-GMA Free.



# Índice

I- INTRODUÇÃO .....	15
1.Estrutura Dentária: Esmalte e Dentina .....	15
1.1. Esmalte .....	15
1.2. Dentina.....	17
2. Adesão.....	17
2.1. Adesão ao esmalte .....	18
2.2. Mecanismos de adesão .....	19
2.3. História da evolução dos sistemas adesivos.....	21
2.4. Sistemas Adesivos <i>Etch-and-rinse</i> e <i>Self-etch</i> .....	24
2.3. Adesivos Universais .....	25
3. Componentes dos sistemas adesivos .....	26
4. Testes de adesão: teste de microtração .....	28
II- OBJETIVO .....	31
HIPÓTESES.....	31
III- MATERIAIS E MÉTODOS.....	33
1. Seleção de dentes e condições de armazenamento.....	33
2- Materiais:.....	34
3- Montagem e preparação de amostras .....	36
4.-Teste de microtração .....	40
IV- RESULTADOS.....	43
V- DISCUSSÃO.....	47
VI- CONCLUSÃO .....	53
Perspetivas futuras: .....	53
BIBLIOGRAFIA .....	55



## Índice de figuras

Figura 1- Estrutura dentária: Esmalte e Dentina .....	16
Figura 2- Adaptada de Fraunhofer, et al, 2012. Ângulo de contato entre sólidos.....	21
Figura 3- Tipos de Sistemas Adesivos – <i>Adaptado de Sofan et al (2017)</i> .....	23
Figura 4- Adesivos Etch-and-Rinse: Passos e os seus componentes.....	24
Figura 5- Adesivos Self-etch: Passos e os seus componentes.....	25
Figura 6 - Fratura esquemática entre Esmalte e Resina .....	29
Figura 7- Corte VL/VP.....	36
Figura 8- Corte VL/VP.....	36
Figura 9- Dente seccionado .....	36
Figura 10- Micrómetro.....	36
Figura 11- Corte sagital do dente com incremento de resina .....	37
Figura 12- Metade de dente com incrementos de resina.....	37
Figura 13- Metade de dente com incrementos de resina.....	37
Figura 14- Fotopolimerizador Optilux 501 (Kerr, Midleton, Wi, EUA) .....	37
Figura 15- Máquina polidora LaboPol-4 (Struers, Ballerup, Dinamarca) .....	37
Figura 16- Estufa Memmert INE 400 (Schwabach, Alemanha) .....	39
Figura 17- Amostra pintada por quadrante .....	39
Figura 18- Amostras em palitos.....	40
Figura 19- Cola de cianocrilato Zapit .....	40
Figura 20- Palito colado no Jig.....	40
Figura 21- Jig com palito submetido a força de tração .....	40
Figura 22- Máquina de Testes Universais.....	41
Figura 23- medidor pH Basic .....	42





## Índice de tabelas

Tabela 1- Grupos Experimentais .....	34
Tabela 2- Materiais usados: Lote/validade, composição e pH .....	35
Tabela 3- Material usado e instruções do fabricante .....	38
Tabela 4- Tipos de fratura .....	41



## Índice de gráficos

Gráfico 1- Médias dos valores de MPa .....	44
Gráfico 2- Dispersão dos valores de tração nos 3 tipos de adesivos e diferentes palitos considerados .....	45



## Índice de siglas

$\mu\text{m}$  – micrómetro

HBS – Hunter-Schreger Bands

NPG-GMA – N-fenilglicina glicidil metacrilato

MPa – megapascais

Bis-GMA – Bisfenol-A glicidil metacrilato

pH – potencial de hidrogénio

10-MDP – 10-metacrilóiloxidecil dihidrogénio fosfato

TEGDMA – dimetacrilato de trietilenoglicidil

HEMA – 2-hidroxietyl metacrilato

BPA – bisfenol-A

N – Newton

CDEM – banco de dentes do Instituto Universitário Egas Moniz

SBU – Scotchbond Universal

FUT – Futurabond

ABU – Ambar Universal

kN - quilonewton

UDMA – Uretano dimetacrilato

Bis-EMA – Bisfenol-A etoxilado dimetacrilato

mm – milímetro

$\text{mW}/\text{cm}^2$  – microwatts por centímetro cúbico

min – minuto



## I- INTRODUÇÃO

### 1. Estrutura Dentária: Esmalte e Dentina

#### 1.1. Esmalte

O esmalte é um tecido rígido, inerte, acelular e altamente mineralizado que cobre a coroa do dente. Assim, o esmalte serve como uma capa protetora às restantes camadas da coroa do dente, forma uma barreira que isola e protege o dente de ações físicas, térmicas e químicas de forma a não prejudicar a vitalidade dos tecidos localizados perto da polpa (Avery, 2002; Shahmoradi *et al*, 2014; Lacruz *et al*, 2017).

Devido ao facto deste ser acelular e avascular, não possui a capacidade de se regenerar ou de reparação (Shahmoradi *et al*, 2014).

O esmalte é a matriz extracelular mais mineralizada conhecida, sendo este constituído por aproximadamente 96% minerais inorgânicos, sendo estes cristais de hidroxiapatite, e 4% de material orgânico e água. O esmalte maduro é capaz de suportar a abrasão devido ao seu elevado conteúdo mineral (Avery & Chiego, 2006; Nanci, 2013; Shahmoradi *et al*, 2014).

Quanto à espessura do esmalte, é variável em diferentes áreas. É mais espessa nas incisais/oclusais do dente e torna-se mais fina à medida que se vai aproximando da junção amelo-cimentária. A sua espessura máxima é de 2,5mm nas superfícies de trabalho, ou seja, superfícies oclusais. Quanto à cor, o esmalte é translucido e varia no seu tom entre amarelo claro e branco acinzentado, sendo influenciado com a espessura e opacidade do esmalte (Avery, 2002; Heymann, H. 2013; Nanci, 2013; Shahmoradi *et al*, 2014).

Na sua estrutura, o esmalte é um tecido único uma vez que a sua unidade de estrutura básica, designada como prismas de esmalte, é constituída pelos cristais de hidroxiapatite, sendo estes extremamente largos, altamente orientados, de forma a melhorar as propriedades mecânicas do esmalte. Os cristais do esmalte são essencialmente compostos por cálcio e fósforo, como a hidroxiapatite -  $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$ , com sódio, magnésio, cloro, carbonato, potássio e flúor (Avery, 2002; Lynch *et al* 2010; Shahmoradi *et al*, 2014).

Esta forma prismática característica do esmalte, é formada a partir de um único ameloblasto, que se estende a partir da junção amelo-dentinária para a superfície do esmalte, dando origem então ao prisma, com 5-8 $\mu$ m de diâmetro. Além deste, existe ainda o esmalte aprismático, localizado este em volta dos prismas de esmalte (Shahmoradi *et al*, 2014; Lacruz *et al*, 2017).

No esmalte mais superficial, adjacente à superfície oclusal, os prismas estendem-se para dentro paralelamente uns aos outros. No esmalte interno, próximo à junção amelo-dentinária, os prismas estão dispostos em forma de banda. Cada banda de prismas orienta-se de forma um tanto oposta a outra, tornando uma estrutura entrecruzada complexa – denominando-se esta estrutura entrecruzada complexa por *Hunter-Schreger bands* (HBS) (Arola *et al*, 2017).

A orientação dos prismas de esmalte e dos cristais de esmalte interno torna-o menos frágil e proporciona um certo grau de flexibilidade, permitindo resistir às forças de cisalhamento, sendo a sua contribuição igualmente determinante para os padrões de condicionamento nas lesões de cárie. Ou seja, a densidade e os padrões de orientação das HBS são importantes nas forças adesivas ao esmalte e nas lesões de abração (Avery, 2002; Arola *et al*, 2017).

O esmalte é relativamente impermeável, quando em comparação com a dentina. A superfície do esmalte é mais mineralizada e dura que o esmalte interno. A área oclusal/incisal é também mais dura e impermeável que a área mais cervical (Avery, 2002).

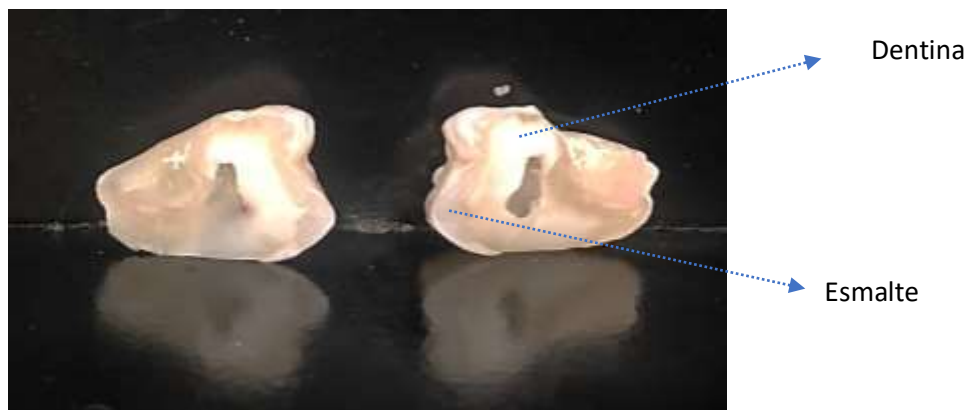


Figura 1- Estrutura dentária: Esmalte e Dentina



## 1.2. Dentina

A dentina é uma estrutura biológica altamente organizada composta por complexo de proteínas e componentes minerais organizados. É uma matriz óssea caracterizada por múltiplos túbulos dentinários que atravessam toda a estrutura e contêm extensões citoplasmáticas de odontoblastos que formam a dentina e a mantêm. Do ponto de vista histológico, é um tecido conjuntivo mineralizado que se encontra subjacente ao esmalte e envolve a polpa e a câmara pulpar, formando o corpo do dente (Nanci, 2013; Shahmoradi *et al*, 2014).

Na sua composição encontramos matéria inorgânica, como a hidroxiapatite (50%), e matéria orgânica, contendo 30% de colagénio (principalmente o colagénio do tipo I) e 20% de água. Quanto às suas propriedades físicas, a dentina é menos dura e mineralizada que o esmalte, possuindo forças inter-moleculares baixas e baixa superfície de energia de superfície (Nanci, 2013; Sezinando, 2014).

A composição da dentina irá variar consoante as diferentes áreas do dente, dependendo da proximidade da polpa. Essas diferenças poderão influenciar as propriedades mecânicas da dentina, bem como o sucesso da adesão à mesma. A dentina é constituída por diversos túbulos que provêm da polpa e atravessam a dentina. Cada túbulo contém um processo de uma célula citoplasmática que provem do odontoblasto (célula de formação da dentina) (Heymann, 2013; Breschi *et al*, 2018).

A permeabilidade na dentina não é uniforme ao longo do dente. A zona coronal é muito mais permeável que a zona apical (Heymann, 2013).

## 2. Adesão

O desenvolvimento e o uso regular de materiais adesivos começaram por revolucionar inúmeros aspetos da dentisteria preventiva e restauradora. Até aos dias de hoje, diferentes tipos e gerações de adesivos foram introduzidos no mercado. Juntamente com as resinas compostas, estes materiais adesivos podem ser considerados alternativas para os materiais minerais dos tecidos duros do dente, e são aderidos ao dente micromecanicamente (Sofan *et al*, 2017; Daneshkazemi *et al*, 2018).

