



EGAS MONIZ SCHOOL
of HEALTH & SCIENCE

INSTITUTO UNIVERSITÁRIO
EGAS MONIZ

INSTITUTO UNIVERSITÁRIO EGAS MONIZ

MESTRADO INTEGRADO EM MEDICINA DENTÁRIA

INFLUÊNCIA DO PROTOCOLO DE APLICAÇÃO DE UM SISTEMA ADESIVO UNIVERSAL NA RESISTÊNCIA ADESIVA E MORFOLOGIA DA INTERFACE ENTRE DENTINA E ADESIVO – ESTUDO IN VITRO

Trabalho submetido por
Tiago da Conceição Rodrigues Lopes Pereira
para a obtenção do grau de Mestre em Medicina Dentária

novembro de 2023



EGAS MONIZ SCHOOL
of HEALTH & SCIENCE

INSTITUTO UNIVERSITÁRIO
EGAS MONIZ

INSTITUTO UNIVERSITÁRIO EGAS MONIZ

MESTRADO INTEGRADO EM MEDICINA DENTÁRIA

INFLUÊNCIA DO PROTOCOLO DE APLICAÇÃO DE UM SISTEMA ADESIVO UNIVERSAL NA RESISTÊNCIA ADESIVA E MORFOLOGIA DA INTERFACE ENTRE DENTINA E ADESIVO – ESTUDO IN VITRO

Trabalho submetido por
Tiago da Conceição Rodrigues Lopes Pereira
para a obtenção do grau de **Mestre** em Medicina Dentária

Trabalho orientado por
Professora Doutora Filipa Chasqueira

Trabalho coorientado por
Professora Doutora Joana Costa

novembro de 2023

Each one should test their own actions. Then they can take pride in themselves alone,
without comparing themselves to someone else.

Galatians 6:4-5

AGRADECIMENTOS

Um profundo e sentido agradecimento à Professora Doutora Filipa Chasqueira e Professora Doutora Joana Costa por me terem aceitado neste desafio final, e por todo o acompanhamento, disponibilidade e compromisso que me permitiu deixar um legado e uma lembrança.

Ao Professor Doutor José João Mendes e à Egas Moniz School of Health & Science pela formação académica e pelas funções não académicas que exerci ao longo do último ano. Ensinaaram-me a saber trabalhar, mas também a saber ter o discernimento de saber quando é preciso parar para descansar.

À minha Inês, namorada e parceira para a vida que levo daqui em diante, por me motivar a acabar a tese, e fomentando-me a começá-la e a findá-la. Pela sua paciência, pelo apoio nas horas de stress, por saber que acredita incondicionalmente em mim e por saber que a tese abrirá o meu futuro, mas que este será graças a ela também.

Aos meus pais, avô, avó, irmão e família, pelos valores, pelos exemplos que pude seguir e observar, pela vontade de um dia poder sentar-me à mesa e sentir-me tão *self-made* como eles. Que o que investiram em mim um dia frutifique e adoce ainda mais as nossas memórias vindouras.

Aos meus amigos AAIUEMICOS, Mariana, Isabel, Gonçalo e Guidinha por todas as memórias que deixámos nesta casa, e que vocês os dois irão continuar.

Ao Angel, Carlota e Catarina por serem os parceiros de festa, os primeiros amigos monizienses e as primeiras nostálgicas memórias que guardo da vivência académica.

Aos soldados, especialmente o Vlad, o Diogo, o Martinho, a Marta, Madalena e Rita por me acolherem num ambiente de irmandade, estarem sempre a meu lado e fazerem das vivências da faculdade algo tão valioso e memorável.

RESUMO

Objetivos: Avaliar laboratorialmente, às 24 h, o sistema adesivo universal (Futurabond® M+, VOCO, Cuxhaven, Alemanha), aplicado com diferentes protocolos de adesão à dentina, determinando os valores de resistência adesiva sob ação de forças de microtração (μ TBS) e analisando a ultramorfologia da interface adesiva com microscopia eletrônica de varrimento (MEV).

Materiais e Métodos: Utilizaram-se trinta molares humanos hígidos, distribuídos aleatoriamente por 3 grupos experimentais (n=10): **Grupo GC** (controlo) – Futurabond® M+, aplicado no modo *self-etch* (SE); **Grupo FB1** – Futurabond® M+, aplicado com *selective dentin etching* (SDE), condicionamento ácido de 3 s; **Grupo FB2** – Futurabond® M+, aplicado com SDE, aplicando três camadas adesivas com secagem intercalada e fotoativação final.

Removeu-se o esmalte oclusal e a raiz, num micrótomo de tecidos duros (Isomet 1000, Buehler® Ltd, Lake Bluff, IL, USA), foi utilizada uma fatia de dentina de cada dente. O adesivo foi aplicado, de acordo com o grupo experimental, e fotopolimerizado. Sobre a interface adesiva foi aplicada resina composta restauradora Filtek™ Z250 (3M™ ESPE, St. Paul, MN, EUA).

Os dentes restaurados foram seccionados em palitos ($\pm 1 \times 1 \text{ mm}^2$) e testados com μ TBS, até à falha, numa máquina de testes universal (Shimadzu Universal Testing Machine).

Os resultados foram analisados com ANOVA *one-way* e *post-hoc* de Tukey.

De cada dente foram selecionados aleatoriamente 2 palitos para análise ultramorfológica da interface com MEV.

Resultados: Verificaram-se diferenças estatisticamente significativas ($p = 0,03$) nas forças de resistência adesiva entre GC e FB1. GC-FB2 e FB2-FB1 não apresentaram diferença estatisticamente significativa ($p > 0,05$).

A interface adesiva revelou-se integra em todos os espécimes e o grupo FB1 Foi o que apresentou maior formação de prolongamentos de resina.

Conclusão: A aplicação de uma camada do adesivo Futurabond M+ aliado à técnica SDE revelou-se vantajosa nos valores de resistência adesiva às 24 h. Em termos ultramorfológicos, o protocolo SDE aparentou promover maior formação de prolongamentos de resina em FB1.

Palavras-Chave: Adesivo Universal, Condicionamento Ácido Seletivo da Dentina, Resistência Adesiva, Camada Híbrida

ABSTRACT

Objectives: Laboratory evaluation at 24 hours of the universal adhesive system (Futurabond® M+, VOCO, Cuxhaven, Germany), applied with different adhesion protocols to dentin, determining the adhesive strength values under the action of microtensile forces (μ TBS) and analyzing the ultramorphology of the adhesive interface with scanning electron microscopy (SEM).

Materials and Methods: Thirty sound human molars were used and randomly assigned to 3 experimental groups (n=10): Group GC (control) - Futurabond® M+, applied in self-etch mode (SE); Group FB1 - Futurabond® M+, applied with selective dentin etching (SDE), 3 s etching time; Group FB2 - Futurabond® M+, applied with SDE, applying three adhesive layers with interleaved drying and final photoactivation.

The occlusal enamel and root were removed using a hard tissue microtome (Isomet 1000, Buehler® Ltd, Lake Bluff, IL, USA), and a slice of dentin was used from each tooth. The adhesive was applied according to the experimental group and light-cured. Filtek™ Z250 restorative composite resin (3M™ ESPE, St. Paul, MN, USA) was applied to the adhesive interface.

The restored teeth were sectioned into microspecimen ($\pm 1 \times 1 \text{ mm}^2$) and tested with μ TBS until failure in a universal testing machine (Shimadzu Universal Testing Machine).

The results were analyzed using one-way ANOVA and Tukey's post-hoc test.

Two toothpicks were randomly selected from each tooth for ultramorphological analysis of the interface using SEM.

Results: There were statistically significant differences ($p = 0.03$) in the adhesive strengths between GC and FB1. GC-FB2 and FB2-FB1 showed no statistically significant difference ($p > 0.05$).

The adhesive interface proved to be integral in all specimens and the FB1 group showed the greatest formation of resin extensions.

Conclusion: The application of a layer of Futurabond M+ adhesive combined with the SDE technique proved to be advantageous in terms of adhesive strength values at 24 hours. In ultramorphological terms, the SDE protocol appeared to promote greater formation of resin extensions on FB1.

Key words: Universal Adhesive, Selective Dentin Etching, Adhesive Resistance, Hybrid Layer

Índice Geral

I. Introdução	15
1. Substratos dentários	16
1.1 Esmalte	17
1.2 Dentina	19
2. Princípios da Adesão	25
2.1 Adesão ao esmalte	26
2.2 Adesão à Dentina	27
2.3. Smear Layer	29
3. Constituição dos sistemas adesivos	30
3.1 Monómeros	30
3.2 Solventes	32
3.3 Fotoiniciadores	33
3.4 Inibidores	33
3.5 Partículas de carga inorgânica	34
4. Classificação dos sistemas adesivos	34
4.1 Sistemas adesivos <i>etch-and-rinse</i>	35
4.2 Sistemas adesivos <i>self-etch</i>	37
4.3 Sistemas adesivos universais	39
5. Degradação da interface adesiva	40
6. Aplicação de camadas adicionais de adesivo	43
7. Condicionamento ácido seletivo da dentina	43
8. Análise da interface adesiva	44
8.1 Testes de resistência adesiva por microtração (μ TBS)	45
8.2 Microscopia Eletrónica de varrimento (MEV)	46
II. Objetivos	47
III. Hipóteses de estudo	47
IV. Materiais e métodos	49
1. Seleção e armazenamento da amostra	49

2. Grupos Experimentais	52
3. Preparação dos espécimes	52
4. Ensaio de μ TBS	55
5. Análise ultramorfológica em MEV	57
V. Resultados	59
1. Teste μ TBS – estatística descritiva.....	59
2. Análise Ultramorfológica da Dentina Testada	62
VI. Discussão dos Resultados	65
1. Relevância Clínica	69
2. Limitações do Estudo	69
VII. Conclusão	71
3. Perspetivas Futuras	71
VIII. Referências Bibliográficas	73

Índice de figuras

Figura 1 - O dente (Nanci, 2013).....	17
Figura 2 - Dentina Superficial (S) e Dentina Profunda (D), MEV, (Perdigão, 2010)....	20
Figura 3 - Imagem que representa a quantidade de túbulos dentinários à superfície da dentina e em profundidade, a quantidade torna-se ainda mais reduzida a nível radicular, (Pashley et al., 2002)	21
Figura 4 - (A) Imagem do esmalte após aplicação de ácido ortofosfórico a 35%, durante 15 segundos. (B) Imagem tirada por SEM da interface esmalte-resina. A penetração do adesivo para o interior do esmalte origina os micro-tags resina (Perdigão, 2002).....	27
Figura 5 - Imagem obtida por SEM, (SP) smear plug na entrada do túbulo dentinário (Perdigão, 2013)	28
Figura 6 - Imagem obtida por SEM da dentina condicionada (Perdigão et al., 2013). ..	29
Figura 7 - Estratégias Adesivas (Sezinando, 2014).....	35
Figura 8 - Adesão à dentina através da estratégia etch-and-rinse (Perdigão et al., 2013)	36
Figura 9 - Esquema que ilustra o colapso das fibras de colagénio após condicionamento e secagem da dentina (Perdigão et al., 2013)	37
Figura 10 - Esquema de adesão à dentina através da estratégia self-etch (Perdigão, 2013)	39
Figura 11 - Esquema ilustrativo da preparação de espécimes para o teste de microtração μ TBS (Perdigão, 2002).....	45
Figura 12 – Dentes utilizados no estudo.....	51
Figura 13 - Distribuição dos grupos de estudo	52
Figura 14 - Dente colocado no fixador com marcações a seccionar	54
Figura 15 - Dente com dentina exposta	54

Figura 16 - Criação de smear layer padronizada	54
Figura 17 - Confeção da restauração	54
Figura 18 - Dente restaurado com zona central identificada	54
Figura 19 - Estufa de armazenamento dos dentes	54
Figura 20 - Micrótomo de tecidos duros	55
Figura 21 - Fixador com dente montado na vertical com marcação da zona com dentina central	55
Figura 22 - Dente a ser cortado num sentido	55
Figura 23 - Dente cortado num sentido	55
Figura 24 - Dente cortado em x e y, corte em palitos.....	55
Figura 25 - Palitos de dentina-resina	55
Figura 26 - Medição dos palitos com craveira digital	56
Figura 27 - <i>Jig</i> de aço inoxidável com palito colado.....	56
Figura 28 - Máquina de testes universal	56
Figura 29 - Máquina de testes universal a tracionar o palito	56
Figura 30 - Gráfico das forças adesivas (MPa) por protocolo, letras semelhantes, sobre as barras, indicam grupos estatisticamente semelhantes, $p>0,05$	61
Figura 31 - Amostra da interface adesiva criada no GC em MEV, 750x (C – Compósito, D – dentina).....	62
Figura 32 - Amostra da interface adesiva criada no GC em MEV, 2000x (RT – <i>resin tags</i> , T – túbulos dentinários)	62
Figura 33 - Amostra da interface adesiva criada no FB1 em MEV, 750x (C – Compósito, D – dentina).....	62

Figura 34 - Amostra da interface adesiva criada no FB1 em MEV, 2000x (RT – <i>resin tags</i> , IA – interface adesiva)	62
Figura 35 - Amostra da interface adesiva criada no FB2 em MEV, 750x (C – Compósito, D – dentina).....	63
Figura 36 - Amostra da interface adesiva criada no FB2 em MEV, 2000x (RT – <i>resin tags</i> , T – túbulos dentinários, A – camada de adesivo, CH – camada híbrida	63

Índice de tabelas

Tabela 1- Composição química, e fabricante e instruções de utilização do Futurabond® M+ para restaurações diretas de acordo com o fabricante	50
Tabela 2 - Composição química e fabricante e instruções de utilização do Cybertech® Etch Gel 37%.....	50
Tabela 3- Composição química, fabricante e instruções de aplicação da resina composta Filtek™ Z250	51
Tabela 4 - Tabela de classificação de fraturas	57
Tabela 5 - Estatística Descritiva dos grupos teste	59
Tabela 6 - Teste de Normalidade.....	59
Tabela 7 - Teste ANOVA.....	60
Tabela 8 - Teste de Comparações Múltiplas	60

Lista de Siglas

10-MDP - 10-metacriloiloxidecil dihidrogenofosfato

BHT - Hidroxitolueno butilado

Bis-GMA - Bisfenol-A-glicidil dimetacrilato

Ca₁₀(PO₄)₆(OH)₂ - Hidroxiapatite

EDTA - Ácido etilenodiamino tetra-acético

HEMA - 2-hidroxietil metacrilato

HMDS - Hexametildisilano

ISO/TS - Organização Internacional para Padronização

JAD - Junção amelo-dentinária

MEHQ- Monometil éster de hidroquinona

MEV - Microscópio Eletrônico de Varrimento

MET - Microscópio Eletrônico de Transmissão

MMP's - Metaloproteinases da matriz de colagénio

MPa – Megapascal

p/v - Peso por volume

pH - Potencial hidrogeniônico

SiC - Carboneto de silício

SDE - Selective dentin etching

SE - Self-etch

TEGDMA - Trietilenoglicol dimetacrilato

UDMA - Dimetacrilato de uretano

μTBS - Microtensile Bond Strength

mmHg - Milímetros de mercúrio

I. Introdução

A procura do sucesso clínico, em restaurações diretas com resinas compostas, contempla vários fatores entre os quais a experiência do operador, técnica adesiva, composição das resinas usadas, na preparação dentária; influências estruturais pela contração de polimerização do adesivo e a extensão das restaurações (pela conformação e dimensão da cavidade – fator C) (Delbons et al., 2015).

Assim sendo, o foco da dentisteria restauradora tem-se mantido na pesquisa seletiva de materiais que possam ocupar o espaço da estrutura dentária perdida, por acidente ou por lesão de cárie.

A inovação na adesão inicia-se com o aparecimento da técnica de condicionamento ácido, com Buonocore em 1955, que revolucionou a Medicina Dentária, na sua vertente operatória e restauradora. Esta inaudita técnica de Buonocore, surgiu a partir da hipótese de que, tal como utilizado comercialmente para melhr a adesão de tintas e acrilizações a superfícies metálicas, o ácido ortofosfórico a 85% durante 30 segundos possibilitaria a adesão de uma resina acrílica em esmalte humano (Buonocore, 1955; Swift et al., 1995).

Este procedimento baseia-se na aplicação de um ácido sobre um determinado substrato dentário, que propicia a criação de microporosidades, com aumento da área de adesão e energia de superfície, aumenta o molhamento do substrato e é favorecida a retenção micromecânica de um adesivo, posteriormente aplicado (Swift et al., 1995).

Devido à união adesiva nos substratos dentários e respetivos materiais restauradores, surge abordagem de Dentisteria Operatória Conservadora Minimamente Invasiva. O sucesso pós-operatório de uma restauração tem por base a integridade e longevidade da interface do material restaurador e substrato, ao invés da retenção macromecânica do preparo cavitário, como as propostas por Black (remoção de tecido são e construção de cavidades geométricas características)(Buonocore, 1955; Cardoso et al., 2011; Swift, 2002).

A interface do material restaurador com o substrato dentário entende-se como a zona que permite a ligação entre dois materiais, de natureza diferente, em íntimo contato. É criada

pelo sistema adesivo e torna-se a pedra angular no procedimento restaurador, sendo, também, o elemento mais sensível do mesmo (Breschi et al., 2008; Strassler, 2003).