Os pacientes procuram muitas vezes restaurações dentárias não só anatômicas como funcionais, mas também o mais estético e imperceptível ao olho humano. Os sistemas adesivos são soluções de monômeros de resina que fazem com que a interação do substrato dente-resina seja possível (Van Meerbeek *et al*, 2003; Sofan *et al*, 2017).

O princípio fundamental da adesão ao substrato dentário é baseado num processo de troca do material orgânico do dente pela resina sintética. Este processo envolve duas fases. Uma fase que consiste em remover o fosfato de cálcio onde as microporosidades são expostas tanto na superfície do esmalte como na da dentina. A outra fase, chamada de Fase da Hibridização, que envolve infiltração e a subsequente polimerização *in situ* da resina dentro da superfície com microporosidades já criadas (Van Meerbeek *et al*, 2003).

Uma falha na adesão na interface entre o dente e a restauração leva à descloração marginal, hipersensibilidade pós-operatória, cáries secundárias podendo chegar a afetar o tecido pulpar. Uma falha na durabilidade dos adesivos e cáries secundárias são considerados um dos principais problemas das restaurações adesivas contemporâneas, afetando negativamente o sucesso clínico das mesmas (Pouyanfar *et al*, 2018; Gutiérrez *et al*, 2019).

## 2.1. Adesão ao esmalte

O maior desafio para os adesivos é promover uma adesão eficaz tanto no esmalte como na dentina. Conseguir uma adesão que seja forte e duradoura entre a restauração e a estrutura do dente é um requisito para o sucesso de uma restauração (Rosa *et al* 2015; Pouyanfar *et al*, 2018).

O mecanismo de adesão do esmalte irá primariamente passar por uma ligação micromecânica da resina em microporosidades, que são produzidas através do ataque ácido, ao substrato dentário (Hanabusa *et al*, 2012; Pouyanfar *et al*, 2018).

A adesão da resina ao esmalte é mais duradoura e previsível. O condicionamento ácido no esmalte é muito eficaz, devido à maioria do conteúdo do esmalte ser conteúdo mineral, o que facilita a adesão em comparação com a dentina. Na verdade, o ataque ácido ao esmalte modifica a superfície do mesmo aumentando a energia de superfície, e consequentemente melhorando a sua molhabilidade (Pouyanfar *et al*, 2018; Yao *et al*, 2019).

O ataque ácido ao esmalte irá levar a três distintos padrões micromorfológicos. O tipo I que envolve a dissolução nos núcleos dos prismas sem dissolver os prismas periféricos. O tipo II, que é o oposto do tipo I: o esmalte periférico é dissolvido enquanto que os núcleos dos prismas se mantêm intactos. E, por fim, o tipo III, que inclui a dissolução das áreas do tipo I e II, mas também áreas cuja topografia não está relacionada com a morfologia dos prismas do esmalte (Heymann, 2013).

As forças de união do compósito ao esmalte sob ataque ácido geralmente excedem os 20 MPa e podem alcançar os 50 MPa, dependendo do teste usado. Os valores de adesão no esmalte são geralmente inferiores aos valores adesivos na dentina, contudo, é sabido que o esmalte apresenta melhores características de adesão, quando em comparação com a dentina (Heymann, 2013; Garbui *et al* 2015).

## 2.2. Mecanismos de adesão

Quando duas substâncias contactam uma com a outra, as moléculas de uma substância aderem ou são atraídas, às moléculas da outra substância. A esta força é chamada de adesão (Ferracane, 2001; Anusavice, 2013).

Uma adesão forte entre duas substâncias pode também ser conseguida através de adesão ou retenção mecânica, ao invés de uma ligação por atração de moléculas. A adesão mecânica também pode envolver outros mecanismos, como a penetração de adesivos em irregularidades microscópicas na superfície do substrato (Anusavice, 2013).

Este mecanismo de adesão micromecânica tem sido altamente usado na área da dentisteria. A técnica de ataque ácido é um exemplo de como a adesão entre a superfície dentária e o material dentário pode ser possível através de mecanismos mecânicos (Anusavice, 2013).

Inúmeros fatores irão determinar a eficácia da adesão. Para que a adesão exista, é necessário que a superfície do material seja atraída a outra através da sua interface. A energia de superfície de um sólido é maior do que a sua energia interna. Os átomos de uma superfície tendem a formar uma adesão a outros átomos na proximidade da superfície e reduzir a energia de superfície do sólido. As moléculas que se encontram no meio envolvente da superfície (por exemplo, esmalte), são atraídas ao material e posteriormente adsorvidas no mesmo. É por essa mesma razão, que o esmalte é coberto

por uma película, uma mistura orgânica de depósitos salivares. Assim de forma a aumentar a energia e promover uma adesão à superfície do esmalte, é necessário remover esta película (Ferracane, 2001; Anusavice, 2013).

Para promover a adesão, é também necessário haver uma capacidade do líquido (adesivo) formar uma interface com a superfície sólida – este fenómeno denomina-se de molhabilidade. O ângulo que é formado entre o adesivo e a superfície pode ser medido de forma a dar-nos um valor de molhabilidade – denominado ângulo de contacto. Uma boa molhabilidade é caracterizada por ângulos de contacto abaixo dos 90°. Uma molhabilidade fraca ocorre quando o ângulo é obtuso. Assim, quanto menor é o ângulo de contacto entre o adesivo e a superfície, e quanto menor for a tensão superficial do adesivo, maior é a capacidade do mesmo fluir através da superfície e preencher as suas irregularidades. Uma superfície lisa permite uma melhor molhabilidade, estando então o ângulo de contacto nessa situação, próximo do 0. É também sabido que a molhabilidade depende da energia de superfície relativa do adesivo e do substrato (Ferracane, 2001; Fraunhofer, 2012; Anusavice, 2013).

Existem quatro tipos de mecanismos de adesão à estrutura dentária pelos materiais adesivos/restauradores:

- 1- Mecânico: Há penetração da resina e formação de *Resin tags* dentro da superfície do dente;
- 2- Adsorção: adesão química ao componente inorgânico da estrutura dentária (hidroxiapatite) ou ao componente orgânico da estrutura dentária (maioritariamente colagénio tipo I);
- 3- Difusão: há precipitação de substâncias na superfície do dente que permitirá à resina aderir mecânica e quimicamente;
- 4- Combinação: um mecanismo que combina todos os três mecanismos anteriores (Heymann, H. 2013).

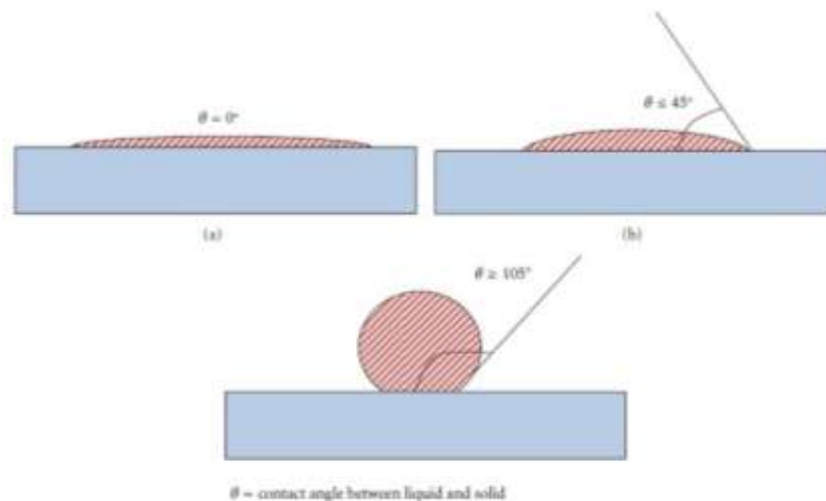


Figura 2- Adaptada de Fraunhofer *et al*, 2012. Ângulo de contato entre sólidos.

### 2.3. História da evolução dos sistemas adesivos

A Dentisteria adesiva começou em 1955 através da descoberta de Buonocore acerca dos benefícios do ataque ácido. Com a mudança das tecnologias, os adesivos dentários evoluíram de *No-etch* para *Total-etch* (Quarta e Quinta geração), para sistemas *Self-etch* (Sexta, Sétima e Oitava geração) (Sofan *et al*, 2017).

A primeira geração de sistemas adesivos foi publicada por Buonocore em 1956, que demonstrou que o uso de ácido glicerofosfórico dimetracrilato (GPDM) contendo resina iria aderir à dentina sujeita a ataque ácido. No entanto, a imersão em água reduzia muito o vínculo da adesão. Nove anos depois, Bowen tentou abordar essa questão usando N-fenilglicina e metacrilato de glicina, ou NPG-GMA. NPG-GMA é uma molécula bifuncional ou agente de acoplamento. Isto significa que uma das extremidades desta molécula adere à dentina enquanto a outra adere à resina composta através da polimerização. As forças de ligação destes sistemas iniciais eram apenas de 1 a 3 megapascals (MPa). Os resultados clínicos destes sistemas eram fracos (Kugel & Ferrari, 2000; Sofan *et al*, 2017).

A segunda geração de sistemas adesivos usou principalmente fosfatos polimerizáveis adicionados às resinas Bis-GMA (Bisfenol-A glicidil metacrilato) para promover a ligação ao cálcio na estrutura dentária mineralizada. O mecanismo de ligação envolve a formação de uma ligação iônica entre os grupos cálcio e clorofosfato. Esta geração de adesivos era fraca (em comparação com os sistemas da 5ª e 6ª geração), mas foram uma

melhoria significativa em relação aos sistemas de 1ª geração. A resistência adesiva destes sistemas apresentava valores muito baixos de resistência adesiva, na ordem dos 6 a 7 MPa (Kugel & Ferrari, 2000; Coelho *et al* 2012; Sofan *et al*, 2017).

A terceira geração de sistemas adesivos introduziu uma modificação diferente: o ataque ácido à dentina numa tentativa de modificar ou remover parcialmente a *Smear layer*. Os passos que envolviam este sistema seriam os seguintes: 1) aplicação do ácido na dentina (em baixas concentrações) com o objetivo de abrir ligeiramente os túbulos dentinários e aumentar a permeabilidade da *Smear Layer*; 2) aplicação do *primer*, e 3) aplicação de um agente adesivo, sendo este agente uma resina sem carga. Este método de adesão não foi bem-sucedido porque as resinas não penetravam através da *Smear Layer*, e a adesão à *Smear Layer* continuava fraca e inconsistente (Kugel & Ferrari, 2000; Coelho *et al* 2012; Sofan *et al*, 2017).

A quarta geração foi a primeira a conseguir a remoção completa da *Smear layer* e é ainda considerada o *Gold Standard* na adesão à dentina. Nesta geração, os três componentes primários (ácido, *primer* e *bond*) estão especificamente empacotados em embalagens distintas e são aplicados sequencialmente. Esta geração de adesivos passou a recomendar a aplicação de ácido ortofosfórico no esmalte e dentina, tendo como objetivo remover por completo a *Smear Layer* e expor as fibras de colagénio – técnica de condicionamento ácido total ou *Total-etch* (Coelho *et al* 2012; Sofan *et al* 2017).