A impregnação do adesivo, preenche as irregularidades entre as duas superfícies, molhando-as. Com o sucesso no aumento da energia de superfície do substrato, e reduzida tensão superficial do adesivo, maior a capacidade de molhamento, melhorando a união entre materiais (Dehoff et al., 1995).

Os atuais adesivos dentários têm determinados comportamentos hidrofílicos e hidrofóbicos que tornam as camadas híbridas bastante suscetíveis à absorção de água e atividade enzimática, conduzindo a menor resistência adesiva pela degradação da interface adesiva (Perdigão et al., 2013).

Não obstante, a união é influenciada não apenas pela composição do adesivo, mas também pela formulação dos substratos. Uma interface íntegra impossibilita a microinfiltração marginal bem como a sensibilidade pós-operatória, mantém a vitalidade da polpa e aumenta o tempo de vida de uma restauração (Van Landuyt et al., 2007).

Ao contrário da previsibilidade na adesão ao esmalte, a dentina é um tecido complexo e dinâmico e apresenta variações morfológicas. Esta fomentou a mudança dos sistemas adesivos na ótica de resolver o problema da adesão a este substrato (Coelho et al., 2012; Sezinando, 2014).

Assim, é mandatória uma revisão das características e propriedades físico-químicas dos tecidos dentários e sistemas adesivos, assim como dos materiais e técnicas atualmente utilizados para aderir a esses substratos, aumentando a sua eficácia adesiva e durabilidade. Compreender esta temática e saber deliberar sobre a estratégia mais indicada permite ao Médico Dentista reger a sua prática clínica diária (Van Landuyt et al., 2007).

1. Substratos dentários

Anatomicamente, o dente é decomposto em coroa e raiz. Ainda que possa variar em tamanho e forma, a sua constituição é intrinsecamente semelhante (Nanci, 2013).

A coroa é formada por esmalte, tecido duro, quase totalmente inorgânico e inerte, surge graças a células epiteliais e é suportado por dentina, um substrato com componente inorgânica e orgânica, sendo mais resiliente, menos mineralizado e associado intimamente à polpa, formando o complexo pulpo-dentinário (Nanci, 2013).

Os ossos da maxila permitem a inserção do dente, rodeado por cimento, ligamento periodontal e osso alveolar, que permitem um sistema de suporte para as cargas mastigatórias (figura 1) (Nanci, 2013).

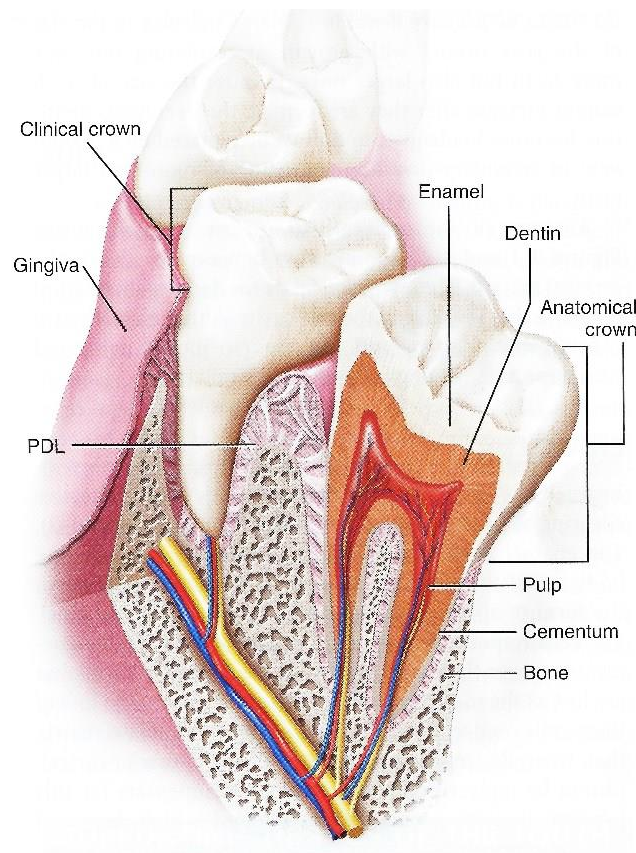


Figura 1 - O dente (Nanci, 2013)

1.1 Esmalte

O tecido mais duro do organismo é o esmalte, translúcido e variável entre o branco-acinzentado e amarelo-claro (sendo, muitas das vezes, influenciado pela cor da dentina). Tem origem ectodérmica e é o mais mineralizado e duro do organismo. É acelular e incapaz de sofrer modelação ou reparação.

A sua maior espessura é atingida na zona oclusal (nas cúspides com cerca de 2,5 mm) e incisal, diminuindo até à área da junção amelocementária (JAC), onde termina em bisel (Boushell & Sturdevant, 2013; Ferraris et al., 2009; Fruits et al., 2013; Nanci, 2013).

Os ameloblastos constituem a unidade funcional uma vez que são as únicas células responsáveis pela secreção da matriz orgânica do esmalte. Ao mecanismo de formação do esmalte dá-se o nome de amelogénese, que compreende a formação e a mineralização do esmalte até à erupção do dente na cavidade oral (Boushell & Sturdevant, 2013; Ferraris et al., 2009; Nanci, 2013).

O componente essencial do esmalte, a hidroxiapatite ($\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$) é fundamentalmente composta de cristais de fosfato cálcico, aglomerados em prismas com, aproximadamente, 5 μm de diâmetro e unidos pela escassa matriz orgânica; possuem um trajeto complexo dentro do esmalte estendendo-se através de toda a espessura da camada de esmalte que mede em média 2 mm (Mescher, 2013; Nanci, 2013).

Os ameloblastos, a sua unidade funcional, ocupam-se pela secreção desta matriz (amelogénese – formação e mineralização do esmalte pré-erupção do dente). Contudo, a sua fórmula química pode mudar caso os iões hidróxido (OH^-) sejam substituídos por iões de flúor (F^-), formando-se cristais de fluorapatite ($\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{F})_2$).

Os iões F^- , permitem a alteração do pH de ionização à estrutura da hidroxiapatite, tornando-a menos sensível ao ácido e promovendo a remineralização do esmalte e, como tal, reduzindo a vulnerabilidade à lesão de cárie (Boushell & Sturdevant, 2013; Ferraris et al., 2009; Nanci, 2013; Park et al., 2008).

Numa perspetiva química, 96% do peso do esmalte é constituído por hidroxiapatite, sendo o restante conteúdo matriz orgânica (enamelinas e carboidratos, 1%) e água (3%). Em volume, 86% correspondem a matéria inorgânica, 12% a água e os restantes 2% são matriz orgânica (Nanci, 2013; Park et al., 2008).

É um tecido de elevada dureza, com um módulo de elasticidade alto e elevada resistência à abrasão e compressão. Não obstante, tem baixa resistência a forças de tração, sendo considerado um tecido extremamente frágil e quebradiço. É sustentado pela dentina, tecido mais resiliente e que o sustenta (Fruits et al., 2013; Habelitz et al., 2001).

1.2 Dentina

A dentina, tecido elástico, duro e avascular, localiza-se sob o esmalte, a nível coronário, e sob o cimento, a nível radicular. Constitui grande parte da estrutura dentária e está diretamente relacionada com a polpa (Carvalho et al., 2012; Fruits et al., 2013; Oliveira et al., 2010; Perdigão, 2010).

A sua formação dá-se a partir de uma matriz desmineralizada, a pré-dentina, situada na zona pulpar, por meio de proteínas não colagénicas (Perdigão et al., 2013).

1.2.1 Composição e Estrutura

É um tecido heterogéneo, com 50% de composição em matéria inorgânica (hidroxiapatite); aproximadamente 30% (p/v) de matéria orgânica (essencialmente colagénio tipo I); e cerca de 20% (p/v) de fluido dentinário (Nanci, 2013; Spencer, 2012).

Por apresentar uma matriz de colagénio envolta em cristais de hidroxiapatite, foi descrita como um “compósito biológico poroso” (Pashley, 1996).

Uma vez que a dentina apresenta uma estrutura tubular rodeada de uma matriz intertubular, podem-se observar duas áreas: a dentina peritubular, altamente mineral e pobre em colagénio, cerca de 60% junto à polpa até 3% na JAD; e a dentina intertubular, que contém cristais de hidroxiapatite e proteínas (90% colagénio tipo I, com pequenas quantidades de colagénio tipo III e V), varia dos 12% na pré-dentina aos 96% na JAD (Goldberg et al., 2011; Marshall et al., 1997; Nanci, 2003).

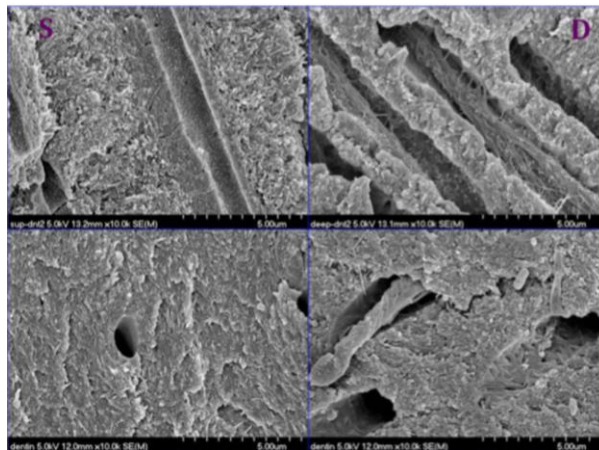


Figura 2 - Dentina Superficial (S) e Dentina Profunda (D), MEV, (Perdigão, 2010)

Da JAD ou amelocementária JAC até à polpa, dá-se uma convergência dos túbulos, apresentando no seu percurso várias ramificações entre si, os canalículos dentinários, que se encontram preenchidos parcialmente por prolongamentos odontoblásticos, finos e cilíndricos, e por fluido dentinário sendo, naturalmente, um substrato húmido (Oliveira et al., 2010; Perdigão, 2010). Por outro lado, encontram-se dispostos radialmente na zona coronária, apresentando um diâmetro próximo da polpa superior ao diâmetro próximo da JAD (2,37 μm e 0,63 μm , respetivamente) (Nanci A., 2003).

Assim, na região mais exterior/superficial deste tecido existe uma quantidade inferior de túbulos, havendo a presença de maior quantidade de dentina intertubular. Como mencionado por Berkovitz et al. (2009), próximo da JAD existem à volta de 2000 túbulos/ mm^2 , aumentando substancialmente para 45000 túbulos/ mm^2 junto à polpa (figura 2 e figura 3) (Berkovitz et al., 2009; Pashley et al., 2002).

Devido a esta distribuição tubular heterogénea, a dentina oclusal é mais permeável na zona pulpar comparativamente à zona imediatamente sob o esmalte, e menos permeável do que a dentina proximal. Assim, entende-se que por uma permeabilidade menor na dentina superficial, obtém-se maior resistência à impregnação do sistema adesivo (Berkovitz et al., 2009; Pashley et al., 2002; Perdigão et al., 2013; Ting et al., 2015).

O fluido presente nos túbulos encontra-se sob uma pressão constante de 25 a 30 mmHg da polpa, deste modo, qualquer substância que tente chegar à parte vital do dente lidará

com esta oposição. Por outro lado, uma substância que penetre na polpa terá o seu percurso facilitado até a dentina (Mjör, 2009; Swift, 2002).

Em termos de dureza, Kinney (2005) refere que a dentina peritubular tem maior dureza que a dentina intertubular, já que a sua resistência à indentação é dependente da orientação dos
túbulos
dentinários.

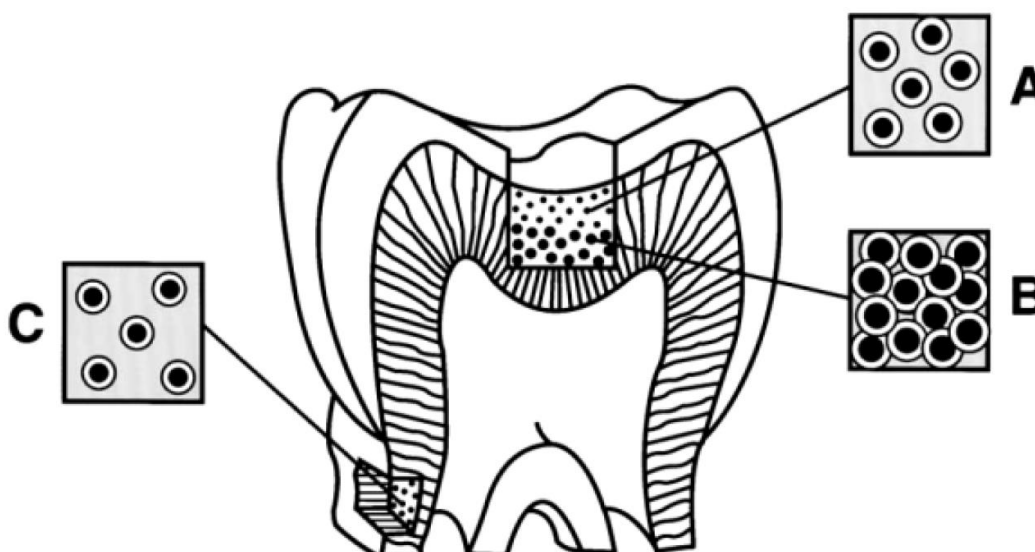


Figura 3 - Imagem que representa a quantidade de túbulos dentinários à superfície da dentina e em profundidade, a quantidade torna-se ainda mais reduzida a nível radicular, (Pashley et al., 2002)

1.2.2 Tipos de Dentina

No desenrolar do desenvolvimento humano, vários são os tipos de dentina formados.

Até ao final da rizogênese (formação completa da raiz do dente) e oclusão com o dente oponente, a dentina secretada é a primária, composta por uma estrutura tubular regular e tem uma taxa de aposição de cerca de 4 μm por dia (Nanci, 2003). Esta, rodeia a dentina intertubular, que preenche os espaços entre os túbulos dentinários e faz parte da matriz de colagénio e cristais de hidroxiapatite; rodeia, também a dentina peritubular, presente nas paredes dos túbulos (Boushell & Sturdevant, 2013; Fruits et al., 2013).

A partir desse momento, a dentina designa-se por dentina secundária (ou fisiológica). Os odontoblastos, já com a sua formação completa e senescentes, produzem continuamente dentina, ainda que a um nível mais lento. Apesar de morfológicamente semelhante à dentina primária, tem menos túbulos por unidade de área (Ferraris et al., 2009; Larmas & Sándor, 2014; Murray et al., 2002; Perdigão, 2010).

Ao invés de um resultado de processos fisiológicos como a dentina primária e secundária, no caso de um estímulo agressor (moderado a severo), tal como lesão de cárie, procedimentos restauradores sob a polpa, desgastes fisiológicos (como atrição, abrasão e abfração) ou variações térmicas acentuadas, forma-se dentina terciária, com o intuito de criar uma interposição entre a agressão e o tecido pulpar. (Ferraris et al., 2009; Larmas & Sándor, 2014; Smith et al., 1995).

Esta, é mais escura e possui um menor número de túbulos, com maior diâmetro e disposição irregular. Classifica-se em reacional ou reparadora, em função da intensidade do estímulo agressor (Duke & Lindemuth, 1991).

A dentina reacional forma-se com agressões moderadas como cárie dentária, desgastes fisiopatológicos, procedimentos restauradores ou altas variações térmicas. A dentina terciária reparadora surge por estímulos agressores mais severos que debilitam os odontoplastos primários e podem levar à sua necrose. No caso de necrose, esta dentina terciária é produzida por diferenciação de células mesenquimatosas indiferenciadas em recentes células odontoblásticas (Nanci, 2013). Verifica-se em lesões cariosas de rápida progressão, proteções pulpares diretas e preparos em cavidades profundas (Ferraris et al., 2009; Larmas & Sándor, 2014).

A formação da dentina esclerótica, advém tanto de estímulos fisiológicos como patológicos. O envelhecimento gera, na dentina, colapsos tubulares progressivos por estímulos frequentes e constantes, como o desgaste fisiológico da dentição. Estes colapsos serão uma adaptação fisiológica ou pela necrose odontoblástica ou pela retração dos seus prolongamentos. Verifica-se a presença da mesma em lesões cervicais não cariosas (abrasões, abfrações, erosões) ou em lesões cariosas de desenvolvimento lento e prolongado (Perdigão, 2010).

Possui túbulos com um lúmen mais reduzido (com mineralização intratubular e fibras de colagénio intratubular) parcial ou totalmente preenchidos, sendo constante a deposição de dentina peritubular (Selvamani et al., 2013).

Devido à sua elevada mineralização, é uma dentina mais difícil de condicionar e impregnar o adesivo, diminuindo substancialmente a permeabilidade da mesma a partir dos 0,5 mm de espessura (Mixson et al., 1995; Tagami et al., 1992). A sua camada superficial hipermineralizada é resistente à ação do ácido, pode ter uma camada superficial com depósitos bacterianos parcialmente mineralizados para além da presença de depósitos mineirais que impedem a formação dos prolongamentos de resina (Florescu & Biclesanu, 2015; Tay & Pashley, 2004).

1.2.3 Permeabilidade da dentina

O movimento de fluído na dentina quantifica a sua permeabilidade, sendo variável durante o crescimento e nas diferentes zonas do dente (Perdigão, 2010; Reeder et al., 1978).

Os dentes jovens são providos de maior diâmetro tubular e, em termos locais, existe maior permeabilidade em zonas proximais e zonas superiores aos cornos pulpare (Swift et al., 1995). A dentina mais próxima da polpa é, também, mais permeável que a dentina junto à JAD, já que o lúmen dos túbulos é mais amplo em profundidade (Mjör, 2009; Pashley, 1996).

Os resultados da adesão à dentina vão depender da idade do indivíduo (pelas alterações fisiológicas dentinárias mencionadas) e da região onde foi realizada a restauração (a humidade intrínseca da dentina varia com a profundidade), já que quanto mais permeável a dentina, maior a passagem de fluído para a zona de adesão, podendo, assim, ser afetada a integridade e longevidade da interface adesiva (Arwill & Bloom, 1955).

1.2.4. Dentina afetada vs infetada

Na ótica deste estudo, é importante saber avaliar e distinguir o tipo de substrato a ser tratado ou testado, especialmente em situações indicadoras de lesão de cárie.

Assim, observam-se duas zonas distintas nestas lesões, a mais superficial (infetada) é amarelada e com tecido pouco duro, e a mais profunda (afetada) é acastanhada e mais dura (Zheng et al., 2005).

A zona mais externa, em contacto direto bacteriano, sem capacidade remineralizadora e com fibras de colagénio colapsadas sem capacidade de retornar ao seu estado inicial; a zona interna, menos atingida, encontra-se parcialmente desmineralizada, mas, com capacidade remineralizadora (Fusayama, 1979; Zheng et al., 2005).

Alguns autores descrevem procedimentos restauradores com eminência de exposição pulpar, onde a remoção da lesão dá-se apenas na dentina infetada, e permanece uma camada de dentina afetada sobre a câmara pulpar. Caso o material restaurador aplicado após o preparo garanta um bom isolamento face a substâncias provenientes da cavidade oral, a camada residual protege o tecido pulpar e terá a possibilidade de remineralização (Maltz et al., 2007; Oliveira et al., 2006).

Numa inserção clínica e aliada à dentisteria minimamente invasiva, as remoções de tecido cariado expõem uma dentina considerada afetada e não são (Nakajima et al., 2011). A dentina afetada, por comparação à saudável apresenta: a) menor módulo de elasticidade; b) menor dureza; c) esclerose tubular (deposição de cristais no interior dos túbulos); d) maior porosidade (desnaturação de fibras de colagénio e matriz parcialmente desmineralizada, e) maior presença de água pela maior profundidade e proximidade à polpa.

Pelo aumento da porosidade e menor composição mineral, o condicionamento ácido é mais profundo e forma uma camada híbrida imperfeita (há mais desmineralização em profundidade que impregnação de monómeros do adesivo). A formação de *resin tags* é também limitada pela existência de cristais ácido-resistentes que obliteram os túbulos dentinários.

As alterações supramencionadas na dentina afetada vão, teoricamente, reduzir as forças de resistência adesiva (Nakajima et al., 2011; Tagami et al., 1992; Yoshiyama et al., 2002).

Alguns estudos afirmam forças adesivas semelhantes entre dentina sã e afetada (Nakajima et al., 2011); enquanto outros mais recentes indicam forças superiores de resistência adesiva na dentina sã (Shibata et al., 2016).

2. Princípios da Adesão

A etimologia da palavra “adesão” provém do latim *adhaerere* e significa “agarrar a”. Considera-se um estado em que dois materiais em contacto direto (aderentes) se mantêm unidos através de ligações químicas, mecânicas ou ambas através de um material que causa a adesão (adesivo) (Perdigão & Ritter, 2001; Ralph Rawls et al., 2013).

Em Dentisteria, o substrato ou aderente é usualmente o esmalte ou a dentina e é sobre ele que é aplicado o adesivo (Perdigão, 2007). De Munck (2005) e Swift (1995) abordam o adesivo como o promotor da substituição dos minerais removidos do dente por monómeros resinosos atingindo uma adesão micro-mecânica.

No entanto, a adesão existe na sua forma mecânica e química: a mecânica implica a existência de um material que difunde por porosidades e irregularidades de um outro; a química passa pela adesão adesivo-aderente graças a interações moleculares na zona da interface (Marshall et al., 2010).

A força de adesão é a capacidade do sistema adesivo suportar uma carga e resistir a estímulos externos, mantendo-se íntegro (Perdigão & Ritter, 2001).

A Energia de Superfície é uma forma de medir a força adesiva presente na interface existente entre o aderente e o adesivo sendo expressa em MJ/m².

A adesão a materiais resinosos com substratos dentários resulta de 3 mecanismos principais:

1. Mecânico – Penetração de resina e formação de “*resin tags*”.
2. Adsorção – Ligação química aos componentes orgânicos (maioritariamente colagénio do tipo I) e inorgânicos (hidroxiapatite) da estrutura dentária;
3. Difusão – Precipitação de substâncias na superfície do dente aos quais os monómeros de resina são capazes de se ligar mecânica ou quimicamente.

Sem o contacto íntimo adesivo-aderente, não se forma uma boa adesão, para além disso, de modo que haja uma boa molhabilidade por parte do adesivo, a tensão superficial do adesivo deverá ser mais baixa do que a energia de superfície do aderente (esmalte ou dentina) (Perdigão & Geraldini et al., 2002).

Um dos critérios mais importantes à adesão e sucesso na reabilitação é a estabilidade e força presentes entre o material restaurador e esmalte e (ou) dentina. Esta união será uma barreira significativa à intervenção bacteriana e possíveis cáries secundárias (Perdigão & Swift et al., 2002).

2.1 Adesão ao esmalte

Como mencionado previamente, Buonocore, em 1955, foi o propulsor do condicionamento ácido no esmalte, com uma concentração inicial de 85% (Buonocore, 1955). A introdução desta técnica permitiu mudar substancialmente os conhecimentos na Dentisteria Operatória (Perdigão et al., 2013). Hoje em dias as concentrações variam entre os 30% e 40% de ácido ortofosfórico, sendo o *gold-standard* 35%-37%, durante 15 segundos (Perdigão et al., 2014).

Ao ser condicionado, expecta-se uma remoção seletiva dos cristais de fosfato de cálcio, através da formação de um precipitado de fosfato monocálcico mono-hidratado, muito solúvel em água e, portanto, facilmente removido aquando da lavagem do ácido (Swift et al., 1995). Assim, o esmalte liso torna-se irregular (figura 4), com microporosidades, aumentando a energia de superfície e diminuindo o ângulo de contacto, o que aumenta a capacidade com o que os monómeros do adesivo penetram o esmalte condicionado. Formam-se, então, prolongamentos resinosos microscópicos que, após polimerização dos

monômeros, se organizam em polímeros e permitem a retenção micro-mecânica (*resin tags*), mecanismo basilar da adesão esmalte-resina (Perdigão et al., 2014).

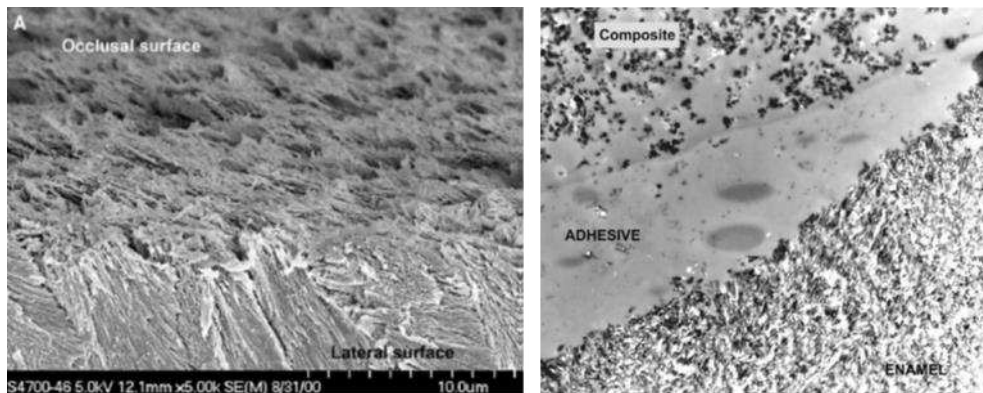


Figura 4 - (A) Imagem do esmalte após aplicação de ácido ortofosfórico a 35%, durante 15 segundos. (B) Imagem tirada por SEM da interface esmalte-resina. (Perdigão, 2002)

O ato de condicionar visa:

- Promover uma limpeza superficial por remoção de matéria orgânica;
- Remover a *smear layer* do esmalte preparado;
- Dissolver parcialmente os cristais de hidroxiapatite para que o espaço seja ocupado por resina (Coelho et al., 2012);

O condicionamento ácido do esmalte é influenciado por fatores como: a composição e concentração da solução ácida; a técnica de aplicação e o tempo de exposição (Breschi et al., 2008);

2.2 Adesão à Dentina

Comparativamente ao esmalte, e tendo em consideração as características específicas (morfo-histológicas) da dentina, como uma estrutura tubular húmida e composição, em grande parte, orgânica, torna-se um substrato mais desafiante para a adesão (Perdigão, 2007; Swift et al., 1995).

A primeira descrição do condicionamento ácido, à dentina, é feita por Fusayama, nos anos 70, sendo praticada a técnica de *total-etch*, ou seja, condicionamento simultâneo do esmalte e dentina (Fusayama, 1979). Apesar disto, só foi considerado seguro e desejável

nos anos 90 (Inoue et al., 2003). Posteriormente, surgiram materiais, como os cimentos à base de ionômero de vidro, que não exigem condicionamento ácido prévio, pois aliados à técnica SE, possuem adesão química (grupo fosfato ou policarboxilato) à hidroxiapatite (Perdigão & Geraldini, et al., 2002).

Na dentina, a *smear layer* é removida pelo condicionamento ácido assim como a matéria orgânica mais superficial e os *smear-plugs* (deposição de detritos nos túbulos) (figura 5); as fibras de colagénio tornam-se estruturalmente disponíveis à infiltração do adesivo, aumentando a energia de superfície e desmineralizando a dentina superficial em 3-5 μm (Pashley et al., 2002; Pashley & Carvalho, 1997).

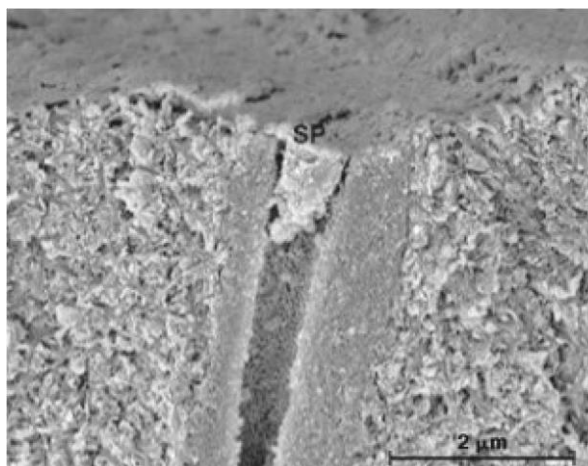


Figura 5 - Imagem de túbulo dentinário, obtida por MEV, (SP) *smear plug* na entrada do túbulo dentinário (Perdigão, 2013)

No entanto, a remoção da *smear layer* aumenta a permeabilidade do substrato, o que pode levar o fluido dentinário a interferir com a adesão (Pashley & Carvalho, 1997).

O condicionamento com ácido ortofosfórico remove completamente a *smear-layer* e os *smear plugs* (detritos oriundos da instrumentação, depositados nos túbulos dentinários) (figura 6), expõe as fibras de colagénio e os túbulos dentinários, aumenta a energia de superfície e desmineraliza a superfície de dentina em cerca de 5-8 μm de profundidade (Pashley et al., 2011). Assim, a zona de interdifusão resina-dentina chama-se camada híbrida, onde a resina adesiva envolve fibras de colagénio e cristais de hidroxiapatite remanescentes; a qualidade desta envolvência e integridade da interface adesiva são descritas como os principais fatores que permitam a estabilidade de adesão neste substrato

(Breschi et al., 2008; Mixson et al., 1995). Deixa-se, assim, de considerar a espessura da camada híbrida e o número e tamanho dos *resin-tags* como a principal chave da adesão à dentina (Tagami et al., 1992).

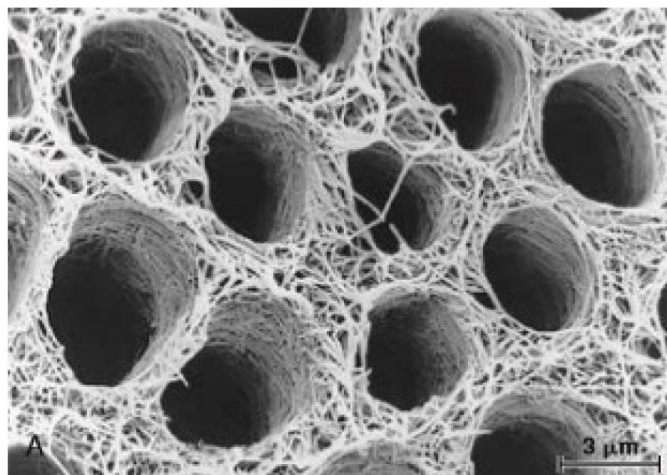


Figura 6 - Imagem obtida por MEV da dentina condicionada (Perdigão et al., 2013).

2.3. Smear Layer

Durante a remoção da dentina cariada com instrumentos rotativos forma-se uma camada amorfa, parcialmente porosa, designada *smear layer*, constituída por detritos orgânicos e inorgânicos de tecido dentinário, remanescentes de processos odontoblásticos, fluido dentinário e bactérias (Bowen et al., 1984). A *smear layer* forma-se sobre a dentina instrumentada e penetra nos túbulos dentinários - *smear plugs* - obliterando-os e diminuindo a permeabilidade dentinária (Barros et al., 2005; Perdigão, 2002).

No caso da dentina, esta camada amorfa penetra os túbulos dentinários – *smear plugs* – preenchendo-os e diminuindo a permeabilidade dentinária (Perdigão & Swift, et al., 2002). Conforme abordado anteriormente, a presença de substratos dentinários com diferentes composições leva a que adesão na dentina não seja constante, dependendo coletivamente de vários fatores como os sistemas adesivos, técnica e protocolo adesivos e o próprio substrato. Por esta razão, têm sido investigados vários sistemas adesivos que

permitam estabelecer uma linearidade na adesão à dentina (Cardoso et al., 2011; Swift et al., 1995).

3. Constituição dos sistemas adesivos

Os sistemas adesivos são compostos de vários elementos. Saber e perceber o seu funcionamento permite uma melhor compreensão e previsibilidade no uso de determinado adesivo (Van Landuyt et al., 2007).

São constituídos por monómeros, solventes orgânicos, iniciadores, inibidores e, ocasionalmente, partículas de carga (Sezinando, 2014; Van Landuyt et al., 2007).

3.1 Monómeros

Van Landuyt, em 2007, refere a importância dos monómeros presentes nos adesivos, como o componente fundamental na sua constituição. Os adesivos possuem monómeros de resina que se assemelham aos encontrados nos compósitos de modo que haja o mesmo tipo de ligações entre adesivo e compósito (Van Landuyt et al., 2007).

Classificam-se em dois tipos: os fundamentais, com um grupo polimerizável, com ligações nas extremidades (lineares); e os monómeros que promovem a formação de ligações cruzadas, com dois ou mais grupos polimerizáveis (conferem as propriedades mecânicas dos adesivos) (Van Landuyt et al., 2007).

Alguns dos monómeros encontrados com maior frequência nos sistemas adesivos são o 2-hidroxietil metacrilato (HEMA), bisfenol-A-glicidil dimetacrilato (Bis-GMA), trietilenoglicol dimetacrilato (TEGDMA), dimetacrilato de uretano (UDMA) e o 10-metacriloiloxidecil dihidrogenofosfato (10-MDP) (Van Landuyt et al., 2007).

3.1.1 HEMA

Molécula introduzida para facilitar infiltração de adesivo na *smear layer*. (Nakabayashi et al., 1982).

O HEMA é um monómero hidrofílico com baixo peso molecular, que possui afinidade para a dentina por se difundir facilmente na rede de colagénio. O HEMA encontra-se frequentemente nos adesivos dentários, aumenta a humidade na dentina, o que previne o colapso das fibras de colagénio.

Por ser hidrofílico, permite aumentar a molhabilidade do adesivo, e, consequentemente, a capacidade de impregnação do adesivo e difusão dos monómeros. No entanto, não é quimicamente estável (Coelho et al., 2012; Perdigão et al., 2014; Van Landuyt et al., 2007).

3.1.2 Bis-GMA

Monómero de elevado peso molecular. Devido à maior capacidade para formar ligações cruzadas, provoca pouca contração de polimerização e rápida polimerização (Coelho et al., 2012; Van Landuyt et al., 2007).

3.1.3 TEGDMA

É um monómero dimetacrilato entrecruzado utilizado em conjunto com o Bis-GMA ou o UDMA. Este monómero compensa a rigidez do Bis-GMA, atuando como plastificante (Van Landuyt et al., 2007; Coelho et al., 2012).

3.1.4 UDMA

Quando utilizado, está presente com o Bis-GMA e/ou TEGDMA e funciona como diluente pois apresenta menor viscosidade. A quantidade de monómeros utilizada influencia a viscosidade da resina não polimerizada, mas também na polimerizada, torna a resina mais fluída (Van Landuyt et al., 2007).