A quinta geração de adesivos foi desenvolvida de forma a simplificar o uso dos materiais para os médicos, através da redução de passos, reduzindo assim o tempo de trabalho (Kugel & Ferrari, 2000; Sofan *et al*, 2017). Esta geração consiste em dois tipos diferentes de adesivos: os *One-bottle*, onde combinam o uso do *primer* e do *bond* num só frasco e, portanto, num só ato, e sistemas *Self-etching primer bonding* que se baseia numa solução aquosa com 20% de fenil-P em 30% de HEMA de forma a permitir uma adesão simultânea ao esmalte e à dentina (Kugel & Ferrari, 2000; Coelho *et al* 2012; Sofan *et al*, 2017).

Dado o mecanismo de atuação inovador dos adesivos de autocondicionamento, esta segunda categoria de adesivos foi mais tarde classificada como de sexta e de sétima geração. A sexta geração procurou eliminar o passo referente ao condicionamento ácido ou incluí-lo quimicamente num outro passo. Assim, formulou-se um *primer* com

monómeros ácidos que poderia vir juntamente com o *bond* num só frasco, ou em separado do *bond*, através de dois frascos contendo um o *primer* ácido e um outro frasco com o *bond* (Coelho *et al* 2012; Sofan *et al*, 2017). Quanto à sétima geração, denominada como *One-bottle self-etching*, todos os componentes para a adesão encontram-se incluídos num só frasco, simplificando o protocolo (Sofan *et al*, 2017).

Atualmente, os adesivos são divididos consoante o mecanismo de adesão (tratamento à *Smear Layer*) e consoante o número de passos. Os adesivos estão disponíveis em três etapas, duas etapas, e uma só etapa, consoante se trate de adesivos *Etch-and-rinse* ou *Self-etch* (Sofan *et al*, 2017), descritos na figura 3.

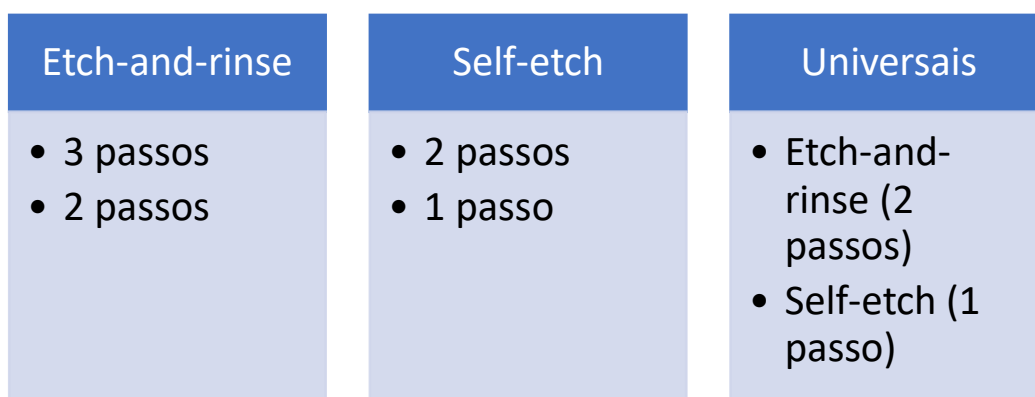


Figura 3- Tipos de Sistemas Adesivos – Adaptado de Sofan *et al* (2017)

Nos adesivos universais, existem duas técnicas possíveis aquando da utilização do protocolo *Etch-and-rinse*, a *Total-etch* (em que o condicionamento ácido ocorre no esmalte e na dentina) e a técnica *Selective Enamel etching* (em que o condicionamento ácido é feito unicamente sobre o Esmalte) (Sofan *et al*, 2017).

## 2.4. Sistemas Adesivos *Etch-and-rinse* e *Self-etch*

Os sistemas adesivos podem ser classificados em duas categorias principais, de acordo com as suas diferentes técnicas de ligação aos substratos dentários: o sistema *Etch-and-rinse* e o sistema *Self-etch* (Rosa *et al*, 2015).

A técnica *Etch-and-rinse*, pode ser aplicada em dois ou três passos, sendo esta a forma mais convencional permitindo que cada passo possa cumprir diversos objetivos (Van Meerbeek *et al*, 2003; Pashley *et al*, 2011), ilustrados na figura 4.

Esta técnica envolve a aplicação de ácido ortofosfórico, com concentrações variadas entre 30 a 40% (um pH de 0.1-0.4), num período não mais longo que 15 segundos na dentina e não menor que 15 segundos no esmalte. Este ataque ácido irá produzir microporosidades no esmalte (na hidroxiapatite) que irão aumentar a energia de superfície e a molhabilidade do mesmo. Assim, irá haver dispersão do *bond*, nas microporosidades por atração capilar, formando macro e micro *resin tags* após a sua polimerização. Na dentina, o ataque ácido desmineraliza desde a superfície até uma profundidade de alguns micrómetros para expor as fibras de colagénio (Rosa *et al*, 2015; Vinagre & Ramos, 2016).

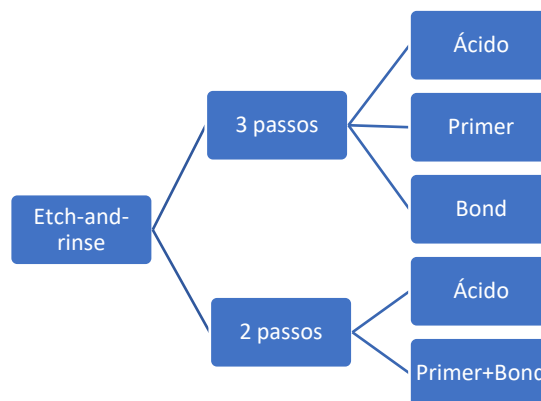


Figura 4- Adesivos *Etch-and-Rinse*: Passos e os seus componentes

Os adesivos *Self-etch* foram introduzidos de forma a simplificar a técnica, reduzindo o número de passos, e de forma a superar algumas complicações associadas aos adesivos *Total-etch*. Os *Self-etch* podem envolver dois passos ou um único passo, onde todos os componentes se encontram inseridos no mesmo frasco (Rosa *et al*, 2015; Bakhsh *et al*, 2019) como ilustrado na figura 5.



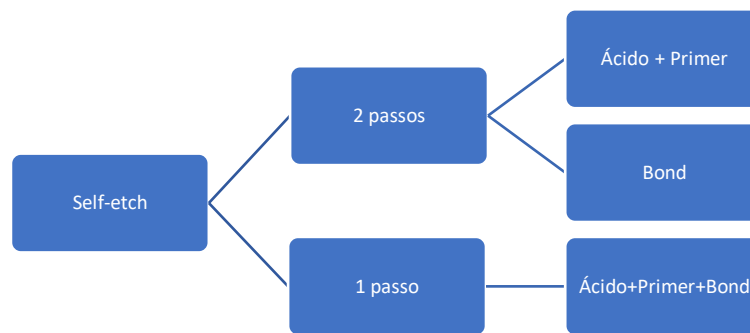


Figura 5- Adesivos *Self-etch*: Passos e os seus componentes

O sistema de apenas dois passos contém um frasco com o ácido e o *primer*, e num segundo frasco contém um adesivo resinoso hidrofóbico. No sistema de um só passo, os três componentes encontram-se todos juntos num só frasco: ácido, *primer* e *bond* (Sarr *et al*, 2018; Bakhsh *et al*, 2019).

Os adesivos *Self-etch* contêm monómeros específicos: moléculas de carboxilato e fosfato ácido que atuam simultaneamente como condicionadores (que permitem a desmineralização superficial do substrato) e como agentes *primer* (monómeros de resina que infiltram no substrato preparado) (Rosa *et al*, 2015; Sarr *et al*, 2018).

### 2.3. Adesivos Universais

Apesar dos adesivos *Etch-and-rinse* ainda serem os *Gold Standard*, a tendência é desenvolver/criar sistemas adesivos *Self-etch* mais simplificados (Rosa *et al*, 2015).

Um novo grupo de adesivos foi “recentemente” introduzido no mercado, como *Universal* ou *Multi-mode*, e têm sido extensivamente implementados devido à sua versatilidade. São essencialmente *Self-etch* de um passo que podem ser associados, ou não, ao ácido ortofosfórico, ou seja, podem ser usados em qualquer tipo de estratégia adesiva, como *Self-etch*, *Etch-and-rinse* ou *Selective enamel-etch*. Caso associados, o adesivo é aplicado como um sistema *Etch-and-rinse* de dois passos (Loguercio *et al*,

2015; Sai *et al*, 2018; Papadogiannis *et al*, 2019).

Uma diminuição do número de passos irá conseqüentemente reduzir o tempo de manipulação e poderá melhorar a eficácia da adesão na prática clínica (Hanabusa *et al* 2012).

Este uso multimodo dos adesivos universais tem sido reportado por melhorar a adesão ao esmalte duradoura com a técnica *Etch-and-rinse* e reduzir a danificação da dentina com a técnica *Self-etch*. Vários autores relatam também, que usando o protocolo *Etch-and-Rinse (Total-etch)*, no esmalte, com o sistema adesivo universal, vai melhorar significativamente as forças de adesão (Lawson *et al*, 2015; Sai *et al*, 2018).

A maioria dos adesivos universais contém monómeros acídicos, como por exemplo 10-metacrilóiloxidecil dihidrogênio fosfato (10-MDP). 10-MDP é uma molécula hidrofóbica que pode conferir ao adesivo hidrofobicidade, diminuindo a permeabilidade da água. A particularidade mais interessante deste monómero é o facto do mesmo conseguir formar complexos estáveis de cálcio-fosfato, devido à sua estrutura química, criando uma adesão estável à hidroxiapatite a partir da sua ligação ao cálcio (Lawson *et al* 2015; Wang *et al* 2017).

Os adesivos universais podem ser usados não só em restaurações diretas com compósito, mas também em restaurações indiretas com cerâmica (Sai *et al*, 2018).

Há ainda algumas questões a ser estudadas relativamente aos adesivos universais, como por exemplo a eficácia e a duração a longo prazo destes adesivos (Cuevas-Suárez *et al*, 2019).

### 3. Componentes dos sistemas adesivos

Os sistemas adesivos tradicionalmente contêm três principais componentes:

- a) O ácido: que no protocolo *Total-etch*, é utilizado o ácido ortofosfórico entre 35-37%. Este ácido vai preparar o esmalte e a dentina de forma a receber o *primer*, criando microporosidades ao mesmo tempo que remove a *Smear layer*. Quando aplicado como um sistema *Self-etch*, o ácido é normalmente um monómero acídico que também servirá de *primer*. Na adesão ao esmalte, o ácido irá dissolver

os prismas de esmalte, criando então macro/microporosidades que irão ser preenchidas pelos agentes hidrofóbicos, através de atração capilar

- b) O *Primer*: é normalmente composto por monómeros hidrofílicos que se encontram dissolvidos num solvente orgânico (Acetona, Etanol, Água). Exemplo destes monómeros é o HEMA (2-Hidroxil etil metacrilato) e o TEGDMA (hidrofóbico). O papel dos solventes é facilitar a difusão e a molhabilidade dos monómeros resinosos do sistema adesivo. Através dos monómeros hidrofóbicos e hidrofílicos que o *primer* contém, vai ocorrer uma ligação entre a superfície dentária e o material resinoso, uma vez que se dá uma copolimerização desses monómeros;
- c) *Bond*: baseia-se numa resina adesiva, sem solventes, composta por monómeros hidrofóbicos, que penetram na superfície preparada. Após a infiltração dos monómeros, estes são polimerizados *in situ*, formando as *resin tags* e resultando na camada híbrida. Exemplos destes monómeros hidrofóbicos são o Bis-GMA e o UDMA (Van Landuyt *et al*, 2007; Sousa & Moro, 2014; Sofan *et al*, 2017).