3.1.5 10-MDP

Atualmente, este é o monómero funcional mais interveniente na adesão química. Pode estar presente no *primer* ou adesivo. Monómero hidrofóbico, com forte poder de ligação ao ião cálcio da hidroxiapatite (Van Landuyt et al., 2007).

3.2 Solventes

Os solventes permitem a difusão dos monómeros no substrato e devem ser eliminados após cumprida a sua função como evidencia Pashley em 1997: se a pressão de vapor do solvente for maior, mais fácil e profunda é a penetração dos monómeros na dentina e mais rápida a evaporação do solvente e da água do próprio substrato (Pashley & Carvalho, 1997).

As concentrações de solvente variam entre os 8% e os 49% mudando o comportamento fluído do adesivo. No entanto, visam sempre diminuir a viscosidade do adesivo e aumentar a molhabilidade do substrato (Pashley et al., 2011; Van Landuyt et al., 2007).

Caso não sejam eliminados por completo, são criadas regiões aquosas que impedem uma polimerização completa e levam a uma plastificação do adesivo (Van Landuyt et al., 2007).

Os solventes mais comumente utilizados são a água (solvente inorgânico), o etanol e a acetona (solventes orgânicos). Recentemente, foi introduzido o butanol terciário (Perdigão et al., 2014; Van Landuyt et al., 2007).

3.2.1 Água

Um bom solvente possui uma boa afinidade de ligações de hidrogénio; a água é um solvente fraco (baixa pressão ao vapor), já que as suas ligações de hidrogénio são fracas e a sua afinidade fraca a componentes orgânicos que são, sobretudo, hidrofóbicos. Para colmatar este problema, é adicionado um solvente orgânico como acetona ou etanol (Van Landuyt et al., 2007).

Ainda assim, sistemas adesivos, onde a água é o solvente maioritário, possuem a capacidade de reestruturação da rede colagénio após uma secagem excessiva.

3.2.2 Etanol

Forma ligações covalentes com os solutos. Utilizado em conjunto com a água, como co-solvente, uma vez que se evapora facilmente quando exposto ao ar. Este solvente fortalece as fibras de colagénio da dentina desmineralizada (não reestrutura, mas permite melhor

infiltração por evaporar com maior facilidade que a água), permitindo mantê-las em suspensão (Van Landuyt et al., 2007).

3.2.3 Acetona

A acetona, molécula anfipática (capacidade hidrofílica e hidrofóbica), é considerada um excelente solvente, dificultando a separação das fases (separação de água dos restantes componentes) do adesivo. Outra grande vantagem da acetona é a sua capacidade de evaporação que é quatro vezes superior ao etanol, contribuindo para a evaporação da água residual. Contudo, a alta volatilidade desta substância leva a uma validade reduzida do adesivo (Van Landuyt et al., 2007).

3.2.4 Butanol terciário

Solvente recentemente introduzido em alguns sistemas adesivos (XP Bond, Dentsply). Apresenta mais estabilidade química que as soluções que apresentam etanol, facilmente associado a água, e evapora-se tão facilmente quanto este (Van Landuyt *et al.*, 2007; Margvelashvili *et al.*, 2010).

3.3 Fotoiniciadores

Para que possa ser aplicada a resina composta, o adesivo requer uma fotopolimerização prévia, de modo que haja uma ligação estabelecida entre os vários monómeros e melhor propriedades mecânicas (Van Landuyt et al., 2007).

A luz e os fotoiniciadores permitem a reação de polimerização, a quantidade de fotoiniciador é mínima (0,1% a 1%), para que no final da etapa seja consumido (Van Landuyt et al., 2007).

O elemento mais comum é a canforoquinona combinada com um co-iniciador. É um fotoiniciador eficiente, no entanto, a sua cor amarela-acastanhada influencia a cor do adesivo (Van Landuyt et al., 2007).

3.4 Inibidores

Os inibidores permitem uma redução nas ligações a radicais livres, provocadas pelos iniciadores; são antioxidantes e aumentam a durabilidade da solução.

Em geral, utiliza-se o hidroxitolueno butilado (BHT) e o monometil éster de hidroquinona (MEHQ) (Van Landuyt et al., 2007).

3.5 Partículas de carga inorgânica

Ao contrário do uso dos solventes, estas partículas são utilizadas para manipular as propriedades mecânicas do adesivo, aumentando a viscosidade e reduzindo a contração de polimerização, não são geralmente utilizadas (ou então em pequenas quantidades) e podem atribuir ao adesivo radiopacidade ou libertação de flúor (Van Landuyt et al., 2007).

4. Classificação dos sistemas adesivos

Os sistemas adesivos decompõem-se em três partes, o ácido/condicionador, o *primer*, e a resina hidrófoba. Estes são disponibilizados em separado ou combinados e a sua classificação provém da interação com os tecidos dentários e do número de passos de aplicação para cada um (Van Landuyt et al., 2007).

Em 2003, Van Meerbeek propõe a categorização que melhor classifica os sistemas adesivos. Esta considera a ação dos adesivos sobre a *smear layer* e o número de passos envolvidos na sua aplicação.

No primeiro grupo, ER, o ácido condicionador da superfície é fornecido à parte dos restantes componentes, havendo sob a forma de 1 ou 2 frascos, conforme a separação de *primer* e *bond*; e após aplicado, é realizada uma lavagem removendo a *smear-layer* (Marshall et al., 2010).

O grupo seguinte, SE, contém o ácido e *primer* numa mesma solução aquosa, formando-se monómeros acídicos que penetram na *smear layer* e não necessitam lavagem. A resina hidrófoba pode surgir em frasco independente (SE 2 passos) ou tudo num só frasco (SE 1 passo) (Breschi et al., 2008) (Figura 7). Neste caso, a *smear-layer* não é removida, mas sim alterada, integrando o substrato onde atua o sistema adesivo (Breschi et al., 2008; Cardoso et al., 2011; Perdigão & Swift et al., 2002).

Na última década têm surgido os sistemas adesivos universais ou multi-modo, partem de um SE *all-in-one* com as vantagens de poder ser decidido o substrato a intervir, podendo ser usados com a técnica ER, SE ou SEE (Perdigão et al., 2014).

Apesar de uma diminuição da durabilidade da resistência adesiva, a procura do adesivo ideal, tem partido para os adesivos ER de dois passos ou SE de um passo. Apesar de mais simples, a sua atuação ficou comprometida resultando na perda de eficácia adesiva devido à hidrólise e à desagregação dos componentes da resina ou substrato (Ting et al., 2015).

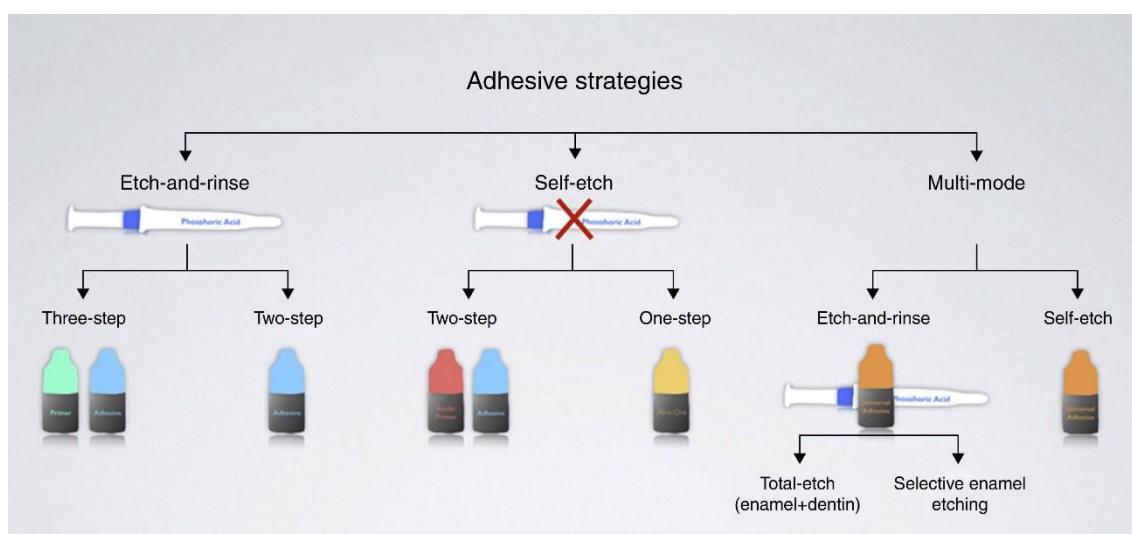


Figura 7 - Estratégias Adesivas (Sezinando, 2014)

4.1 Sistemas adesivos *etch-and-rinse*

Os sistemas ER, conhecidos também como condicionamento total de três passos, exigem a aplicação prévia do ácido ortofosfórico, de modo que a *smear layer* seja removida (figura 8); faz-se a lavagem e secagem de modo que seja removido o ácido e criado um substrato com humidade favorável à penetração do *primer* e adesivo (Van Meerbeek et al., 1996).

Os adesivos ER de dois passos, são semelhantes aos de três passos, no entanto o seu segundo passo aglomera os monómeros hidrofílicos e hidrofóbicos; combinam o *primer* com a resina fluída (Perdigão et al., 2014).

O ácido ortofosfórico apresenta um pH entre 0,1 e 0,4 e a desmineralização do substrato dentinário ocorre, normalmente, numa profundidade entre os 5 e 8 µm (Pashley et al., 2011). O *primer* é constituído por monómeros hidrofílicos dissolvidos ou em álcool ou em acetona. A resina fluida, com ou sem carga inorgânica, contém monómeros hidrofóbicos (Coelho et al., 2012).

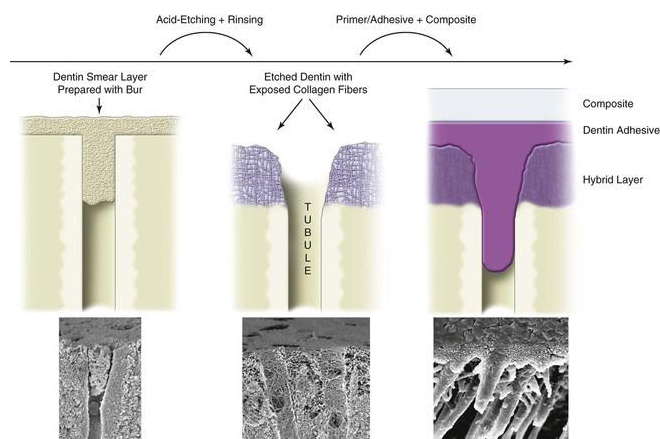


Figura 8 - Adesão à dentina através da estratégia ER (Perdigão et al., 2013)

Os adesivos com 2 passos atingem valores de adesão inferior aos de 3 passos, devido à falta da etapa final de aplicação de uma camada de resina hidrófoba. Assim, estão mais sujeitos a infiltrações da camada híbrida e degradação hidrolítica na interface adesiva. Adesivos que possuam a aplicação de uma camada de resina hidrófoba final tem melhores resultados *in vitro* já que protegem, em maior rigor, da degradação hidrolítica (Delbons et al., 2015).

A humidade ideal, após secagem, é dificilmente definida, no entanto, revela-se um passo importante a uma adequada infiltração da resina: uma secagem exagerada pode colapsar a rede de colagénio, impedindo a boa impregnação do adesivo (Breschi et al., 2008). No entanto, quando excessivamente molhada, dilui os componentes de *primer* e adesivo (Breschi et al., 2008).

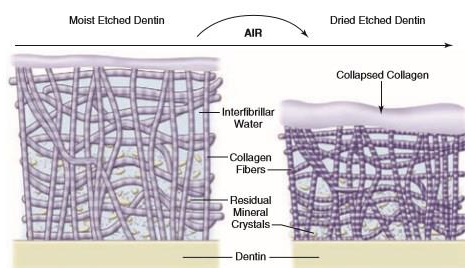


Figura 9 - Esquema que ilustra o colapso das fibras de colagénio após condicionamento e secagem da dentina (Perdigão et al., 2013)

Como abordado na contextualização histórica, e tendo em consideração estes desafios, surgiram, na década de 90, os adesivos *self-etch* (Coelho et al., 2012).

4.2 Sistemas adesivos *self-etch*

Estes sistemas adesivos (2 passos e 1 passo, respetivamente), caracterizam-se por ter menos passos no procedimento adesivo e por isso levar a uma menor frequência de erros do operador (por exemplo, a secagem da dentina após condicionamento ácido) assim como uma redução no tempo de aplicação e sensibilidade da técnica (Breschi et al., 2008; Van Landuyt et al., 2007).

Ao contrário dos *etch-and-rinse* (ER), a adesão dos SE tem sido descrita como menos previsível, especialmente no esmalte; a desmineralização, por estes mediada, é menos retentiva e, conseqüentemente, leva a valores de resistência adesiva inferiores ao esmalte (Kugel et al., 2000; Sensi et al., 2005).

O pH destes é mais fraco, e por isso não são potentes para a desnaturação do colagénio (Milia et al., 1999); reduzem a probabilidade de camadas híbridas com colagénio não suportado e suscetível de ser degradado já que ao mesmo tempo que condicionam, também impregnam (Van Meerbeek et al., 1996).

Van Meerbeek, em conjunto com outros investigadores (2003), classifica o pH variável dos sistemas SE em categorias, refletindo-se a sua performance condicionante pelo valor seu decrescente no grau de acidez.

Do pH mais alto ao mais baixo, descrevem-se, respetivamente, os adesivos ultras suaves ($\text{pH} < 2,5$), suaves ($\text{pH} \approx 2$), moderados ($1 < \text{pH} < 2$) ou fortes ($\text{pH} \leq 1$) (Van Meerbeek et al., 2003).

Os sistemas SE ultra suaves e suaves, desmineralizam muito pouco, por volta dos $1\mu\text{m}$ ou inferior (Cardoso et al., 2011; Pashley et al., 2002).

Os sistemas moderados, por ausência de condicionamento ácido prévio, dissolvem parcialmente a dentina, ficando também alguns remanescentes de hidroxiapatite no interior da camada híbrida. A camada híbrida formada é da ordem dos 1 a $2\mu\text{m}$ (Van Meerbeek et al., 2011).

No caso destes adesivos, a dentina que é desmineralizada é simultaneamente impregnada com monómeros resinosos (Perdigão, 2010).

Os sistemas autocondicionantes fortes não possuem o mesmo comportamento, e são equiparáveis aos sistemas ER; desmineralização mais profunda, maior formação de prolongamentos resinosos e de camadas híbridas espessas (Van Meerbeek et al., 2011).

Ainda assim, algo difere substancialmente e altera os valores de adesão para uma desaproximação dos valores dos ER; o fosfato de cálcio após o condicionamento não é lavado e por ser considerado uma molécula instável, e sem capacidade de união peptídica, compromete a integridade estrutural e durabilidade da camada híbrida (Van Meerbeek et al., 2011). Como abordado na problemática da adesão dos ER à dentina, muitas vezes a camada híbrida demonstra uma zona mais profunda onde houve condicionamento ácido, mas sem impregnação, já que os monómeros acídicos são fortes e mais tardiamente neutralizados, podendo atuar mesmo após a polimerização da resina (Van Meerbeek et al., 2011).

Pelos resultados da adesão e em termos teóricos, os SE fortes serão mais indicados no esmalte e os restantes na dentina, já que uma das limitações passa pela incapacidade dos monómeros acídicos condicionarem adequadamente o esmalte (Van Meerbeek et al., 2003, 2011).

Os adesivos de três passos continuam a ser o *gold standard* da atualidade, onde a adesão é assegurada, e são previsíveis, estáveis e eficazes (Coelho et al., 2012).

Já os adesivos autocondicionantes de dois passos podem ser uma boa alternativa, pois são mais *user-friendly*, têm menor sensibilidade à técnica e boa estabilidade a longo prazo. É de ressaltar que ambos estes sistemas aplicam uma camada extra de resina hidrofóbica, por isso, tornam-se mais resistentes à degradação por hidrólise comparativamente aos adesivos simplificados (Coelho et al., 2012; Sezinando, 2014).

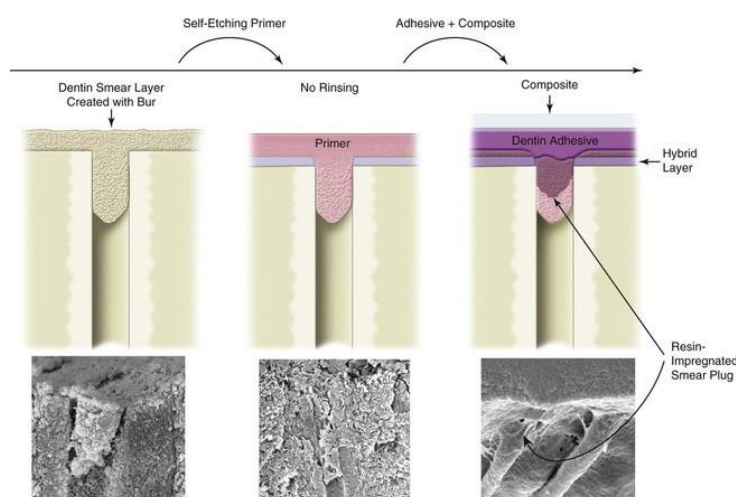


Figura 10 - Esquema de adesão à dentina através da estratégia SE (Perdigão, 2013)

4.3 Sistemas adesivos universais

A introdução dos adesivos universais ao mercado comercial deu-se em 2011 (onde a Kuraray perdeu os direitos de exclusividade da patente do 10-MDP), dá-se uma alteração na composição dos monómeros, assim, para além dos usuais monómeros de metacrilato, houve a adição dos monómeros de 10-MDP. Este, permite a ligação química ao cálcio oriundo da hidroxiapatite, ficando esta, superficialmente, dissolvida. O pH destes adesivos ronda os 2,2 a 3,2 (adesivos fracos pH>2, adesivos ultrafracos pH>2,5) (Perdigão et al., 2014).

Com a presença de iões cálcio (Ca^{2+}) do substrato, forma-se uma estrutura nanométrica, pela ligação destes ao 10-MDP (sais insolúveis 10MDP-Ca). O crescimento da estrutura pode atingir 3,5 a 4 nm de espessura, e designa-se por *nano-layering* (Perdigão et al., 2013; Van Meerbeek et al., 2003).

Nos sistemas universais, a interface adesiva é mais íntegra e estável devido à presença destas ligações químicas que são o componente *major* para a qualidade adesiva. Desta forma, cria-se uma interface adesiva mais íntegra e estável, tendo sido este processo de adesão química descrito como o mais importante para a qualidade da interface promovida por estes sistemas ao longo do tempo (Breschi et al., 2008; Van Meerbeek et al., 2011).

Por apresentarem grandes quantidades de água, é expectável uma degradação da interface (ainda que possuam o bis-GMA que evita a sorção de água na interface), para além disto, ao possuírem HEMA, há uma afetação do *nano-layering* já que este diminui a desmineralização da hidroxiapatite, decrescendo a formação de sais 10MDP-Ca (Perdigão et al., 2014; Yoshida et al., 2012).

Apesar de estudos demonstrarem que os sistemas universais possuem um desempenho similar a ER e SE simplificados, demonstrando a sua suscetibilidade à degradação; em termos comerciais, são apelativos, por permitirem ao operador a liberdade de escolher a técnica a utilizar, podendo ser aplicados como SE, ER ou com condicionamento seletivo do esmalte ou dentina (como complemento da adesão química, um condicionamento mais forte permite a retenção micromecânica) (Chen et al., 2015; Perdigão et al., 2013).

5. Degradação da interface adesiva

A composição da dentina, quer pela sua elevada hidratação, pela alta componente orgânica ou pela heterogénea distribuição dos túbulos, tornam-na uma membrana semipermeável e um substrato desafiante à adesão (Breschi et al., 2008; Pashley et al., 2011; Van Landuyt et al., 2007).

Breschi (2008), mostra que os valores de adesão imediata à dentina nem sempre se correlacionam com os resultados a longo prazo, devido à degradação na interface adesiva que ocorre por volta dos 6 meses (Breschi et al., 2008).

Esta instabilidade encontra-se associada à estrutura porosa da camada híbrida (inevitavelmente permeável, mesmo após a polimerização), ainda assim, os componentes da camada híbrida (matriz orgânica dentinária, hidroxiapatite residual, solventes,

monómeros resinosos podem sofrer envelhecimento ou degradação (Breschi et al., 2008; Carvalho et al., 2012; Pashley et al., 2011). A interface adesiva criada depende, substancialmente, da técnica adesiva utilizada: os sistemas ER de dois passos e SE de um passo possuem uma grande quantidade de monómeros hidrofílicos, não apresentando a interface coberta por uma camada final de resina hidrofóbica, ao invés dos ER 3 passos e SE 2 passos.

A degradação bioquímica da interface, cronologicamente, envolve: deteriorações da camada híbrida (degradação hidrolítica dos polímeros adesivos hidrofílicos por sorção de água - nanoinfiltração, ou microinfiltração aquando da penetração de bactérias por fendas na interface ou falta de selamento eficaz), degradação proteolítica das fibrilhas de colagénio por ação das MMP (metaloproteinases da matriz de dentina)(Perdigão et al., 2013).

A presença de água e a sua movimentação na interface adesiva tem sido estudada em investigações por microscopia eletrónica, onde o nitrato de prata utilizado revela as *water-trees*, evidenciando zonas sem remoção completa de água. Esta pode ter a sua fonte do exterior ou da dentina (pelo gradiente de pressão pulpar); nos ER, a pressão pulpar é positiva já que há remoção completa da smear layer e por isso haverá um contacto direto de fluído à zona de adesão, os SE, pela manutenção da smear layer levam a uma pressão aparentemente não significativa (Mjör, 2009; Pereira et al., 1999). Outro fator mencionável onde a presença de água intervém significativamente, é o grau de conversão do adesivo, onde, por exemplo, em SE de um passo, a permeabilidade é maior e o grau de conversão é menor (Breschi et al., 2008).

As MMP's são enzimas que contêm iões zinco e que são estabilizadas por iões cálcio, degradam a matriz celular, levando à hidrólise catalítica. Têm sido apresentadas várias soluções a esta problemática de modo a inibir ou desativar as MMPs como a clorexidina, o ácido etilenodiamino tetra-acético (EDTA). Outros métodos como os *cross-linking-agents*, a remineralização biomimética e o *ethanol wet-bonding* são utilizados para aumentar a durabilidade da interface adesiva. (Breschi et al., 2008; Perdigão et al., 2013).

Para além das propriedades antimicrobianas, a clorexidina possui uma carga positiva, competindo com as MMPs nas zonas de ligação, inativando a sua capacidade proteolítica. Apesar de inibir estas enzimas, não tem a capacidade de impedir a penetração de água na

interface adesiva. A aplicação de soluções de clorexidina em dentina condicionada não influencia as forças de adesão. O EDTA aplicado sobre a dentina condicionada entre a 1 a 5 min, revela um comportamento semelhante à clorexidina (Liu et al., 2011; Perdigão et al., 2013, 2014; Sezinando, 2014).

Os agentes de ligações cruzadas, glutaraldeído e carbodimida, entrecruzam as cadeias peptídicas do colagénio, tornando-as mais resistentes antes da adesão, e evidenciam inibição das MMP's, contudo, demoram muito tempo a atingir os objetivos terapêuticos e por isso pouco aplicáveis clinicamente (Liu et al., 2011; Perdigão et al., 2013).

A remineralização biomimética passa por uma solução que, após a polimerização, visa intervir na remineralização das zonas da camada híbrida ocupadas por água e circundantes a fibras de colagénio (impedindo a ação das MMPs), sendo que esta água nas zonas inter e intrafibrilares deveria ser ocupada por cristais de hidroxiapatite (Perdigão et al., 2013).

A técnica *ethanol wet-bonding* (utilizada em sistemas ER) baseia-se na aplicação de um *primer* hidrofóbico com etanol, sobre a dentina condicionada; o etanol residual é evaporado e coloca-se uma resina adesiva hidrofóbica. Esta técnica apresenta melhores resultados *in vitro* por comparação à técnica de adesão à dentina humidificada (*water-wet-bonding technique*).

Nos últimos tempos tem vindo a ser investigada a *ethanol wet-bonding* (técnica de adesão em adesivos SE com etanol). A técnica consiste na aplicação de um *primer* hidrofóbico solvatado com etanol (em vez de água), sobre a dentina condicionada e saturada em etanol; seguidamente, realiza-se a evaporação do solvente residual e é colocada uma resina adesiva hidrofóbica que, por fim, é polimerizada; em termos concretos, o uso do etanol permite que haja uma aplicação de monómeros hidrofóbicos, sobre a dentina desmineralizada, normalmente impossibilitada pela presença de água, assim as fibras de colagénio são impregnadas por monómeros que pelo seu comportamento hidrofóbico permitem maiores forças de adesão e prevenção de degradações hidrolíticas precoces (Liu et al., 2011; Pashley et al., 2011; Perdigão et al., 2013; Sezinando, 2014).

Assim conclui-se que a maior afetação da interface adesiva se dá em sistemas ER simplificados, já que existe uma discrepância entre a profundidade de desmineralização e a profundidade de impregnação dos monómeros adesivos (Wang & Spencer, 2002).

6. Aplicação de camadas adicionais de adesivo

Visando o aumento da força de adesão à dentina, e tendo em conta que a qualidade da adesão provém da qualidade da camada híbrida, e não apenas da espessura ou forma dos *resin-tags* (Breschi et al., 2008), a aplicação de uma camada extra de resina hidrofóbica pode aumentar as forças adesivas por conservar a dentina hibridizada e permitir um amortecimento às forças de contração durante a polimerização. Para além disto, a aplicação de camadas adicionais de adesivo em sistemas SE simplificados permite um reforço da desmineralização e melhor adaptação marginal como demonstram Pushpa e Suresh (2010); após a aplicação de duas camadas de adesivo SE de um passo, pela maior concentração de monómeros acídicos e impregnação de monómeros resinosos na dentina, houve uma maior adaptação marginal (Pushpa & Suresh, 2010).

7. Condicionamento ácido seletivo da dentina

Consideramos o *selective dentin etching*, como uma nova abordagem de adesão à dentina, aliado à utilização de sistemas adesivos universais, que deve ser entendido e melhor explorado.

A introdução ao mercado dos adesivos universais tem permitido uma grande versatilidade à adesão já que a adesão imediata à dentina não é afetada pela técnica SE ou ER destes adesivos, já que se deu uma redução no pH adesivo (Chen et al., 2015).

A precipitação dos sais 10-MDP-Ca (*nanolayering*) é mediada por monómeros de capacidade desmineralizadora mais baixa ($\text{pH} > 2,5$, adesivos ultra-suaves ou $\text{pH} \approx 2$, adesivos suaves), e por isso conclui-se a importância de um remanescente de hidroxiapatite na interface que gere boa adesão química (Van Meerbeek et al., 2011).

Ainda que existam vários estudos que demonstram que adesivos universais têm melhores resultados *in vitro* quando utilizados no modo SE ao invés de ER (condicionamento ácido 15 segundos), os resultados *in-vivo* são contraditórios ao mostrar que no modo ER os resultados a longo prazo são ligeiramente superiores (Perdigão et al., 2013; Sezinando, 2014).

Enquanto o condicionamento ácido a 15 segundos na dentina remove quase todo o conteúdo mineral, expõe as fibras de colagénio e facilita as interações monómero-colagénio, os adesivos no modo SE baseiam-se na capacidade desmineralizadora para modificar e encapsular a smear layer pouco aderida na interface adesiva (Pashley et al., 2011; Van Landuyt et al., 2015).

Tendo em conta que a desmineralização da hidroxiapatite é influenciada pelo tempo de condicionamento ácido, a solução passa pela manutenção de maiores quantidades de cálcio na camada híbrida pela redução no tempo de ação ácida.

Assim, o estudo de Stape (2018) comprova que o condicionamento ácido da dentina por 3 segundos não expõe em demasia as fibras de colagénio ao contrário do condicionamento a 15 segundos que produziu os resultados mais baixos a nível de adesão (e de permeabilidade da camada híbrida) a longo prazo. Com o tempo de condicionamento reduzido a 3 segundos, a adesão imediata e a longo prazo da dentina são melhores, as interfaces são mais resistentes à degradação hidrolítica e apresentam conteúdos de cálcio semelhantes à técnica de SE (sem condicionamento ácido prévio).

Apesar destas melhorias, deve ser realçado o carácter hidrofílico dos adesivos universais (*all-in-one*) que dificulta a adesão a longo prazo e em comparação a adesivos como os ER de 3 passos, induz um declínio mais rápido da qualidade adesiva (Stape et al., 2018).

8. Testes de avaliação da resistência adesiva

Os testes laboratoriais são utilizados pelos profissionais, por extrapolação dos resultados, na ótica de ter um conhecimento sobre o comportamento previsível clínico (Perdigão, 2002).

Apesar de se tentarem aproximar rigorosamente da situação *in vivo*, apenas conseguem uma aproximação limitada, e ainda que as situações de testagem de adesivos sejam muitas vezes *in vitro* sem correlação direta com *in vivo*, estas permitem uma comparação do mesmo produto(s) com aplicações/variações diferentes de modo a prever um comportamento clínico e preceder a aplicações *in vivo* (Delbons et al., 2015).

8.1 Testes de resistência adesiva por microtração (μ TBS)

No teste de resistência adesiva por microtração (figura 11), Sano *et al.* (1994) demonstra que se dá uma relação inversamente proporcional entre os valores de μ TBS e a área de superfície de adesão (Perdigão, 2015).

Provam que a redução na área a testar influencia os valores de resistência adesiva (aumento), assim como reduz as fraturas de teste a, maioritariamente, fraturas adesivas, sendo as coesivas mínimas. Explica-se por uma distribuição de forças mais homogênea (Perdigão, 2002, 2015).

Com a redução da área por teste, há um maior aproveitamento de cada dente, por possibilitar a confecção de maior número de amostras em cada dente, comparando a adesão dentro das amostras de um dente ou entre vários dentes. A sua reduzida dimensão facilita, também, o preparo das amostras e análise em MEV (Garcia *et al.*, 2002; Perdigão 2015).

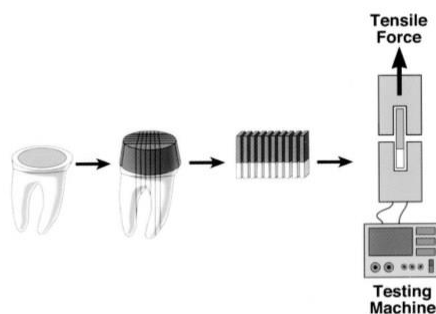


Figura 11 - Esquema ilustrativo da preparação de espécimes para o teste de microtração μ TBS (Perdigão, 2002)

Esta técnica é exigente, estando dependente da prática do operador e da fragilidade das amostras, sendo o corte do dente em “palitos”, o mais sensível (como mencionado anteriormente, as características de adesivos universais em SE podem levar a várias fraturas pré-teste dos palitos a testar) (Perdigão, 2015; Van Meerbeek *et al.*, 2010).

Ainda assim, o teste de resistência adesiva em microtração é apontado como método seguro na avaliação de sistemas adesivos, principalmente quando o substrato é dentina,

já que o esmalte é mais débil, com um módulo de elasticidade baixo e, por isso propenso a defeitos de estrutura (Gallusi et al., 2009a; Perdigão, 2015).

Apesar de algumas críticas, o teste de resistência adesiva em microtração tem sido apontado como um método seguro e fiel para a avaliação da união de sistemas adesivos com a estrutura dentária, principalmente, a dentina (Perdigão, 2015).

8.2 Microscopia Eletrónica de varrimento

De modo a analisar morfologicamente a interface adesiva, utilizamos o MEV para estudar o comportamento dos protocolos experimentais. Permite a obtenção de imagens de alta resolução, ao contrário de um microscópio ótico, que recorre à luz visível, ao invés do uso de eletrões. Os mesmos, são lançados de um filamento de tungsténio carregado eletricamente, atravessam e percorrem a amostra e ressaltam na câmara de vácuo sendo detetados por um sensor que gera a imagem. Atingem magnificações muito elevadas e maior profundidade do campo de imagem; a utilização deste equipamento requer o conhecimento do protocolo de preparação e análise de amostras, que será exposto no capítulo de Materiais e Métodos.

II. Objetivos

Esta investigação visou avaliar laboratorialmente a resistência adesiva, por μ TBS à dentina, com diferentes protocolos de aplicação do sistema adesivo universal Futurabond® M+ (VOCO), às 24 h.

De modo a avaliar qualitativamente os protocolos, pretendeu-se, também, fazer uma análise qualitativa da ultramorfologia da interface adesiva através de MEV.

III. Hipóteses de estudo

Hipótese Nula:

O protocolo de aplicação do sistema adesivo Futurabond® M+, não influencia os valores de resistência adesiva às 24 h

Hipótese Alternativa:

O protocolo de aplicação do sistema adesivo Futurabond® M+, influencia os valores de resistência adesiva às 24 h

IV. Materiais e métodos

1. Seleção e armazenamento da amostra

Este estudo foi realizado no Laboratório de Biomateriais da Egas Moniz School of Health & Science no centro de microscopia eletrónica e histopatologia Egas Moniz.

Foram selecionados 30 molares humanos hígidos (figura 12), do Banco de Dentes Humanos da Clínica Dentária Universitária Egas Moniz com aprovação da Comissão de Ética da Egas Moniz.

Armazenou-se os dentes em cloramina tri-hidratada 1% a 4 °C durante uma semana e depois a solução foi alterada para água destilada a 4 °C.

De modo a manter a preservação dos dentes, até à preparação e restauração, a solução de água destilada foi substituída semanalmente.

Foram removidos os tecidos orgânicos residuais com o auxílio de curetas gracey 5/6, posteriormente foram higienizados com escova profilática e pedra-pomes por 15 s a baixa velocidade.