Nos adesivos universais, estes componentes encontram-se todos juntos, sendo o *primer* ácido, como já anteriormente explicado.

Apesar das melhorias que se têm vindo a assistir nos últimos anos, os sistemas adesivos ainda apresentam algumas limitações. Um exemplo das limitações que levam à falha de uma restauração e à descoloração da mesma, é uma falha na contração da polimerização do material e a quebra dos monómeros (Söderholm & Mariotti, 1999).

De forma a ultrapassar esta problemática, Bowen introduziu o Bisfenol-A glicidil metacrilato (Bis-GMA), também chamada de resina de Bowen, sendo que este componente iria permitir diminuir as falhas na contração de polimerização e criar uma ligação cruzada durante a polimerização. Esta resina de Bowen possui baixa contração de polimerização, baixa volatilidade, e alta viscosidade, boas propriedades mecânicas e difusividade nos tecidos (Söderholm *et al*, 1999; Yin *et al*, 2016; Yadav & Kumar, 2019).

Contudo, os grupos hidroxilo do Bis-GMA formam ligações intermoleculares de hidrogénio que levam ao aumento da viscosidade do monómero, dificultando assim a mistura do mesmo com os outros componentes. De forma a reduzir a viscosidade, foram associados ao Bis-GMA monómeros diluentes, tais como o dimetacrilato de trietileno

glicidil (TEGDMA) e o 2-hidroxietil metacrilato (HEMA) (Srivastava *et al*, 2018; Yadav & Kumar, 2019).

Recentemente foi posta em causa a utilização do Bis-GMA e dos seus derivados, uma vez que possuem um componente, o Bisfenol-A (BPA), cuja libertação poderá estar associado a inúmeras doenças (Yin *et al*, 2016). O BPA tem sido relatado como um dos muitos compostos que desregulam o sistema endócrino, e que podem causar anomalias reprodutivas masculinas e comprometer a espermatogénese. De facto, um elevado número de efeitos adversos foram associados ao BPA, a partir de estudos com animais, tais como: diabetes, obesidade, alterações comportamentais e infertilidade (He & Kopperud, 2018).

Num estudo foi demonstrado que selantes à base de Bis-GMA continham agentes contaminantes que alteraram a proliferação de cultura de células cancerígenas (Söderholm, 1999).

O BPA é um monômero usado nas resinas e nos materiais à base de resina (incluindo selantes). Embora o BPA não esteja presente de forma pura nestes materiais, os seus derivados, o Bis-GMA e o Bis-DMA, estão presentes. Estudos têm sido feitos neste âmbito, ainda assim este tópico continua a ser bastante controverso. Apesar disso, e dada a elevada procura de materiais alternativos, muitas empresas procuram remover o Bis-GMA da formulação dos adesivos (Yin *et al*, 2016; Colombo *et al*, 2018; Vasconcelos e Cruz *et al*, 2018).

#### 4. Testes de adesão: teste de microtração

Para compreendermos e estudarmos a *performance* dos adesivos são necessários múltiplos testes. O teste de microtração foi desenvolvido, por Sano *et al*, de forma a permitir a avaliação da *performance* dos sistemas adesivos, sendo este teste o mais usado (De Munk *et al*, 2005; Garbui *et al*, 2015; Amstrong *et al*, 2017).

Os testes de microtração apresentam melhor distribuição do *stress* na interface adesiva, exibindo então forças de ligação mais elevadas, devido à menor quantidade de defeitos na interface quando em comparação com outros testes (macrotração). Devido a esse facto, o teste de microtração permitirá a diminuição da ocorrência de fraturas coesivas, menor variabilidade e maior fidelidade de resultados. Uma vez que a área de adesão é menor, os defeitos serão menores a medição dos valores será mais rigorosa; e o desvio-padrão obtido será mais baixo (Amstrong *et al*, 2010; Garbui *et al*, 2015).

Para efetuar o teste de resistência, devem ser feitas espécimes por dente ou superfície dentária, sendo o mais comumente usado em forma de palito. Esta forma vai permitir ter um maior número de espécimes, quando em comparação com outro tipo. Por outro lado, irá reduzir o número de fraturas prematuras, ao induzir um menor *stress* na interface adesiva (Amstrong *et al*, 2010; Garbui *et al*, 2015).

O valor da resistência adesiva, expressa em MPa, é calculada a partir da divisão do valor da força de tensão no momento da fratura, expressa em Newtons (N) com o valor da área (mm<sup>2</sup>) da fratura na interface adesiva (Amstrong *et al*, 2010) (figura 6).

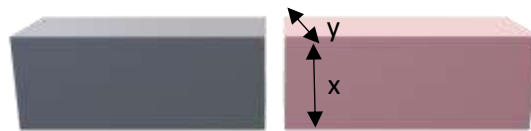


Figura 6 - Fratura esquemática entre Esmalte e Resina

$$Mpa = N / (x \times y) mm^2$$

Quanto às desvantagens na utilização deste tipo de teste, envolvem um maior tempo de trabalho e de técnica; dificuldade em medir valores de força baixos (<5 MPa); maior facilidade em fraturar e desidratar as amostras e também, poderá ocorrer uma falha nas amostras aquando da sua remoção dos *Jigs* com cola (Amstrong *et al*, 2010).

*Estudo In Vitro Da Resistência Adesiva Ao Esmalte, Por Microtração, De Um Sistema Adesivo Universal Comercial Sem Bis-Gma E De Sistemas Adesivos Universais Comerciais.*

## II- OBJETIVO

O objetivo deste estudo foi o de avaliar a resistência adesiva ao esmalte, por microtração, de um sistema adesivo universal comercial sem Bis-GMA e de sistemas adesivos universais comerciais com Bis-GMA.

## HIPÓTESES

Hipótese Nula:

H0: Não há diferenças significativas na resistência adesiva ao esmalte por microtração, entre o sistema adesivo universal comercial sem Bis-GMA e os dois sistemas adesivos universais comerciais estudados, com o protocolo *Etch and Rinse*.

Hipótese alternativa:

H1: Há diferenças significativas na resistência adesiva ao esmalte por microtração, entre o sistema adesivo universal comercial sem Bis-GMA e os dois sistemas adesivos universais comerciais estudados, com o protocolo *Etch and Rinse*.

*Estudo In Vitro Da Resistência Adesiva Ao Esmalte, Por Microtração, De Um Sistema Adesivo Universal Comercial Sem Bis-Gma E De Sistemas Adesivos Universais Comerciais.*



### III- MATERIAIS E MÉTODOS

O presente trabalho de investigação teve a aprovação da Comissão Ética do Instituto Universitário Egas Moniz, e foi realizado no Laboratório de Biomateriais do Instituto.

Através deste estudo pretendeu-se avaliar a resistência adesiva ao esmalte, por microtração de sistemas adesivos universais comerciais, quando aplicado com o protocolo *Etch-and-rinse*.

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

Neste estudo foram usados quinze dentes humanos hígidos, cedidos pelo Banco de Dentes do Instituto Universitário Egas Moniz (CDEM), sem qualquer restauração, cárie ou tratamento endodôntico, extraídos por motivos periodontais ou ortodônticos, e armazenados por não mais que 6 meses, de acordo com a norma ISO 11405, 2015.

Após a colheita, foram lavados em água corrente sendo removido todo o tecido orgânico com uma cureta Gracey 5/6 e uma escova profilática, sendo em seguida desinfetados em Cloramina T a 1% a 4-7°C por um período de 5 dias. Posteriormente, os dentes foram armazenados em água destilada a 4°C de acordo com a norma ISO. (ISO/TS 11405, 2015), por um período que não excedeu os seis meses. A água foi renovada semanalmente até ao dia da utilização.

Aquando do início do estudo os dentes foram distribuídos aleatoriamente, em três grupos de 5 dentes (n=5). Grupo 1: Scotchbond Universal (3M ESPE); Grupo 2: FuturaBond® U *Single Dose* (VOCO GmbH); Grupo 3: Ambar Universal APS (Dentscare Ltda).

Todos os sistemas adesivos foram aplicados de acordo com as instruções dos fabricantes, na vertente *Etch-and-rinse*. Na tabela 1 estão descritos os grupos usados no estudo.

Tabela 1- Grupos Experimentais

<b>Grupo Experimental n=15</b>
G1- SBU, n=5
G2- FUT, n=5
G3- ABU, n=5

## 2- Materiais

Como referido foram utilizados três sistemas adesivos universais, segundo o protocolo *Etch-and-rinse*. O Scotchbond Universal (3M ESPE, St Paul, USA), o Futurabond® U *SingleDose* (VOCO GmbH, Cuxhaven, Alemanha) e o Ambar Universal APS (DENTSCARE LTDA, Brazil). Quanto à resina composta usada no estudo, foi usada a resina composta Filtek Z250 (3M ESPE) na escala de cor A2.

O nome, o lote, a validade, a composição e o pH dos materiais usados para a realização deste estudo encontram-se discriminados na tabela 2.

Tabela 2- Materiais usados: Lote/validade, composição e pH

Material	Lote/validade	Composição	pH
<b>Scotchbond Universal</b> (3M ESPE, St Paul, USA) 	Lot. 90121B 2020-12-31	MDP, Bis-GMA, HEMA, etanol, água, iniciadores	3.48
<b>Futurabond® U SingleDose</b> (VOCO GmbH, Cuxhaven, Alemanha) 	Lot. 1841241 2020-10	HEMA, Bis-GMA, HEDMA, UDMA, MDP, monómero adesivo ácido, catalisador, iniciador, etanol e água	2.44
<b>Ambar Universal APS</b> (DENTSCARE LTDA, Brazil) 	Lot. 180419 2021-04	MDP, monómeros metacrílicos, composição fotoiniciadora (APS), coiniciadores e estabilizante, carga inerente (nanopartículas de sílica), etanol e água.	2.87
<b>Resina Filtek™ Z250</b> (3M ESPE, Neuss, Alemanha) 	Lot. N861035 2020-01	Bis-GMA, UDMA, Bis-EMA, TEGMA, partículas de carga (60% zircônio/sílica)	
<b>Gel Etchant</b> (Kerr Italia S.r.l., Scafati (SA), Italy)	Lot. 6617421 2020-11-30	37,5% ácido ortofosfórico.	0.1-0.4

### 3- Montagem e preparação de amostras

Em seguida os dentes foram colocados num suporte de acrílico (figura 7 e 8), de forma a fixar a amostra com auxílio de cera colante (Sticky Wax, Kemdent®, Wiltshire, Inglaterra). Posteriormente os dentes foram seccionados paralelamente ao longo eixo do dente, no sentido vestibulo-lingual ou vestibulo-palatino de forma a obtermos dois espécimes por grupo (n=10) (figura 9). Os cortes foram efetuados com um micrótomo de tecidos duros Accutom-50 (Struers A/S, Ballerup, Denmark) (figura 10).



Figura 7- Corte VL/VP



Figura 8- Corte VL/VP



Figura 9- Dente seccionado



Figura 10- Micrótomo

Em cada espécime, com recurso a instrumentos manuais procedeu-se à limpeza da camara pulpar, sendo a mesma selada com cola cianocrilato Zapit (figura 19) (Dental Ventures of America, Corona, CA, USA).

De seguida, foi efetuada a simulação da *Smear layer* no esmalte, através de discos abrasivos de SiC de 600 grit (Buehler, Lake Bluff, IL, USA), por um período de 60

segundos, sob água corrente, numa máquina polidora LaboPol-4 (Struers, Ballerup, Dinamarca) (figura 15).

Posteriormente o sistema adesivo selecionado para cada grupo foi aplicado em cada uma das faces, com o protocolo *Etch-and-rinse*, de acordo com as instruções do fabricante (tabela 3). Foi aplicado ácido ortofosfórico a 37% na superfície de esmalte, durante 15 segundos, sendo em seguida lavado abundantemente com água destilada e seca a superfície com um jato de ar até ficar completamente seco.

De seguida, foram efectuados blocos de resina composta de aproximadamente 6 a 8 mm de altura (figura 11, 12 e 13) e fotopolimerizados a cada 2 mm durante 40 segundos. O fotopolimerizador utilizado foi o fotopolimerizador Optilux 501 (Kerr, Midleton, Wi, EUA) (figura 14) com a intensidade de  $600 \text{ mW/cm}^2$ , sendo este controlado a cada 10 utilizações por intermedio de um radiómetro Optilux Radiometer (SDS Kerr, Orange, EUA).



Figura 11- Corte sagital do dente com incremento de resina



Figura 13- Metade de dente com incrementos de resina



Figura 12- Metade de dente com incrementos de resina



Figura 14- Fotopolimerizador Optilux 501 (Kerr, Midleton, Wi, EUA)



Figura 15- Máquina polidora LaboPol-4 (Struers, Ballerup, Dinamarca)

A resina composta utilizada neste estudo foi a Filtek™ Z250 (3M ESPE), aplicada, também, de acordo com as instruções do fabricante (tabela 3).

<b>Material</b>	<b>Instruções do fabricante</b>
<b>Scotchbond Universal</b>	<ol style="list-style-type: none"><li>1 – Aplicar o adesivo na superfície do dente e esfregar durante 20 segundos.</li><li>2 – Secar delicadamente o adesivo por cerca de 5 segundos de forma a evaporar o solvente.</li><li>3 – Fotopolimerizar durante 10 segundos.</li></ol>
<b>Futurabond Universal</b>	<ol style="list-style-type: none"><li>1 – Ativar um blister <i>Singledose</i></li><li>2 – Perfurar a folha do compartimento de mistura</li><li>3 – Alargar a abertura e misturar o adesivo com movimentos circulares até obter um material homogêneo</li><li>4 – Aplicar o adesivo em toda a superfície</li><li>5 – Deixar atuar durante 20 segundos, esfregando a superfície</li><li>6 – Secar com jato de ar durante 5 segundos</li><li>7 – Fotopolimerizar durante 10 segundos</li></ol>
<b>Ambar Universal</b>	<ol style="list-style-type: none"><li>1 - Aplicar duas camadas do adesivo - uma gota para cada - nas superfícies do dente levemente húmido. A primeira camada deve ser aplicada friccionando vigorosamente o adesivo com o <i>microbrush</i> embebido com o produto durante 10 segundos.</li><li>2 - Aplicar a segunda camada de adesivo, procedendo o espalhamento seguido de leve jato de ar por 10 segundos para evaporação do solvente.</li><li>3 – Fotopolimerizar por 10 segundos.</li></ol>
<b>Filtek Z250</b>	<ol style="list-style-type: none"><li>1 – Aplicar incrementos de 2mm</li><li>2 – Fotopolimerizar durante 20 segundos</li></ol>

Tabela 3- Material usado e instruções do fabricante

Por fim, os espécimes foram armazenados em água destilada à temperatura de 37°C durante 24 horas numa estufa de incubação (Memmert INE 400, Schwabach, Alemanha) (figura 16).



Figura 16- Estufa Memmert INE 400 (Schwabach, Alemanha)

Passadas 24 horas, os espécimes foram retirados da estufa e pintados na sua superfície em quadrantes (figura 17) (preto- 1º quadrante; vermelho- 2º quadrante; azul- 3º quadrante e verde- 4º quadrante).



Figura 17- Amostra pintada por quadrante

Cada metade dos espécimes foram seccionados nos sentidos x e y, terminando com um corte paralelo ao longo eixo do dente, por forma em obter palitos de  $1 \text{ mm}^2 \pm 0.2$  (figura 18), através do micrótomo de tecidos duros Accutom-50 (Struers A/S, Ballerup, Dinamarca).



Figura 18- Amostras em palitos

#### 4.-Teste de microtração

Os palitos obtidos foram fixados em *Jigs* metálicos (figura 20) através de uma cola de cianocrilato Zapit (figura 19) (Dental Ventures of America, Corona, CA, USA) pelas suas extremidades e testados com forças de tração, à velocidade de 0.5 mm/min, numa máquina de testes universais (figura 22) (Shimadru Autograph AG-IS, Tokyo, Japan) até ocorrer a fratura, sendo este valor registado em kN (figura 20,21).



Figura 19- Cola de cianocrilato Zapit



Figura 20- Palito colado no *Jig*



Figura 21- *Jig* com palito submetido a força de tração





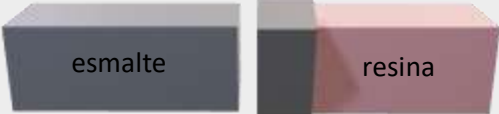



Figura 22- Máquina de Testes Universais

Após a fratura, foram medidos os lados x e y de cada palito junto à interface adesiva, com recurso a uma craveira digital de forma a determinar a área de cada palito em  $\text{mm}^2$  e assim se determinar a força adesiva em MPa.

A avaliação do tipo de fratura em cada palito foi feita através da Lupa Dustex master plus (Renfert, Hilzingen, Alemanha) estando a classificação das mesmas descritas na tabela 4.

Todas as falhas foram registadas, mas para a análise estatística foram unicamente contempladas as falhas adesivas.

Tabela 4- Tipos de fratura

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

Foram, também, determinados os pH dos adesivos com auxílio de medidor de pH Basic 20 HANNA (Limena, Itália) (figura 23).



Figura 23- Medidor pH Basic

Os valores do pH dos adesivos encontram-se na tabela 2.

A análise estatística foi efetuada através do programa IBM SPSS (*Statistical Package for the Social Sciences*) para um nível de significância de  $p=0,05$ .

## IV- RESULTADOS

Mediu-se a força de tração em diferentes palitos de esmalte provenientes da mesma unidade de observação (dente,  $n = 15$ ). Esta medição foi repetida de modo sistemático, pelo que os efeitos de eventuais correlações não nulas e de variâncias heterogêneas, introduzidas pelos resultados obtidos em palitos da mesma unidade de observação, devem ser controlados na análise de dados.

Nesse sentido, ajustaram-se vários modelos lineares de tipo misto (MM) aos dados, os quais combinam o efeito fixo do fator independente considerado (tipo de adesivo: SB – Scotchbond Universal, FUT – Futurabond Universal e AMBAR) e os efeitos aleatórios na estrutura de covariância dos resíduos.

A utilização de MM requer que a estrutura de covariância entre as observações repetidas seja conhecida, cuja selecção se baseia numa análise prévia de gráficos de dispersão. Esta inspeção gráfica, efectuada considerando o máximo de 10 palitos por dente e os valores representados na Tabela 5, sugeriu uma estrutura de covariância homogênea (Gráfico 1).

Foram consideradas as seguintes estruturas: Auto-regressiva de 1ª ordem (AR1); Auto-Regressiva de média móvel (ARMA), Simetria Composta (CS), Identidade (SI) e Toeplitz. A qualidade do ajustamento obtido com as diferentes matrizes foi avaliada usando os critérios de informação de Akaike (AIC), Hurvich e Tsai (AICC), Bozdogan (CAIC) e de Bayes e Schwarz (BIC), em que valores mais baixos denotam melhor ajustamento (Tabela 6).

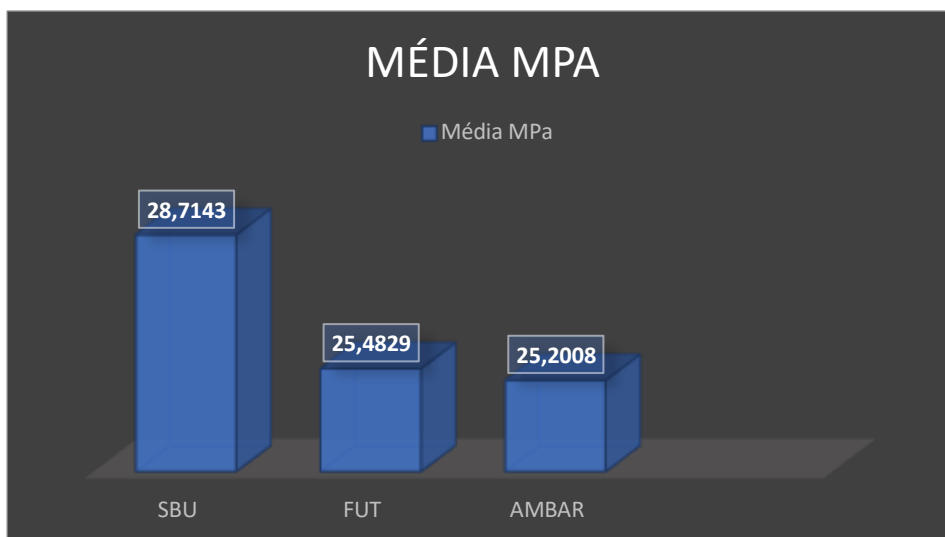


Gráfico 1- Médias dos valores de MPA

Tabela 5- Estatística descritiva dos valores de tração

Adesivo	N	Minimum	Maximum	Mean	Std. Deviation	
SB	Tração	44	4,65	50,22	28,7143	10,69693
	Valid N (listwise)	44				
FUT	Tração	45	7,84	51,80	25,4829	9,78851
	Valid N (listwise)	45				
AMBAR	Tração	48	11,84	51,31	25,2008	10,04035
	Valid N (listwise)	48				

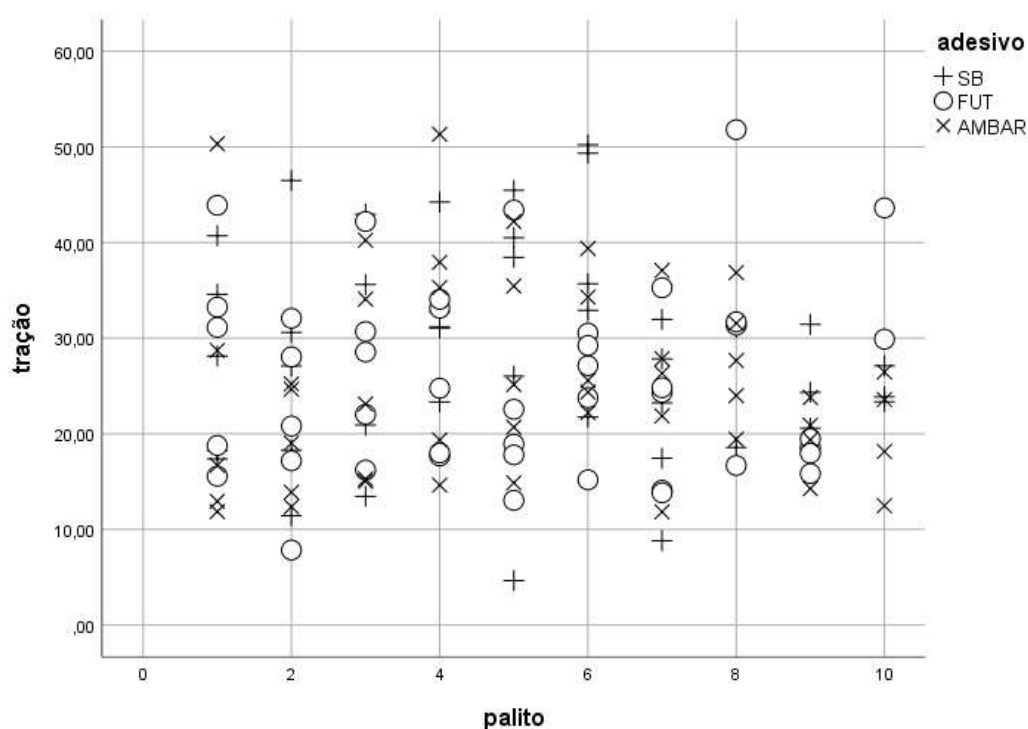


Gráfico 2- Dispersão dos valores de tração nos 3 tipos de adesivos e diferentes palitos considerados

A tabela 6 mostra os valores dos critérios de avaliação para os diferentes tipos de estruturas, sugerindo que o melhor ajustamento é obtido com uma matriz de covariância Identidade (SI).