1.1. Materiais

Os materiais utilizados foram:

- Sistema adesivo universal Futurabond® M+ (VOCO, Cuxhaven, Alemanha) (tabela 1)
- Ácido ortofosfórico CyberTech Etch Gel 37% (DE Healthcare Products, Gillingham, UK) (tabela 2)
- Resina Composta Restauradora Filtek Z250 (3M™ ESPE, St. Paul, MN, EUA) (tabela 3)

Tabela 1- Composição química, e fabricante e instruções de utilização do Futurabond® M+ para restaurações diretas de acordo com o fabricante

Futurabond® M+ Universal Adhesive Voco, Cuxhaven, Alemanha	Composição Química
Sistema adesivo Universal (fraco) pH= 2.3 	HEMA, Bis-GMA, UDMA, Etanol, Monômero Ácido, Adesivo, Iniciador, Catalisador, Ácidos Silícicos pirogênicos
Lote: 2317643 Validade: 28/03/2026	Instruções de Utilização
	Técnica de Self-etch: 1. Colocar 1 gota de adesivo no prato de mistura. 2. Espalhar o adesivo por todas as superfícies da cavidade durante 20 segundos 3. Jato de ar durante pelo menos 5 segundos 4. Fotopolimerizar 10 segundos Técnica de Self-etch com SDE: 1. Aplicar o ácido durante 3 segundos 2. Lavar durante pelo menos o mesmo tempo do condicionamento ácido e secar sem desidratar a dentina. 3. Colocar 1 gota de adesivo no prato de mistura 4. Espalhar o adesivo por todas as superfícies da cavidade durante 20 segundos (no grupo FB2, o passo 4 e 5 são realizados 3 vezes) 5. Jato de ar pelo menos 5 segundos 6. Fotopolimerizar durante 10 segundos

Tabela 2 - Composição química e fabricante e instruções de utilização do Cybertech Etch Gel 37%

CyberTech Etch Gel 37% DE Healthcare Products Gillingham UK	Composição Química
	Ácido Fosfórico 37% (H3PO4)
Lote: A2270 Validade: 02/2024	Instruções de Utilização
	Técnica de Self-etch: 1. Colocar 1 gota de adesivo no prato de mistura. 2. Espalhar o adesivo por todas as superfícies da cavidade durante 20 segundos 3. Jato de ar durante pelo menos 5 segundos 4. Fotopolimerizar 10 segundos Técnica de Self-etch com SDE: 1. Aplicar o ácido durante 3 segundos 2. Lavar durante pelo menos o mesmo tempo do condicionamento ácido e secar sem desidratar a dentina. 3. Colocar 1 gota de adesivo no prato de mistura 4. Espalhar o adesivo por todas as superfícies da cavidade durante 20 segundos (no grupo FB2, o passo 4 e 5 são realizados 3 vezes) 5. Jato de ar pelo menos 5 segundos 6. Fotopolimerizar durante 10 segundos

Tabela 3- Composição química, fabricante e instruções de aplicação da resina composta Filtek™ Z250

Resina Composta Filtek™ Z250 3M ESPE, St. Paul, MN, USA	Composição Química
	Zircônio/sílica, BisEMA, UDMA, Bis-GMA, TEGDMA
Lote: 10026087 Validade: 03/2026	Instruções de Utilização 1) Colocar o material restaurador por incrementos de até 2,5mm; 2) Deixar transbordar ligeiramente o preenchimento da cavidade para permitir a extensão do compósito para além das margens da cavidade. Contornar, traçar/formar com instrumentos de compósito adequado. 3) Fotopolimerizar durante 20 seg.

1.2. Equipamentos

- Máquina de testes universal (Shimadzu Autograph AG-IS, Tóquio, Japão)
- Microscópio Eletrónico de Varrimento (JEOL, JSM-7001F, USA)
- Micrótomo de tecidos duros (Isomet 1000, Buehler® Ltd, Lake Bluff, IL, EUA);
- Polidora (LaboForce-1, Struers, Dinamarca)



Figura 12 – Parte dos dentes utilizados no estudo

2. Grupos Experimentais

Os 30 dentes selecionados foram distribuídos aleatoriamente por 3 grupos experimentais (n=10): GC, FB1, FB2 (figura 13).

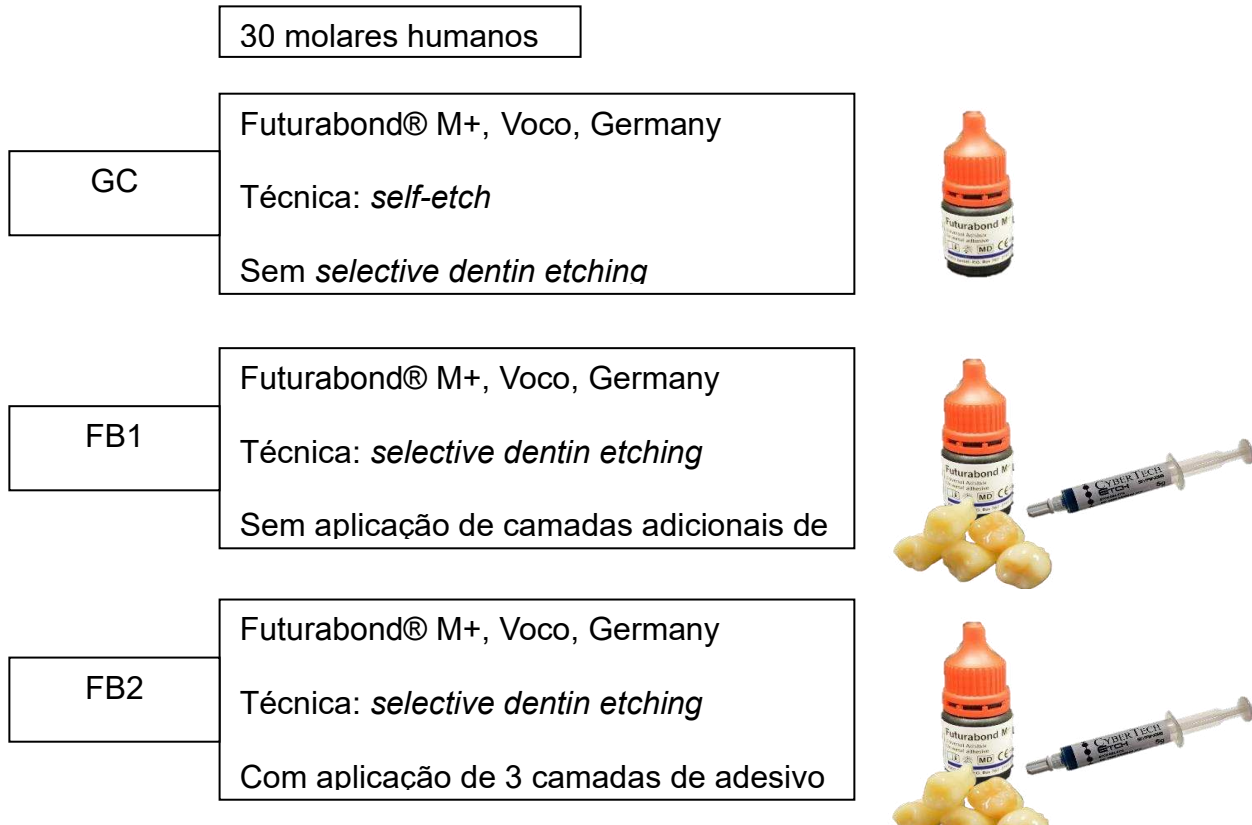


Figura 13 - Distribuição dos grupos de estudo

3. Preparação dos espécimes

- Cada dente foi colado com auxílio de cera colante e com cola de cianocrilato (Würth® Kunzensaul, Alemanha) num suporte acrílico (figura 14);
- Limitaram-se as zonas a seccionar com um marcador permanente (Staedtler Lumocolor® Permanent, Moosaeckerstrasse, Nuernberg,) de forma a remover os esmalte oclusal e raízes, obtendo-se uma fatia de dentina média com cerca de 2 mm de espessura (figura 15);
- Os cortes foram feitos com uma lâmina diamantada a baixa velocidade, sob irrigação, no micrótopo de tecidos duros (Isomet 1000, Buehler® Ltd, Lake Bluff, IL, USA);
- Exposta a dentina média e verificada a ausência de esmalte na face a testar, de simulou-

se a *smear layer* com recurso a uma polidora (LaboForce-1, Struers, Denmark) com uma lixa SiC de grão 600 (Buehler® Ltd, Lake Bluff, IL, USA) durante 60 s (figura 16);

- Aplicou-se o sistema adesivo de acordo com o grupo experimental;
- Procedeu-se à restauração com Filtek™ Z250 segundo as recomendações do fabricante para a cor A2 (incrementos de até 2,5mm) até que a restauração perfizesse uma altura total mínima de 6 mm (figura 17);
- A fotopolimerização foi realizada com fotopolimerizador (LED COXO® DB 686, Froshan COXO Medical Instruments, Guangdong, China), com uma intensidade de $\geq 1200 \text{ mW/cm}^2$;
- De modo a perceber as zonas de dentina central e periférica, marcou-se um quadrado no centro da restauração (figura 18);
- Após a restauração, o dente foi armazenado com água destilada numa estufa (Memmert INE 400, Memmert, Germany) a 37 °C durante 24 h (figura 19);



Figura 14 - Dente colocado no fixador com marcações a seccionar



Figura 15 - Dente com dentina exposta

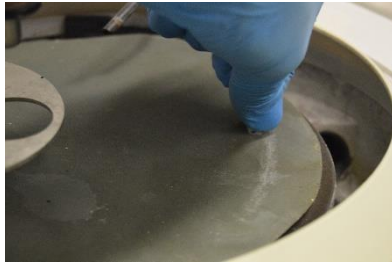


Figura 16 - Criação de *smear layer* padronizada

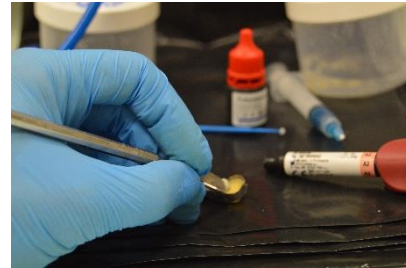


Figura 17 - Confeção da restauração

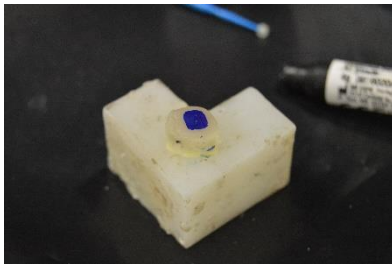


Figura 18 - Dente restaurado com zona central identificada



Figura 19 - Estufa de armazenamento dos dentes

- Programou-se o micrótomo para realizar cortes múltiplos com a uma velocidade de 0.350 mm/min e que distassem $1 \pm 0,3 \text{ mm}^2$ entre si, tanto no eixo do x como y (figuras 20-22);
- Feitos os cortes no sentido x e y efetuou-se um corte único final de forma a obter os palitos (figura 23-25);



Figura 20 - Micrótopo de tecidos duros

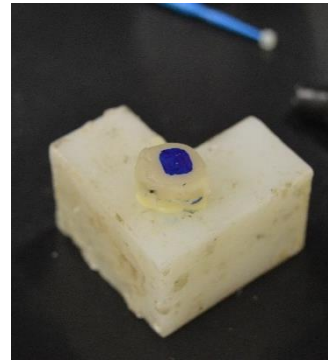


Figura 21 - Fixador com dente montado na vertical com marcação da zona com dentina central



Figura 22 - Dente a ser cortado num sentido

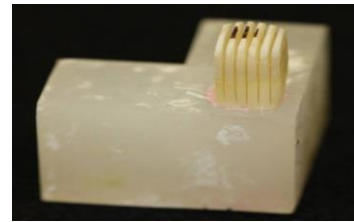


Figura 23 - Dente cortado num sentido

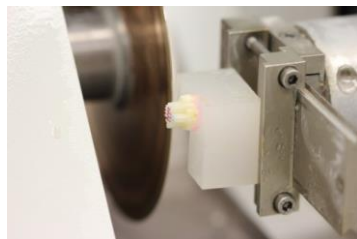


Figura 24 - Dente cortado em x e y, corte em palitos



Figura 25 - Palitos de dentina-resina

4. Ensaio de μ TBS

O ensaio de microtração foi realizado numa máquina de testes universal, com uma célula de carga 5 kN e uma velocidade de tração de 1 mm/min, respeitando as novas guidelines, para o teste μ TBS, da *Association for Dental Materials* (2017) (Armstrong et al., 2017).

- Mediu-se, com o auxílio de uma craveira digital (Maachi, Digital Caliper, BS Pyromatic, Índia), a aresta dos palitos na zona mais próxima da interface dentina/resina de forma a calcular posteriormente a área (figura 26);
- Colocaram-se os espécimes num *jig* de Geraldeli, com cola de cianocrilato (Zapit®, Dental Ventures of America, Corona, CA, USA) (figura 27);
- Introduziu-se o *jig* na máquina de testes universal, onde os espécimes foram testados até

à falha (figuras 28 e 29);

- Após a fratura do palito, analisou-se o local de fratura com o auxílio de um microscópio ótico (Leica ATC2000, Leica Microsystems, Buffalo, EUA) classificando-se a fratura de acordo com a tabela 4 (Luque-Martinez et al., 2014);

- Registou-se todos os dados obtidos numa folha de Excel com tamanho e área da amostra, resistência à fratura e a resistência por secção respetiva de cada palito.



Figura 26 - Medição dos palitos com craveira digital



Figura 27 - Jig de aço inoxidável com palito colado

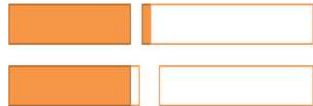


Figura 28 - Máquina de testes universal



Figura 29 - Máquina de testes universal a tracionar o palito

Tabela 4 - Tabela de classificação de fraturas

Adesiva	fratura surgiu na interface dentina-adesivo	
Coesiva	fratura surgiu unicamente na dentina ou na resina composta	
Mista	Fratura dá-se entre dentina e resina	

7. Análise ultramorfológica em MEV

De modo a poder observar cada grupo experimental em MEV foram selecionados 2 palitos de cada grupo experimental, seguindo o protocolo de preparação de Perdigão et al. (1996), com recurso a 3 etapas: fixação, desidratação e metalização.

Fixação

Os palitos são submersos numa solução composta por glutaraldeído (2,5%) e tampão de cacodilato de sódio (2,14 g para 100 ml; 0,1 M a pH=7,4) a 4 °C durante 24 hs. Após este período foram submersos em 3 lavagens apenas com tampão de cacodilato de sódio (0,2 M a pH=7,4) durante 20 min cada (perfazendo 1 h).

Desidratação

Nesta etapa, o objetivo é remover o máximo de água presente na amostra. Assim, imediatamente após a fixação, as amostras foram lavadas em água destilada por 1 min. Depois deste passo, a desidratação foi feita com recurso a álcool etílico de concentrações ascendentes (70% por 20 min, 95% por 20 min e 100% em três imersões de 20 min cada).

De modo a obter uma melhor visualização da amostra em MEV, emergiu-se a amostra, por 5 min e 10 min, em 0,1N HCL e 10 min de 10% de NaOCl (hipoclorito de sódio) em todas as amostras; permite desmineralização superficial para permitir a remoção de detritos orgânicos e inorgânicos formados pelo corte do disco diamantado do micrótomo.

Finalmente, submergiu-se as amostras em reagente HMDS (hexametildisilano) por 2 vezes num período de 10 min cada, foram secados à temperatura ambiente e com recurso a papel de filtro absorvente durante 24 h.

Metalização

Dispuseram-se as amostras num sputter coater (Jeol Fine Coat Ion Sputter JFC-1100E, Tóquio, Japão) e fixadas com fita-cola dupla-face de carbono. Foi depositada uma camada fina (cerca de 20 nm) de ouro/paládio que conferiu a condutividade elétrica para a observação da amostra. As amostras escolhidas à análise foram retiradas do grupo de 10 min de condicionamento com 6 N HCL.

Os espécimes foram, entretanto, observados no MEV, tendo sido realizadas fotografias com 2 ampliações (750 x e 2000 x) onde se avaliaram os seguintes parâmetros:

- o Integridade da interface adesiva.
- o Espessura da interface adesiva formada entre o sistema adesivo e o substrato dentinário;
- o Formação de prolongamentos de resina;
- o Formação de microprolongamentos laterais entre os prolongamentos principais de resina;

V. Resultados

1. Teste μ TBS – estatística descritiva

Na tabela 5, encontram-se os resultados da estatística descritiva dos valores de resistência adesiva em **GC**, **FB1** e **FB2**.

Tabela 5 - Estatística Descritiva dos grupos teste

Protocolo de Adesão	Máximo (MPa)	Mínimo (MPa)	Média + Desvio Padrão (MPa)	Mediana (MPa)	Média + Amplitude Interquartil (MPa)
GC	27,00	18,40	22,97 $\pm$ 3,07	23,10	22,97 $\pm$ 5,82
FB1	31,30	22,70	27,1 $\pm$ 2,40	27,15	27,1 $\pm$ 2,13
FB2	29,00	21,8	25,36 $\pm$ 2,09	25,20	25,36 $\pm$ 2,50

Ao grupo **GC**, foi atribuído o valor médio de 22,97 $\pm$ 3,07 MPa; ao grupo **FB1**, foi atribuído o valor médio de 27,1 $\pm$ 2,40 MPa; ao grupo **FB2** foi atribuído o valor médio de 25,36 $\pm$ 2,09 MPa.

De modo a analisar a normal distribuição de amostras, realizou-se o teste de normalidade de Shapiro-Wilk (tabela 6) para os 3 grupos, onde as significâncias foram superiores a 0,05.

Tabela 6 - Teste de Normalidade

Testes de Normalidade							
	Protocolo adesão	Kolmogorov-Smirnov ^a			Shapiro-Wilk		
		Estatístico a	gl	Sig.	Estatístico a	gl	Sig.
μ TBS (MPa)	GC	,160	10	,200*	,928	10	,429
	FB1	,267	10	,042	,926	10	,410
	FB2	,140	10	,200*	,978	10	,954

*. Este é um limite inferior da significância verdadeira.

a. Correlação de Significância de Lilliefors

Verifica-se assim que há uma normal distribuição dos dados por grupo, pelo que se procedeu à análise dos resultados com o teste paramétrico **ANOVA one-way** (tabela 7).