Tabela 6- Critérios de avaliação para estruturas de covariâncias homogêneas

	AR(1)	ARMA(1)	CS	SI	Toeplitz
<b>-2 Restricted Log Likelihood</b>	1011,671	1011,584	1012,847	1013,490	1003,526
<b>Akaike's Information Criterion (AIC)</b>	1015,671	1017,584	1016,847	1015,490	1023,526
<b>Hurvich and Tsai's Criterion (AICC)</b>	1015,762	1017,769	1016,938	1015,520	1025,315
<b>Bozdogan's Criterion (CAIC)</b>	1023,466	1029,277	1024,642	1019,387	1062,505
<b>Schwarz's Bayesian Criterion (BIC)</b>	1021,466	1026,277	1022,642	1018,387	1052,505

A tabela 7 apresenta os resultados dos testes univariados ao efeito do fator adesivo sobre a força de tração, aplicados usando a matriz Identidade para estrutura de covariâncias, mostrando que não se detetam diferenças significativas na força de tração entre os adesivos considerados.

Tabela 7- Testes univariados ao efeito do fator adesivo

Source	Numerator df	Denominator df	F	Sig.
Intercept	1	134	925,562	,000
adesivo	2	134	1,654	,195

a. Dependent Variable: tração.

## V- DISCUSSÃO

O uso clínico de restaurações diretas com resina tem vindo a aumentar, como resultado do desenvolvimento de novos sistemas adesivos e suas formas de aplicação. O maior desafio dos sistemas adesivos atuais é permitir uma adesão eficaz a diferentes substratos dentários (Takeda *et al*, 2019; Nagarkar *et al*, 2019).

Os sistemas adesivos universais, ou *Multi-mode*, permitem ao profissional selecionar a técnica adesiva mais apropriada em consultório: *Etch-and-rinse*, *Self-etch* ou *Selective enamel etching* (Nagarkar *et al*, 2019).

Inúmeros estudos *in vitro* demonstraram que os sistemas Adesivos Universais apresentam melhores valores de resistência adesiva ao esmalte sob o protocolo *Etch-and-rinse* em comparação com o protocolo *Self-etch* (Nagarkar *et al*, 2019; Vermelho *et al*, 2017; Pouyanfar, *et al* 2018). Por essa razão foi utilizado no presente estudo o protocolo *Etch-and-Rinse* para avaliar a resistência adesiva ao esmalte dos sistemas adesivos universais estudados.

Cuevas-Suárez, *et al* (2019), avaliaram, através de uma revisão sistemática e meta-análise, se a *performance* a curto e a longo prazo de sistemas adesivos universais é melhor com o condicionamento ácido prévio. Concluíram, que a *performance* de um sistema adesivo universal está associada ao seu pH, ao substrato onde o mesmo é utilizado e ao protocolo utilizado: *Self-etch* ou *Etch-and-rinse*. No esmalte, independentemente do pH que o adesivo possui, a força adesiva é maior quando é feito o condicionamento prévio do esmalte, ou seja, sob o protocolo *Etch-and-rinse*. As recomendações de Cuevas-Suárez, *et al*, após os resultados obtidos nesta revisão, são que a utilização do protocolo *Selective enamel etching*, seguido da aplicação de um adesivo universal *Mild*, aparenta ser a melhor escolha para obter uma adesão duradoura ao substrato.

No presente estudo, avaliou-se a resistência adesiva por microtração ( $\mu$ TBS), após 24h, de três sistemas adesivos universais, dois dos quais contendo Bis-GMA, Scotchbond Universal (3M ESPE, St Paul, USA) e Futurabond® U *SingleDose* (VOCO GmbH, Cuxhaven, Alemanha), e um sem Bis-GMA na sua composição (Ambar Universal APS (DentscareSCARE Ltda, Brasil)), segundo o protocolo *Etch-and-rinse*.

A resistência adesiva foi avaliada através de um teste de microtração, que irá permitir avaliar as áreas de fratura de palitos de 1mm<sup>2</sup>, e como já antes descrito, permitirá a diminuição de ocorrência de fraturas coesivas devido a apresentarem melhor distribuição do *stress* na interface adesiva (Scherrer *et al*, 2010; Amstrong *et al*, 2010).

As falhas coesivas, tanto de resina como do substrato dentário, não são dados representativos da resistência na interface adesiva. Unicamente as falhas adesivas (falhas na interface adesiva) foram consideradas para o cálculo da resistência da união adesiva (Scherrer *et al*, 2010). Neste estudo, foi utilizada a mesma metodologia, sendo apenas contempladas as falhas adesivas para o cálculo da resistência adesiva em MPa.

Após avaliação estatística, não se verificaram diferenças significativas na resistência adesiva dos três sistemas adesivos estudados ( $p=0,195$ ), sendo o adesivo Scotchbond Universal o que obteve uma média dos valores de MPa mais elevados aceitando assim a hipótese nula e rejeitando-se a hipótese alternativa.

Na revisão bibliográfica efetuada, verificou-se que existem muito poucos estudos relativos à eficácia adesiva ao esmalte dos sistemas adesivos universais.

Só foi possível encontrar um número reduzido de estudos que incluíssem os adesivos universais utilizados neste trabalho e que avaliassem a resistência adesiva por microtração passadas 24h de aplicação do adesivo no esmalte. Desta forma, a comparação de resultados com outros estudos foi dificultada. Tendo em consideração este facto, foram analisadas investigações que, de alguma forma, se relacionassem com alguns fatores presentes neste estudo.

Os adesivos universais possuem a particularidade de não necessitarem da etapa de condicionamento ácido, devido à sua composição que contém monómeros acídicos. A maioria contém um monómero funcional, o 10-MDP, ou outros, tais como 4-META, GPDM, PENTA, 4-MET. Estes monómeros permitem que os adesivos universais sejam aplicados em diversas técnicas, como já antes descrito. Apesar disso, adicionar o condicionamento ácido prévio no esmalte, tem vindo a ser comprovado, em estudos *in vitro*, que aumenta a resistência adesiva tanto dos adesivos universais como dos *Self-etch* (Jacker-Guhr *et al*, 2019).

Os sistemas adesivos têm sido constantemente reformulados e melhorados de forma a lidar com as desvantagens que surgem e com as suas falhas. Apesar do sucesso



que o componente Bis-GMA trouxe a nível dos materiais dentários, tais como os adesivos, alguns médicos consideraram preocupante o seu uso, uma vez que a libertação de Bisfenol A, presente na composição destes monómeros, poderá ser prejudicial à saúde, tendo sido considerados por alguns como estrogénicos (Söderholm, 1999; Takeda *et al*, 2019).

Assim, torna-se importante estudar adesivos que tragam alterações a estas problemáticas, como por exemplo, adesivos sem Bis-GMA na sua composição, como é o caso do adesivo Ambar Universal APS usado neste estudo.

A classificação dos adesivos de acordo com a sua acidez varia de *Strong* ( $\text{pH} \leq 1$ ), que permite uma interação de alguns micrómetros profundos na dentina e esmalte, *Intermediately Strong* ou Moderado ( $1 < \text{pH} < 2$ ), permitindo uma interação até 1-2 $\mu\text{m}$  de profundidade, *Mild* ( $\text{pH} \approx 2$ ), permitindo uma interação à profundidade de 1 $\mu\text{m}$ , e, por último, *Ultra-mild* ( $\text{pH} > 2.5$ ), que permite a formação de uma área de interação nanométrica profunda. O grau de desmineralização do esmalte e a sua interação com a *Smear layer*, irá depender da agressividade do adesivo, do pH e da sua composição química (Sezinando, 2014).

Comparando os resultados obtidos entre os três adesivos universais estudados, apesar de não se terem verificado diferenças significativas na adesão ao esmalte, o adesivo Scotchbond Universal foi o que apresentou uma média de valores superior de resistência adesiva. Este aspeto pode dever-se por um lado ao pH do adesivo (considerado *Ultra-mild*) e por outro à composição com 10-MDP e um co-polímero de ácido polialquenoico que se liga aos iões de cálcio da hidroxiapatite, contribuindo para uma estabilidade a longo termo (Nagarkar *et al*, 2019). O adesivo Futurabond U é considerado um adesivo *Mild*, face ao seu pH e na sua composição encontra-se também o 10-MDP. O Adesivo Ambar Universal Aps possui na sua composição 10-MDP e face às nossas medições do pH, é considerado um adesivo *Ultra-mild*.

O facto da performance dos três adesivos aqui estudados ter sido semelhante, pode dever-se ao facto dos adesivos Universais promoverem uma interação química específica, capaz de permitir uma adesão mais estável e duradoura. O 10-MDP é capaz de estabelecer uma interação química muito forte e estável com a hidroxiapatite, a partir da formação de complexos estáveis de cálcio-fosfato. A forte interação química estabelecida entre o 10-MDP e a hidroxiapatite é atribuída à dissolução superficial da hidroxiapatite, induzida pela adsorção de 10-MDP e, subsequente deposição de sais de 10-MDP-Ca na

hidroxiapatite com menor solubilidade do que os sais produzidos por outros monómeros. Esta ligação de 10-MDP-Ca na hidroxiapatite, foi demonstrada contribuir na durabilidade e também na melhoria do desempenho inicial da ligação dos adesivos *Self-etch* (Wang *et al*, 2017; Carrilho *et al*, 2019).

Carrilho *et al* (2019), avaliaram, a partir de uma revisão sistemática de literatura, as diferenças entre as interfaces adesivas produzidas por sistemas adesivos que têm na sua composição 10-MDP e entre outros adesivos. Também avaliaram a resistência adesiva e a estabilidade adesiva de adesivos que contêm 10-MDP, comparando com outros sistemas/monómeros funcionais. Após a revisão de 72 referências, concluíram que ao escolher um sistema adesivo, a presença do monómero 10-MDP no mesmo é favorável, devido à sua estrutura molecular, que potencia a adesão, à sua hidrofobicidade e às características da interface adesiva que favorecem uma adesão duradoura e resistente. Constataram, também, que para melhor aproveitamento destes sistemas adesivos, o protocolo *Selective enamel etching* e uma boa técnica de ativação, devem ser aplicados, de forma a permitir uma melhoria na infiltração dos monómeros e criar uma adesão estável. Deve-se também dar tempo para a solução infiltrar, hibridizar e formar o complexo 10-MDP-Ca, de forma a proteger as fibras de colagénio e aumentar a estabilidade adesiva.