Tabela 7 - Teste ANOVA

ANOVA					
μ TBS (MPa)					
	Soma dos Quadrados	df	Quadrado Médio	Z	Sig.
Entre Grupos	85,989	2	42,994	6,575	,005
Nos grupos	176,545	27	6,539		
Total	262,534	29			

Os resultados do teste ANOVA demonstram diferenças estatisticamente significativas $p < 0,05$, entre os 3 protocolos de adesão em estudo.

Recorreu-se ao teste *post-hoc de Tukey* para verificar entre que grupos existiam essa diferenças (tabela 8).

Tabela 8 - Teste de Comparações Múltiplas

Variável dependente: μ TBS (MPa)

Tukey HSD

(I) Protocolo adesão	(J) Protocolo adesão	Diferença média (I-J)	Erro Padrão	Sig.	Intervalo de Confiança 95%	
					Limite inferior	Limite superior
GC	FB1	-4,13000*	1,14356	,003	-6,9654	-1,2946
	FB2	-2,39000	1,14356	,111	-5,2254	,4454
FB1	GC	4,13000*	1,14356	,003	1,2946	6,9654
	FB2	1,74000	1,14356	,297	-1,0954	4,5754
FB2	GC	2,39000	1,14356	,111	-,4454	5,2254
	FB1	-1,74000	1,14356	,297	-4,5754	1,0954

*. A diferença média é significativa no nível 0.05.

Analisando a tabela acima, verifica-se que existe uma diferença estatisticamente significativa entre **FB1** e **GC** ($p = 0,003$).

Comparando o **GC** e **FB2**, verifica-se que não existem diferenças estatisticamente significativas ($p > 0,05$). Também entre os grupos **FB1** e **FB2** não foram detetadas diferenças estatisticamente significativas ($p > 0,05$).

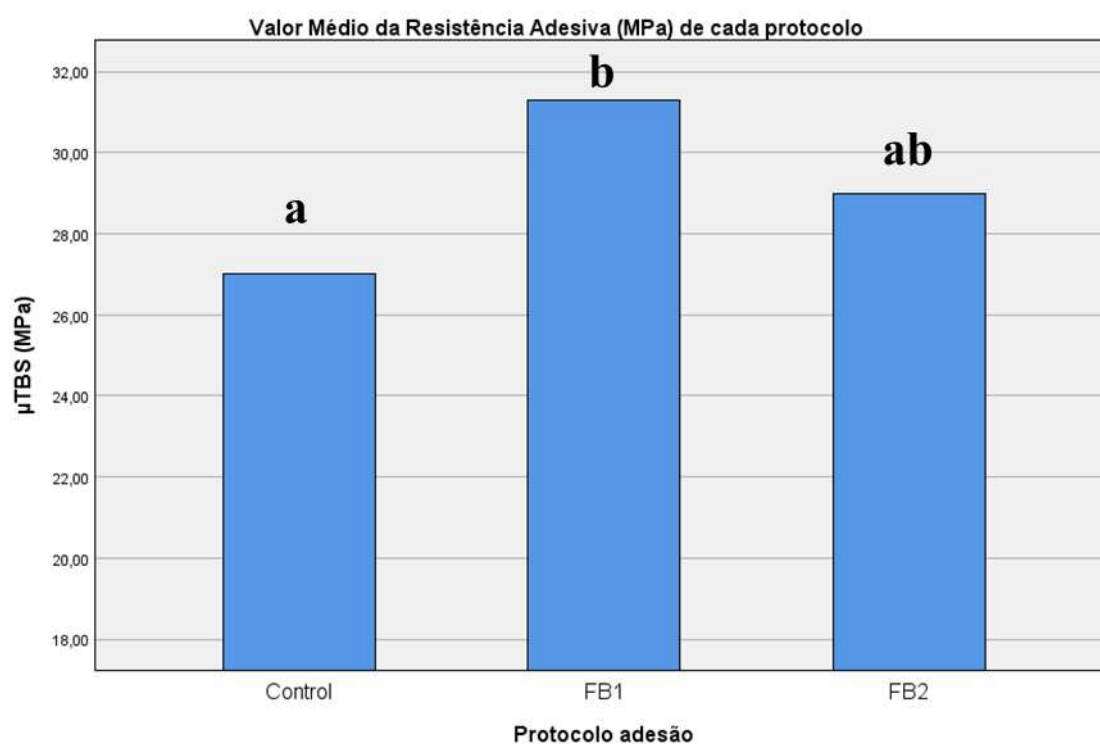


Figura 30 – Valores de resistência adesiva (MPa) por protocolo (letras semelhantes, sob as barras, indicam grupos estatisticamente semelhantes, $p > 0,05$)

2. Análise Ultramorfológica da Dentina Testada

Conforme as imagens obtidas (figura 31 a figura 36) verificou-se diferença entre espessura da camada híbrida do GC e dos grupos experimentais com SDE.

As interfaces adesivas aparentaram estar íntegras em todos os grupos experimentais.

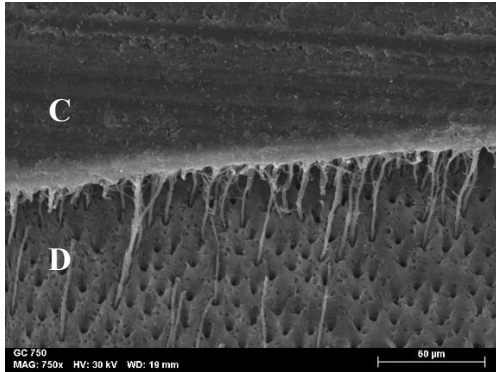


Figura 31 - Interface adesiva criada no GC em MEV, 750x (C – Compósito, D – dentina)

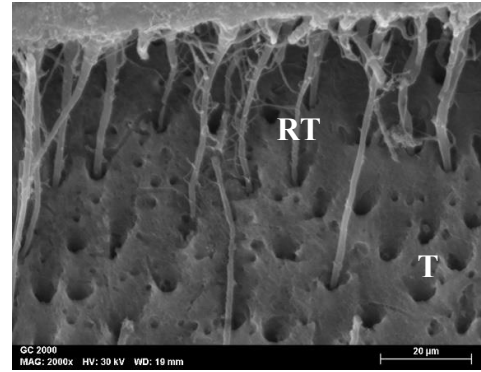


Figura 32 - Interface adesiva criada no GC em MEV, 2000x (RT – resin tags, T – túbulos dentinários)

No grupo GC (figura 31 e 32), verificou-se uma menor formação de prolongamentos de resina, sendo, no entanto, evidente a formação de prolongamentos de resina laterais.

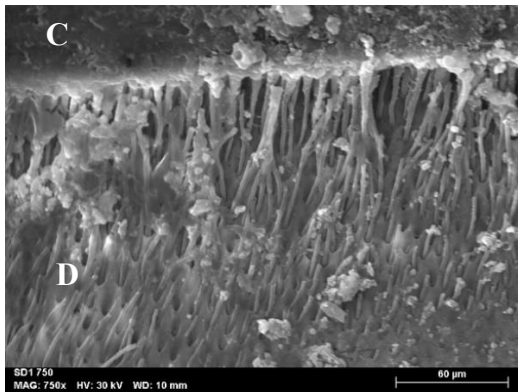


Figura 33 - Interface adesiva criada no FB1 em MEV, 750x (C – Compósito, D – dentina)

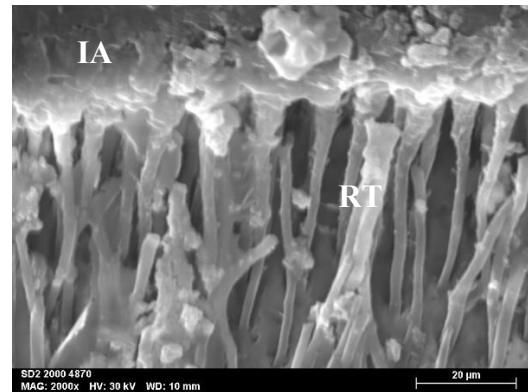


Figura 34 - Interface adesiva criada no FB1 em MEV, 2000x (RT – resin tags, IA – interface adesiva)

Apesar da presença de alguns sais que permaneceram na amostra (insuficiente lavagem do NaOCl) verifica-se que, no grupo FB1 (figura 33 e 34), há um maior padrão desmineralizante devido ao uso do sistema adesivo com SDE (3 s), onde há maior quantidade de túbulos dentinários, não só expostos, como também impregnados por resina.

Observa-se um maior grau de ramificação e espessura dos mesmos, a espessura da interface é, também, maior que no GC.

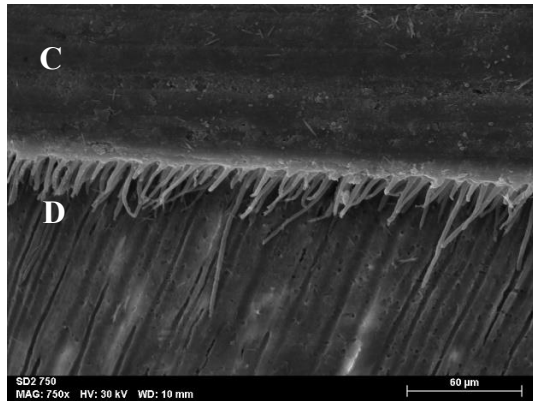


Figura 35 - Interface adesiva criada no FB2 em MEV, 750x (C – Compósito, D – dentina)

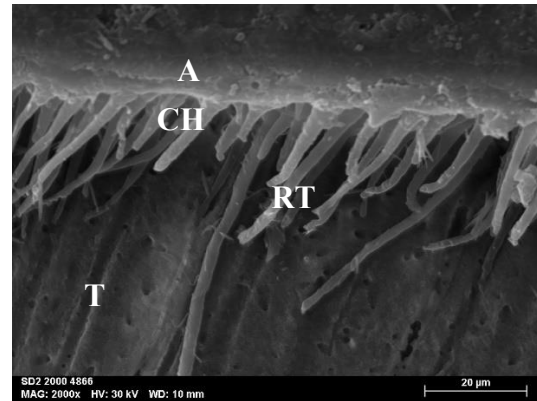


Figura 32 - Interface adesiva criada no FB2 em MEV, 2000x (RT – *resin tags*, T – túbulos dentinários, A – camada de adesivo, CH – camada híbrida)

No grupo FB2, o padrão de desmineralização é semelhante ao FB1 e a interface adesiva é notoriamente mais espessa, no entanto, os *resin-tags* são de menores dimensões, tanto em comprimento como em largura em relação ao FB1, sendo, no entanto, em maior quantidade que o GC.

VI. Discussão dos Resultados

O principal objetivo nesta investigação foi observar a influência de 3 protocolos de aplicação de um sistema adesivo Universal sobre a resistência adesiva na dentina e a ultramorfologia da interface adesiva formada.

De modo a testar a resistência adesiva da dentina, recorreu-se ao teste de μ TBS já que é o teste mais indicado para avaliar as forças adesivas ao esmalte e à dentina, por se tratar de um teste onde as amostras são de um tamanho mais reduzido, normalmente numa área inferior a 1 mm², há um maior número de amostras por peça dentária possibilitando estudar a qualidade de forças numa região do dente (dentina coronária lateral vs central, p.e.) as forças são mais homogeneamente distribuídas, em amostras de tamanho mais reduzido (onde a possibilidade de formação de cracks e bolhas é mais reduzida) (Gallusi et al., 2009b; Ghassemieh, 2008; Hamouda et al., 2011).

Neste estudo, as fraturas pré-teste foram contabilizadas como metade do valor mais baixo de cada grupo, já que estas muitas vezes são menosprezadas levando a resultados que são sobrevalorizados (Scherrer et al., 2010; Zeidan et al., 2017).

A análise em MEV é meramente qualitativa, e por isso é necessário reforçar que o fundamental numa boa adesão não é a quantidade nem a extensão dos prolongamentos de resina, mas sim a integridade da camada híbrida, onde a profundidade de desmineralização é idealmente a mesma que a de impregnação no substrato desmineralizado, mas também a existência de microprolongamentos laterais de resina entre os *resin-tags* principais (Van Landuyt et al., 2007).

Atualmente, a comercialização dos sistemas adesivos foca-se na simplicidade e na rápida aplicação através de uma adesão estável e duradoura.

O aparecimento constante de inúmeros sistemas adesivos obriga a estudos e testes sobre os mesmos, de modo a concluir quais as estratégias adesivas mais eficazes.

Ademais, o sistema adesivo presente no estudo é considerado um sistema recente sendo os estudos sobre o mesmo ainda limitados especialmente quando se pretende observar resultados deste adesivo com a técnica SDE, dificultando o estabelecimento de uma *baseline* para os valores expectáveis de adesão.

Os adesivos *multi-mode* tem as qualidades e características de poderem ser aplicados sob diferentes protocolos. Várias investigações demonstram que a qualidade de adesão na dentina é superior na técnica SE em relação à técnica ER já que a adesão está correlacionada com a camada híbrida (Breschi et al., 2008; Pashley et al., 2011; Perdigão et al., 2012).

As variáveis em causa, para os resultados expostos, são a influência do condicionamento ácido prévio de 3 segundos com ácido ortofosfórico a 37%, a capacidade acídica de um sistema autocondicionante, composição dos solventes no adesivo, aplicação variável de camadas de adesivo, tempo de secagem e fotopolimerização.

Stape (2018) aborda o estudo da técnica *selective dentin etching* onde verifica que o tempo de 3 segundos de condicionamento ácido (H₃PO₄) na dentina, aliado a um adesivo universal, aumenta a profundidade que o ácido atinge, sem colapsar a rede de colagénio exposta, levando a uma camada híbrida menos permeável e mais duradoura, por comparação a esse mesmo adesivo utilizado em modo SE.

Em adesivos com o potencial de ligação química, este estudo demonstra que com 3 segundos de condicionamento ácido, haverá disponibilidade de Ca (cálcio) semelhante a um adesivo aplicado no modo SE e que tempos de condicionamento ácido superiores (como a 10 e 15 segundos) interferem negativamente na relação resina-dentina (desnaturação excessiva de fibras de colagénio), diminuindo as forças adesivas, com camadas híbridas mais propensas à degradação hidrolítica (Stape et al., 2018).

Assim, será expectável maiores valores de adesão em **FB1** e **FB2**, pelo protocolo com SDE, no entanto é importante entender que não há diferenças significativas entre **FB1** (com os valores médios mais elevados) e **FB2** (valores médios inferiores a FB1, mas superiores a GC).

Apesar da novidade dos adesivos universais pela sua simplicidade e rápida aplicação, cada vez mais se considera necessário um condicionamento ácido prévio antes do uso de um sistema autocondicionante (Lopes et al., 2016). Por outro lado, estudos consideram que, para sistemas adesivos universais, a aplicação prévia de ácido ortofosfórico é material-dependente, não havendo um consenso estabelecido sobre a estratégia ideal de adesão à dentina (Taschner et al., 2012).

É também importante analisar todos os elementos que contribuem para a adesão e, por isso, é importante reforçar que, ainda que a técnica SDE tenha contribuído para valores de adesão superiores a um modo SE, as próprias características do adesivo testado contribuem para um declínio da qualidade da interface adesiva criada (Lopes et al., 2016; Stape et al., 2018).

Há vários autores que defendem a aplicação prévia de ácido na dentina em sistemas adesivos SE *all-in-one*, onde a *smear layer* é incorporada na interface adesiva reduzindo a qualidade adesiva, já que esta camada não é permeabilizada, atuando como barreira à penetração dos monómeros acídicos, formando *resin tags* mais curtos, camadas híbridas mais finas e valores de adesão mais reduzidos (Muñoz et al., 2015; Muñoz et al., 2014; Sezinando et al., 2015).

A evaporação do etanol, presente no adesivo testado, tem menor pressão de vapor que a acetona, podendo muitas vezes ser difícil a evaporação total do mesmo inclusive seguindo as instruções do fabricante para secagem, já que é muitas vezes ineficiente (Hiraishi et al., 2007). Com o remanescente que permanece na interface, dá-se uma polimerização incompleta da resina, grau de conversão de monómero em polímeros menor, formação de poros e fragilização das propriedades mecânicas a longo prazo (Tay et al., 2005).

Os estudos de Nakabayashi et al (1992) e Van Landuyt et al (2008) referem que, em concentrações de HEMA acima dos 30%, os valores de resistência adesiva imediata vão diminuindo, sobretudo à dentina (Nakabayashi & Takarada, 1992; Van Landuyt et al., 2008). Não obstante, em casos em que o operador tenha secado em demasia a dentina, e as fibras de colagénio colapsaram, o HEMA pode contribuir para a re-expansão da rede de colagénio (Van Landuyt et al., 2008).