No entanto, apesar dos fabricantes fornecerem a informação dos componentes de cada adesivo, não temos informação da quantidade/proporções de cada componente nos mesmos. Assim, apesar de conterem os mesmos componentes, a sua formulação pode diferir nas proporções, influenciando assim os valores da resistência adesiva no substrato estudado.

As diferenças na performance dos *Self-etch primers* não podem ser unicamente explicadas pela diferença no pH. O poder da desmineralização também depende de inúmeros fatores, tais como o pKa, a estrutura dos componentes do *primer*, a solubilidade dos sais formados, e o tempo de aplicação, a ação não vai somente depender dos monómeros acídicos, mas também da concentração dos mesmos (Britta *et al*, 2009).

Vermelho *et al* (2017), através de um estudo *in vitro* acerca da adesão ao esmalte com adesivos universais, comprovou que a resistência adesiva era maior no esmalte, usando o adesivo Scotchbond, em conjugação com o protocolo *Etch-and-rinse* em comparação com o protocolo *Self-etch*, após as 24h. Nesse estudo, avaliaram a resistência

adesiva de adesivos universais no esmalte e na dentina, após condicionamento ácido (protocolo *Etch-and-rinse*) e sem condicionamento ácido (protocolo *Self-etch*), após 24h e após 1 ano. Comprovaram que com a utilização do ácido ortofosfórico, obtiveram melhores valores de resistência adesiva após 24h, quando em comparação com o protocolo *Self-etch*. Comprovaram também, que aplicando o protocolo *Self-etch*, após 1 ano, os valores eram mais baixo que no protocolo *Etch-and-rinse*.

Comparando os resultados obtidos no estudo de Vermelho *et al* (2017) para o adesivo Scotchbond Universal, quando aplicado no esmalte às 24h, verifica-se que o valor médio de resistência adesiva encontrados pelos autores foi muito superior ao obtido no presente estudo para o mesmo adesivo e sob as mesmas condições de avaliação. Esta discrepância de valores pode dever-se a diferenças de metodologias, tais como a dimensão das amostras; a secagem dos adesivos ou os padrões de condicionamento do ácido.

Por outro lado, é importante ter em conta alguns fatores clínicos, tais como a idade do doente, fatores ambientais, e a região do próprio esmalte, podendo levar a pequenas diferenças nas características do esmalte e influenciar a habilidade do condicionamento ácido no processo de desmineralização. Neste estudo os adesivos foram aplicados nas faces distal e mesial dos molares, tal como no estudo de Vermelho *et al*, sendo que, nestas regiões, os prismas do esmalte são orientados perpendicularmente, pelo que a adesão se torna mais difícil de ser conseguida nas laterais dos prismas. Tendo como objetivo superar e compensar algumas falhas dos adesivos de *single-step*, várias abordagens foram recomendadas, tais como aumentar a durabilidade através do condicionamento ácido ou reforço da camada adesiva, usando um adesivo hidrofóbico ou várias aplicações adesivas (Britta *et al* 2009; Fujiwara *et al*, 2018).

Também os testes de microtração no esmalte, podem originar falhas, sob níveis de carga relativamente baixos, devido à fragilidade intrínseca do próprio esmalte, e ao grande stress mecânico. Como o esmalte é um substrato dentário muito frágil, os defeitos estruturais são facilmente introduzidos e podem enfraquecer a interface adesiva, e conseqüentemente, diminuir os valores de resistência adesiva registados, devido a uma rápida propagação na interface de um esmalte nucleado com defeito (Sadek *et al*, 2005).

Os resultados inferiores obtidos na resistência adesiva no esmalte, podem dever-se possivelmente a estas razões. Além disso, a maior percentagem de falhas prematuras

no esmalte, em comparação com a dentina, demonstra que o seu aspeto é naturalmente frágil e quebradiço, e que este pode ser facilmente quebrado durante os procedimentos de corte (Sadek *et al*, 2005).

Quanto ao adesivo Futurabond U, ainda não se encontra publicado nenhum estudo sobre o seu desempenho na resistência adesiva ao esmalte através da microtração. Unicamente existem estudos publicado sobre o seu comportamento quando aplicadas forças de cisalhamento (Loguercio *et al*, 2015; Cardenas *et al*, 2016), que apesar de serem metodologias diferentes, ambas estudam a resistência adesiva.

Em relação ao adesivo Ambar Universal APS, por se tratar de um adesivo muito recente, introduzido no mercado há pouco tempo, ainda não se encontra publicado também nenhum estudo sobre o seu desempenho. No presente estudo, os valores de MPa obtidos no esmalte com o adesivo Ambar Universal APS, encontram-se abaixo de valores médios publicados por outros autores para outros adesivos universais quando aplicados sobre as mesmas condições e metodologia (Vermelho *et al*, 2017).

Ainda relacionado com o adesivo Ambar Universal APS, apenas se encontrou um estudo de Gutiérrez *et al* (2019), onde os mesmos avaliaram as propriedades biológicas, mecânicas e adesivas do adesivo Ambar Universal, utilizando uma metodologia semelhante à do presente estudo, mas na dentina.

Em forma de conclusão, tendo em conta que neste estudo o objetivo foi avaliar a performance adesiva de três adesivos, dois com Bis-GMA na sua composição e um sem Bis-GMA na sua composição, e que os resultados obtidos demonstraram não haver diferenças significativas entre as performances dos três adesivos, podemos concluir que mais estudos devem ser realizados.

## VI- CONCLUSÃO

Apesar das limitações deste estudo *in vitro*, podemos concluir que:

1- Os três sistemas adesivos Universais estudados (Scotchbond Universal, Futurabond U e Ambar Universal APS) não apresentam diferenças significativas entre si;

2- O sistema adesivo universal sem Bis-GMA estudado, é semelhante em termos de resistência adesiva ao esmalte aos restantes sistemas adesivos com Bis-GMA estudados.

Perante os resultados obtidos é aceite a hipótese nula e rejeitada a hipótese alternativa.

Perspetivas futuras:

Perante os resultados obtidos e tendo em conta que ainda não existem estudos publicados sobre o adesivo Ambar Universal APS devem continuar a ser realizados estudos que avaliem:

- A resistência adesiva, à dentina e ao esmalte, do sistema adesivo Ambar Universal APS;

- Avaliar a contração de polimerização e à taxa de conversão do adesivo Ambar Universal APS, devido ao facto de não conter Bis-GMA na sua composição

*Estudo In Vitro Da Resistência Adesiva Ao Esmalte, Por Microtração, De Um Sistema Adesivo Universal Comercial Sem Bis-Gma E De Sistemas Adesivos Universais Comerciais.*

## BIBLIOGRAFIA

- Armstrong, S., Geraldeli, S., Maia, R., Raposo, L., Soares, C. & Yamagawa, J. (2010). Adhesion to tooth structure: A critical review of “micro” bond strength test methods. *Dental Materials*, 26: e50-e62. Doi: 10.1016/j.dental.2009.11.155.
- Armstrong, S., Breschi, L., Özcan, M., Pfefferkorn, F., Ferrari, M. & Van Meerbeek, B. (2017). Academy of Dental Materials guidance on in vitro testing of dental composite bonding effectiveness to dentin/enamel using micro-tensile bond strength ( $\mu$ TBS) approach. *Dental Materials*, 33: I33-I43. Doi: 10.1016/j.dental.2016.11.015.
- Arola, D., Gao, S., Zhang, H. & Masri, R. (2017). The Tooth: Its Structure and Properties. *Dent Clin North Am.*; 61(4): 651-668. Doi: 10.1016/j.cden.2017.05.001.
- Anusavice, K. J., Phillips, R. W., Shen, C., & Rawls, H. R. (2013). *Phillips' science of dental materials*. St. Louis, Mo: Elsevier/Saunders.
- Avery, J. K. (2002). *Oral development and histology*. Stuttgart: Thieme.
- Avery, J. K., & Chiego, D. J. (2006). *Oral Histology and Embriology*. 3rd Edition, St Louis, MO: Elsevier.
- Bakhsh, T., Altouki, N., Baesa, L., Baamer, R., Alshebany, R., Nato, Z., Nasir, A., Turkistani, A., Hasanain, F. & Naguib, G. (2019). Effect of self-etch adhesives on the internal adaption of composite restoration: a CP-OCT Study. *Odontology*; 107: 165-173. Doi: 10.1007/s10266-018-0381-2.
- Breschi, L., Maravic, T., Cunha, S., Comba, A., Cadenaro, M., Tjäderhene, L., Pashley, D., Tay, F. & Mazzoni, A. (2018). Dentin bonding systems: From dentin collagen structure to bond preservation and clinical applications. *Dental Materials*, 34: 78-96. Doi: 10.1016/j.dental.2017.11.005.
- Britta, L., Martins, M & França, F. (2009). Influence of Different Primer Application Times On Bond Strength of Self-etching Adhesive Systems to Unground Enamel. *Operative Dentistry*, 34(1): 43-50. Doi: 10.2341/08-35
- Cardenas, A., Siqueira, F., Rocha, J., Szesz, A., Anwar, M., El-askary, F., Reis, A. & Loguercio, A. (2016). Influence of Conditioning Time of Universal Adhesives on

- Adhesive Properties and Enamel-Etching Pattern. *Operative Dentistry*, 41(5): 481-490. Doi: 10.2341/15-213-L.
- Carrilho, E., Cardosos, M., Ferreira, M., Marto, C., Paula, A. & Coelho, A. (2019). 10-MDP Based Dental Adhesives: Adhesive Interface Characterization and Adhesive Stability – A Systematic Review. *Materials*: 12(790): 1-18. Doi: 10.3390/ma12050790.
- Coelho, A., Canta, J., Martins, J., & Oliveira, S. (2012). Perspetiva histórica e conceitos atuais dos sistemas adesivos amelodentinários – revisão da literatura. *Rev Port Estomatol Med Dent Cir Maxilofac*; 53(1): 39-46. Doi: 10.1016/j.rpemd.2011.11.008.
- Colombo, S., Beretta, M., Ferrazzano, G. & Paglia, L. (2018). Dental Sealants Part 4: Bisphenol A: What dentists should know. *European Journal of Paediatric Dentistry*, 19(4): 333-334. Doi: 10.23804/ejpd.2018.19.04.15
- Cuevas-Suárez, C., Rosa, W., Lund, R., Silva, A. & Piva, E. (2019). Bonding Performance of Universal Adhesives: An Updated Systematic Review and Meta-Analysis. *J Adhes Dent*, 21(1):7-26. Doi: 10.3290/j.jad.a41975.
- Daneshkazemi, P., Ghasemi, A., Daneshkazemi, A. & Shafiee, F. (2018). Evaluation of micro shear bonding strength of two universal dentin bondings to superficial dentin by self etch and etch-and-rinse strategies. *J Clin Exp Dent*; 10(9): e837-43. Doi: 10.4317/jced.54740.
- De Munk, J., Van Landuyt, K., Peumans, M., Poitevin, A., Lambrechts, P., Braem, M. & Van Meerbeek, B. (2005). A Critical Review of the Durability of Adhesion to Tooth Tissue: Methods and Results. *J Dent Res*, 84(2): 118-132.
- Ferracane, J. L. (2001). *Materials in dentistry: principles and applications*. Baltimore, Maryland, USA : Lippincott Williams & Wilkins.
- Fraunhofer, J. (2012). Adhesion and Cohesion. *International Journal of Dentistry*, 1-8. Doi: 10.1155/2012/951324.
- Fujiwara, S., Takamizawa, T., Barkmeier, W., Tsujimoto, A., Imai, A., Watanabe, H., Erickson, R., Latta, M., Nakatsuka, T. & Miyazaki, M. (2018). Effect of double-layer application on bond quality of adhesive systems. *Journal of the Mechanical*



- Behavior of Biomedical Materials*, 77: 501-509. Doi: 10.1016/j.jmbbm.2017.10.008.
- Garbui, B., Azevedo, C. & Matos, A. (2013). Microtensile Bond Strength Test: A Literature Review. *Rev. Odontol.*; 25(1): 47-57.
- Gutiérrez, M., Alegría-Acevedo, L., Méndez-Bauer, L., Bermudez, J., Dávila-Sánchez, A., Buvinic, S., Hernández-Moya, N., Reis, A., Loguercio, A., Farago, P., Martin, J. & Fernández, E. (2019). Biological, mechanical and adhesive properties of universal adhesives containing zinc and copper nanoparticles. *Journal of Dentistry*; 82: 45-55. Doi: 10.1016/j.jdent.2019.01.012.
- Hanabusa, M., Mine, A., Kuboki, T., Momoi, Y., Van Ende, A., Van Meerbeek, B. & De Munck, J. (2012). Bonding effectiveness of a new 'multi-mode' adhesive to enamel and dentine. *Journal of Dentistry*; 40: 475-484. Doi: 10.1016/j.jdent.2012.02.012.
- He, J. & Kopperud, H. (2018). Preparation and characterization of Bis-GMA-free dental composites with dimethacrylate monomer derived from 9,9-Bis[4-(2-hydroxyethoxy)phenyl] fluorene. *Dental Materials*, 34: 1003-1013. Doi: 10.1016/j.dental.2018.03.007.
- Heymann, H., Swift, E. J., Ritter, A. V., & Sturdevant, C. M. (2013). *Sturdevant's art and science of operative dentistry*. St. Louis, Mo: Elsevier/Mosby.
- Jacker-Guhr, S., Sander, J. & Luehrs, A.K. (2019). How "Universal" is Adhesion? Shear Bond Strength of Multi-mode Adhesives to Enamel and Dentin. *J Adhes Dent*, 21(1): 87-95. Doi: 10.3290/j.jad.a41974.
- Kugel, G. & Ferrari, M. (2000). The Science of Bonding: From First to Sixth Generation. *JADA*, 131: 21s-25s.
- Lacruz, R., Habelitz, S., Wright, J. & Paine, M. (2017). Dental Enamel Formation and Implications For Oral Health and Disease. *Physiol Rev*; 97: 939-993. Doi: 10.1152/physrev.00030.2016.
- Lawson, N., Robles, A., Fu, CC., Lin, C., Sawlani, K. & Burgess, J. (2015). Two-year clinical trial of a universal adhesive in total-etch and self-etch mode in non-carious cervical lesions. *J Dent*, 43(10): 1229-1234. Doi: 10.1016/j.jdent.2015.07.009.

- Loguercio, A., Muñoz, M., Luque-Martinez, I., Hass, V., Reis, A. & Perdigão, J. (2015). Does active application of universal adhesives to enamel in self-etch mode improve their performance? *Journal of Dentistry*, 43(9): 1060-1070. Doi: 10.1016/j.jdent.2015.04.005.
- Lynch, C., O'Sullivan, V., Dockery, P., McGillicuddy, C. & Sloan, A. (2010). Hunter-Schreger Band patterns in human tooth enamel. *J.Anat.*; 217: 106-115. Doi: 10.1111/j.1469-7580.2010.01255.x.
- Nagarkar, S., Theis-Mahon, N. & Perdigão, J. (2019). Universal dental adhesives: Current status, laboratory testing, and clinical performance. *J Biomed Mater Res B*. 00(B): 1-11. Doi: 10.1002/jbm.b.34305.
- Nanci, A., & Ten, C. A. R. (2012). *Ten Cate's oral histology: Development, structure, and function*. St. Louis, Mo: Mosby.
- Papadogiannis, D., Dimitriadi, M., Zafiropoulou, M., Gaintantzopoulou, MD. & Eliades, G. (2019). Universal Adhesives: Setting Characteristics and Reactivity with Dentin. *Materials*; 12(10): 1-16. Doi: 10.3390/ma12101720.
- Pashley, D., Tay, F., Breschi, L., Tjäderhane, L., Carvalho, R., Carrilho, M. & Tezvergil-Mutluay, A. (2011). State of the art etch-and-rinse adhesives. *Dental Materials*; 27: I-I6. Doi: 10.1016/j.dental.2010.10.016.
- Pouyanfar, H., Tabaii, E., Aghazadeh, S., Nobari, S. & Imani, M. (2018). Microtensile Bond Strength of Composite to Enamel Using Universal Adhesive with/without Acid Etching Compared To Etch and Rinse and Self-Etch Bonding Agents. *Open Access Maced J Med Sci*; 6(11): 2186-2192. Doi: 10.3889/oamjms.2018.427.
- Rosa, W., Piva, E. & Silva, A. (2015). Bond strength of universal adhesives: A systematic review and meta-analysis. *Journal of Dentistry*; 43: 765-776. Doi: 10.1016/j.jdent.2015.04.003.
- Sadek, F., Monticelli, F., Muench, A., Ferrari, M & Cardoso, P. (2005). A Novel Method to Obtain Microtensile Specimens Minimizing Cut Flaws. *Journal of Biomedical Materials Research Part B: Applied Biomaterials*:7-14. Doi: 10.1002/jbm.b.30447.

- Sai, K., Takamizawa, T., Imai, A., Tsujimoto, A., Ishii, R., Barkmeier, W., Latta, M. & Miyazaki, M. (2018). Influence of Application Time and Etching Mode of Universal Adhesives on Enamel Adhesion. *J Adhes Dent*; 20(1): 65-77. Doi: 10.3290/j.jad.a39913.
- Sarr, M., Benoist, F. L., Bane, K., Aidara, A. W., Seck, A., & Toure, B. (2018). Bonding effectiveness of self-etch adhesives to dentin after 24 h water storage. *Journal of conservative dentistry : JCD*, 21(2), 142–146. doi:10.4103/JCD.JCD\_257\_17.
- Scherrer, S., Cesar, P. & Swain, M. (2010). Direct comparison of the bond strength results of the different test methods: A critical literature review. *Dental Materials*, 26: e78-e93. Doi: 10.1016/j.dental.2009.12.002.
- Sezinando, A. (2014). Looking for the ideal adhesive – A review. *Revista Portuguesa de Estomatologia, Medicina Dentária e Cirurgia Maxilo Facial*, 55(4): 194-206. Doi: 10.1016/j.rpemd.2014.07.004.
- Shahmoradi, M., Bertassoni, L., Elfallah, H. & Swain (2014). M. Chapter 17 Fundamental Structure and Properties of Enamel, Dentin and Cementum. 511-547. Doi: [10.1007/978-3-642-53980-0\\_17](https://doi.org/10.1007/978-3-642-53980-0_17).
- Srivastava, R., Liu, J., He, C. & Sun Y. (2018). BisGMA analogues as monomers and diluents for dental restorative composite materials. *Materials Science & Engineering C*, 88: 25-31. Doi: 10.1016/j.msec.2018.01.011.
- Söderholm, KJ. & Mariotti, A. (1999). Bis-GMA – based resins in dentistry: are they safe?. *JADA*, 130, 201-209.
- Sofan, E., Sofan, A., Palaia, G., Tenore, G., Romeo, U. & Migliau, G. (2017). Classification review of dental adhesive systems: from the IV generation to the universal type. *Annali di Stomatologia*, VIII (1): 1-17.
- Sousa, J. & Moro, A. (2014). Primer Solvents: literature review. *Rev. bras. odontol.*, 71(1): 80-84.
- Takeda, M., Takamizawa, T., Imai, A., Suzuki, T., Tsujimoto, A., Barkmeier, W. Latta, M. & Miyazaki, M. (2019). Immediate enamel bond strength of universal adhesives to unground and ground surfaces in different etching modes. *Eur J Oral Sci*, 127: 351-360. Doi: 10.1111/eos.12626.

- Van Landuyt, K., Snauwaert, J., De Munck, J., Peumans, M., Yoshida, Y., Poitevin, A. & Van Meerbeek, B. (2007). Systematic review of the chemical composition of contemporary dental adhesives. *Biomaterials*, 28(26): 3757-3785.
- Van Meerbeek, B., De Munck, J., Yoshida, Y., Inoue, S., Vargas, M., Vijay, P., Van Landuyt, K., Lambrechts, P. & Vanherle, G. (2003). Adhesion to Enamel and Dentin: Current Status and Future Challenge. *Operative Dentistry*; 28(3): 215-235.
- Vasconcelos e Cruz, J., Brito, J., Polido, M., & Gonçalves, L. (2018). A new experimental adhesive system containing G-IEMA – physicochemical properties. *Journal of Adhesion Science and Technology*. Doi: 10.1080/01694243.2018.1539154.
- Vermelho, P., Reis, A., Ambrosano, G. & Gianni, M., (2017). Adhesion of multimode adhesives to enamel and dentin after one year of water storage. *Clin Oral Invest*, 21: 1707-1715. Doi: 10.1007/s00784-016-1966-1.
- Vinagre, A., & Ramos, J. (2016). Adhesion in Restorative Dentistry. Adhesives - Applications and Properties. doi:10.5772/65605
- Wagner, A., Wendler, M., Petschelt, A., Belli, R. & Lohbauer, U. (2014). Bonding performance of universal adhesives in different etching modes. *Journal of Dentistry*, 42: 800-807. Doi: 10.1016/j.jdent.2014.04.012.
- Wang, R., Shi, Y., Li, T., Pan, Y., Cui, Y. & Xia, W. (2017). Adhesive interfacial characteristics and the related bonding performance of four self-etching adhesives with different functional monomers applied to dentin. *Journal of Dentistry*, 62: 72-80. Doi: 10.1016/j.jdent.2017.05.010.
- Yadav, R. & Kumar, M. (2019). Dental restorative composite materials: A review. *Journal of Oral Biosciences*, 61: 78-83. Doi: 10.1016/j.job.2019.04.001.
- Yao, C., Ahmed, M., Yoshihara, K., Mercelis, B., Gré, C., Van Landuyt, K., Huang, C. & Van Meerbeek, B. (2019). Bonding to enamel using alternative Enamel Conditioner/Etchants. *Dental Materials*; 35(10): 1415-1429. Doi: 10.1016/j.dental.2019.07.022.
- Yin, M., Liu, F. & He, J. (2016). Preparation and characterization of Bis-GMA free dental resin system with synthesized dimethacrylate monomer TDDMMA derived from

tricyclo[5.2.1.0(2,6)]-decanedimethanol. *Journal of the mechanical behavior of bio medical materials*, 57: 157-163. Doi: 10.1016/j.jmbbm.2015.11.020.

ANEXOS