No anexo 2, ficha de segurança com as composições químicas do Futurabond® M+, verificamos a presença de HEMA entre os 10 a 25%. Em sistemas adesivos com uma quantidade substancial deste monómero (e com grande quantidade de solventes ou solvente com pouca pressão de vapor), dá-se normalmente maior degradação da interface adesiva já que é um domínio hidrofílico que permite a absorção de água mesmo após a polimerização (Pashley et al., 1998)

Posto isto, o GC obteve os piores resultados na adesão, já que, apesar de o sistema adesivo possuir um monómero adesivo acídico (que permite a ligação química ao cálcio da

hidroxiapatite na dentina), não se dá condicionamento ácido prévio, a rede de colagénio não é exposta na mesma quantidade, e os monómeros não impregnam com a mesma profundidade que num modo SDE.

Tendo em conta os protocolos em estudo da resistência adesiva às 24 h, não houve diferenças estatisticamente significantes entre a aplicação de uma só camada de adesivo (**FB1**) e a aplicação de 3 camadas de adesivo (**FB2**) ainda que se tenha obtido valores maiores que o protocolo do fabricante (**GC**). Desta forma, rejeita-se a hipótese nula aceitando-se que existem diferenças à resistência adesiva conforme o protocolo de aplicação do sistema adesivo universal.

Em adesivos ER de 3 passos, é muitas vezes alvo de estudo a aplicação de 3 camadas de adesivo já que se promove maior impregnação dos monómeros de resina na dentina previamente desmineralizada diminuindo probabilidade de colagénio não impregnado e degradação da camada híbrida;

No caso do **FB2**, a aplicação de camadas extra de adesivo permite, teoricamente, a maior impregnação de monómeros acídicos e aumenta a capacidade de desmineralização do adesivo (Taschner et al., 2014). Foi escolhida a aplicação de 3 camadas por evidência que demonstra uma diferença significativa na resistência adesiva de um SE de um passo com aplicação de 3 camadas ao invés da aplicação da camada unitária (Chasqueira et al., 2013).

Não obstante a aplicação de várias camadas adesivas pode permitir a correta polimerização do adesivo e forças adesivas mais elevadas, por diminuição da exposição a oxigénio atmosférico (Frankenberger et al., 2001) .

Seria expectável que a evaporação dos solventes e o aumento da concentração de monómeros gerassem uma interface mais espessa e coesa (Elkassas et al., 2009). No entanto, a colocação do adesivo com *microbrush* e a secagem excessiva poderão ter levado a uma evaporação rápida do etanol impedindo os monómeros de atingir maior profundidade, observando-se, qualitativamente, a menor profundidade de impregnação resinosa na análise a MEV.

Em **FB1**, devido a uma só camada de adesivo, mesmo com o auxílio do SDE (aumento da profundidade de impregnação), foi produzida uma camada híbrida mais fina, onde a polimerização pode ser inibida pelo oxigénio (Pashley et al., 2002).

A aplicação de camadas extra de adesivo em **FB2** poderá ter protegido as camadas mais profundas, intimamente ligadas à dentina, do contacto com o oxigénio atmosférico, teoricamente aumentando os valores da resistência adesiva em relação a **FB1**, algo que não se verificou às 24 h (ainda que as diferenças estatísticas não fossem consideradas significantes) (Pashley et al., 2002).

Os sistemas adesivos simplificados têm uma abundante composição em monómeros hidrofílicos e solventes, que podem ficar retidos na interface adesiva (Van Meerbeek et al., 2003).

1. Relevância Clínica

Apesar do aparecimento dos sistemas adesivos simplificados, como os SE de um passo, ter ajudado a uma maior rentabilidade do tempo de trabalho clínico, sem prejudicar a eficácia do adesivo, a introdução dos sistemas adesivos universais acarreta não só a diminuição do tempo de aplicação, como a possibilidade do profissional escolher a técnica de aplicação mais indicada conforme o contexto clínico.

A investigação *in vitro* aqui exposta, pretende, dentro das suas limitações, demonstrar a eficácia adesiva à dentina de um sistema adesivo universal recentemente introduzido no mercado - Futurabond® M+ e estudar a estratégia de condicionamento seletivo da dentina sob as forças de adesão e a qualidade da interface adesiva criada.

2. Limitações do Estudo

As peças dentárias foram provenientes de vários indivíduos onde vários fatores (entre idade, tempo de armazenamento da peça dentária pós-extração) levaram a uma heterogeneidade do substrato dentinário.

O facto deste estudo ser realizado *in vitro* deve ser reforçado já que contém as suas limitações, podendo não corresponder inteiramente à realidade clínica, devendo ser

sugeridos ensaios clínicos de modo a continuar o estudo sobre a previsibilidade do material. No entanto, deste surgem aproximações estatísticas dos resultados, maior conhecimento sobre o possível/expectável *outcome* clínico de um sistema adesivo através do uso de variáveis influenciadoras da adesão e metodologias e protocolos mais benéficos a um sistema adesivo.

Além disso, o próprio operador pode influenciar os resultados em várias variáveis: percepção da dentina saudável vs afetada, propriedades variáveis da mesma em conformidade com a sua profundidade e humidade, lavagem insuficiente do ácido, mau recobrimento do substrato com o adesivo, técnica restauradora insuficiente a boa adaptação, tempos de secagem insuficientes, insuficiente fotopolimerização ou secagem, má colocação dos palitos nos *jigs* de Geraldeli.

VII. Conclusão

1. A resistência adesiva da resina composta à dentina, às 24 h, foi influenciada pelo protocolo de aplicação do adesivo universal Futurabond® M+ (VOCO), rejeitando-se a hipótese nula, com valores superiores para os sistemas com estratégia *SDE* comparativamente à estratégia *SE*. De ressaltar que tempos de condicionamento ácido maiores (>3 s) podem levar a uma maior exposição do colagénio e alterar os resultados aqui descritos.

Destaca-se o grupo FB1 com os maiores valores médios de resistência adesiva com a técnica *SDE* e aplicação de uma só camada de adesivo.

O grupo FB2, onde foi utilizada a técnica *SDE*, possui valores superiores de adesão média ao grupo GC, modo *SE*, sendo, no entanto, inferiores a FB1.

Em termos de significância estatística, os valores de FB1 são notoriamente diferentes a GC, sendo, no entanto, semelhantes (mas tendencialmente superiores) a FB2, grupo onde a aplicação de 3 camadas de adesivo poderá ter levado a uma acumulação excessiva, fragilizando a qualidade da ligação entre os substratos (resina e dentina).

2. A análise dos diferentes grupos em MEV suporta os resultados obtidos no sentido em que FB1 possui os maiores valores de resistência adesiva e, em termos qualitativos, forma a camada híbrida mais composta, onde há maior a exposição de túbulos dentinários e consequente formação de resin tags, evidenciando ramificações destes e prolongamentos laterais.

3. Perspetivas Futuras

Atualmente, existe ainda pouca evidência científica sobre a relação entre selamento marginal, nano-infiltração na interface adesiva e forças de adesão, especialmente quando o adesivo estudado tem um carácter muito hidrofílico e com presença substancial do monómero HEMA.

Deve ser estudada a correlação entre a espessura de uma camada híbrida e *micro-gaps* formados na interface adesiva.

Inserção da variável fator C, em investigações sobre adesão (em grande parte, a superfície é testada num “plano bidimensional” sem existência de paredes e cavidades) aliado à

utilização de uma técnica restauradora, com auxílio de uma chave de silicone ao invés de uma restauração direta dependente do operador, possibilitando a existência de bolhas de ar na realização da restauração direta (Gallusi et al., 2009b).

Ao invés das 3 camadas adicionais, deverá estudar-se a colocação de uma camada final de resina hidrófoba (como se observa em adesivos ER de 3 passos por separação de fases hidrofóbica e hidrofílica) já que são fornecidos monómeros de natureza hidrofóbica. O ideal será a aplicação do adesivo normal com uma camada hidrófoba e após ambas as aplicações, a fotopolimerização (secagem intercalada de modo a evaporar solventes) de modo que haja uma copolimerização entre as camadas de adesivo e camada hidrófoba decrescendo a possibilidade de maior retenção de solventes e monómeros livres, aumentando o grau de conversão (Sezinando et al., 2015).

Esta técnica deve ser utilizada em estudos que avaliem a estabilidade da interface após envelhecimento, já que ainda existem poucos estudos que relacionem a camada de resina hidrófoba com um adesivo universal, medindo forças de resistência adesiva imediatas e após envelhecimento. Não obstante, alguns estudos como de Vinagre et al., (2019) já conseguem comprovar o decréscimo em 50% das forças adesivas (em dentina, contacto com água durante 7 dias a 37 °C) quando se verifica a presença de água na interface adesiva; ademais, infere também sobre a maior força de resistência adesiva média quando aplicada a camada de resina hidrófoba ao invés da colocação unitária do adesivo universal; idealmente, o estudo de Vinagre et al. (2019), deveria ter sido complementado com uma avaliação qualitativa das interfaces.

Será indicada a análise elementar da interface adesiva, após envelhecimento de modo a avaliar quimicamente a interface adesiva e os elementos existentes.

A microscopia de Raman será um método adicional indicado para avaliar as discrepâncias entre profundidade de condicionamento ácido e impregnação de monómeros adesivos.

Utilização de MET para avaliar a *eletron-lucent layer*, categorizando possíveis falhas na interface adesiva entre camada híbrida e camada adesiva de modo a observar a sorção de água em regiões inibidas pelo oxigénio atmosférico.

VIII. Referências Bibliográficas

- 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>
- Arwill, T., & Bloom, G. (1955). Some Remarks on the Structure of Dentin as Revealed by the Electron Microscope. *Acta Odontologica Scandinavica*, 12(3–4), 185–192.
<https://doi.org/10.3109/00016355509028162>
- Berkovitz, B. K., Holland, G. R., & Moxham, B. J. (2009). *Oral anatomy, histology and embryology* (4th edition, Vol. 31). Mosby Elsevier.
<https://doi.org/10.1093/ejo/cjp045>
- Boushell, L. W. , & Sturdevant, J. R. (2013). Clinical Significance of Dental Anatomy, Histology, Physiology, and Occlusion. In *Sturdevant's Art and Science of Operative Dentistry* (6th edition, pp. 1–40). Elsevier Mosby.
- Breschi, L., Mazzoni, A., Ruggeri, A., Cadenaro, M., Di Lenarda, R., & De Stefano Dorigo, E. (2008). Dental adhesion review: Aging and stability of the bonded interface. In *Dental Materials* (Vol. 24, Issue 1, pp. 90–101).
<https://doi.org/10.1016/j.dental.2007.02.009>
- 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>
- Cardoso, M. V., De Almeida Neves, A., Mine, A., Coutinho, E., Van Landuyt, K., De Munck, J., & Van Meerbeek, B. (2011). Current aspects on bonding effectiveness and stability in adhesive dentistry. *Australian Dental Journal*, 56(SUPPL. 1), 31–44. <https://doi.org/10.1111/j.1834-7819.2011.01294.x>
- Carvalho, R. M., Manso, A. P., Geraldeli, S., Tay, F. R., & Pashley, D. H. (2012). Durability of bonds and clinical success of adhesive restorations. In *Dental Materials* (Vol. 28, Issue 1, pp. 72–86).
<https://doi.org/10.1016/j.dental.2011.09.011>
- Chasqueira, A. F., Arantes-Oliveira, S., & Portugal, J. (2013). Effect of Changes to the Manufacturer Application Techniques on the Shear Bond Strength of Simplified

- Dental Adhesives. *Journal of Applied Biomaterials & Functional Materials*, 11(2), 117–121. <https://doi.org/10.5301/JABFM.5000156>
- Chen, C., Niu, L.-N., Xie, H., Zhang, Z.-Y., Zhou, L.-Q., Jiao, K., Chen, J.-H., Pashley, D. H., & Tay, F. R. (2015). Bonding of universal adhesives to dentine – Old wine in new bottles? *Journal of Dentistry*, 43(5), 525–536. <https://doi.org/10.1016/j.jdent.2015.03.004>
- Coelho, A., Canta, J. P., Martins, J. N. R., Oliveira, S. A., & Marques, P. (2012). Perspetiva histórica e conceitos atuais dos sistemas adesivos amelodentinários – revisão da literatura. *Revista Portuguesa de Estomatologia, Medicina Dentária e Cirurgia Maxilofacial*, 53(1), 39–46. <https://doi.org/10.1016/j.rpemd.2011.11.008>
- Dehoff, P. H., Anusavice, K. J., & Wang, Z. (1995). Three-dimensional finite element analysis of the shear bond test. In *Dent Mater* (Vol. 11).
- Delbons, F. B., Perdigão, J., Araujo, E., Melo Freire, C. A., Caldas, D. D., Cardoso, J. L., Pagani, M., Borges, G. A., & Lima, R. B. (2015). Randomized clinical trial of four adhesion strategies in posterior restorations - 18-month results. *Journal of Esthetic and Restorative Dentistry*, 27(2), 107–117. <https://doi.org/10.1111/jerd.12135>
- Duke, E. S., & Lindemuth, J. (1991). Variability of clinical dentin substrates. *American Journal of Dentistry*, 4(5), 241–246.
- Elkassas, D., Taher, H. A., Elsahn, N., Hafez, R., & El-Badrawy, W. (2009). Effect of the Number of Applications of Acetone-based Adhesives on Microtensile Bond Strength and the Hybrid Layer. *Operative Dentistry*, 34(6), 688–696. <https://doi.org/10.2341/08-089-L>
- Ferraris, M., Muñoz, A., & Quevedo. (2009). *Histología, Embriología e Ingeniería Tisular Bucodental* (3rd edition). Editorial Médica Panamericana.
- Florescu, A., & Biclesanu, C. (2015). Microscopy comparative evaluation of the SE systems adhesion to normal and sclerotic dentin. In *Article in Romanian Journal of Morphology and Embryology*. <https://www.researchgate.net/publication/286992255>
- Frankenberger, R., Perdigão, J., Rosa, B. T., & Lopes, M. (2001). ‘No-bottle’ vs ‘multi-bottle’ dentin adhesives—a microtensile bond strength and morphological study. *Dental Materials*, 17(5), 373–380. [https://doi.org/10.1016/S0109-5641\(00\)00084-1](https://doi.org/10.1016/S0109-5641(00)00084-1)

- Fruits, T. J., Khajotia, S. S., & Nicholson, J. W. (2013). Biologic considerations. In , *Summitt's Fundamentals of Operative Dentistry: A Contemporary Approach* (4th edition, pp. 1–36). Quintessence Publishing Co.
- Fusayama, T. (1979). Two layers of caries dentine-diagnosis and treatment. *Oper Dent*, 4, 63–70. <https://cir.nii.ac.jp/crid/1572543024732118144.bib?lang=ja>
- Gallusi, G., Galeano, P., Libonati, A., Giuca, M. R., & Campanella, V. (2009a). Evaluation of bond strength of different adhesive systems: Shear and Microtensile Bond Strength Test. *ORAL & Implantology*, 2(4), 19–25.
- Gallusi, G., Galeano, P., Libonati, A., Giuca, M. R., & Campanella, V. (2009b). Evaluation of bond strength of different adhesive systems: Shear and Microtensile Bond Strength Test. *ORAL & Implantology*, 2(4), 19–25.
- Ghassemieh, E. (2008). Evaluation of sources of uncertainties in microtensile bond strength of dental adhesive system for different specimen geometries. *Dental Materials*, 24(4), 536–547. <https://doi.org/10.1016/j.dental.2007.06.022>
- Goldberg, M., Kulkarni, A. B., Young, M., & Boskey, A. (2011). Dentin: structure, composition and mineralization. *Frontiers in Bioscience (Elite Edition)*, 3(2), 711–735. <https://doi.org/10.2741/e281>
- Habelitz, S., Marshall, S. J., Marshall, G. W., & Balooch, M. (2001). Mechanical properties of human dental enamel on the nanometre scale. In *Archives of Oral Biology* (Vol. 46). www.elsevier.com/locate/archlbio
- Hamouda, I. M., Samra, N. R., & Badawi, M. F. (2011). Microtensile bond strength of etch and rinse versus self-etch adhesive systems. *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials*, 4(3), 461–466. <https://doi.org/10.1016/j.jmbbm.2010.12.007>
- Hiraishi, N., Breschi, L., Prati, C., Ferrari, M., Tagami, J., & King, N. M. (2007). Technique sensitivity associated with air-drying of HEMA-free, single-bottle, one-step self-etch adhesives. *Dental Materials*, 23(4), 498–505. <https://doi.org/10.1016/j.dental.2006.03.007>
- Kinney, J. H., Nalla, R. K., Pople, J. A., Breunig, T. M., & Ritchie, R. O. (2005). Age-related transparent root dentin: Mineral concentration, crystallite size, and mechanical properties. *Biomaterials*, 26(16), 3363–3376. <https://doi.org/10.1016/j.biomaterials.2004.09.004>

- Larmas, M., & Sándor, G. K. B. (2014). Enzymes, Dentinogenesis and Dental Caries: a Literature Review. *Journal of Oral and Maxillofacial Research*, 5(4).
<https://doi.org/10.5037/jomr.2014.5403>
- Liu, Y., Tjäderhane, L., Breschi, L., Mazzoni, A., Li, N., Mao, J., Pashley, D. H., & Tay, F. R. (2011). Limitations in Bonding to Dentin and Experimental Strategies to Prevent Bond Degradation. *Journal of Dental Research*, 90(8), 953–968.
<https://doi.org/10.1177/0022034510391799>
- Lopes, L. D. S., Malaquias, P., Calazans, F. S., Reis, A., Loguércio, A. D., & Barceleiro, M. D. O. (2016). Protocolo das possibilidades técnicas de aplicação dos sistemas adesivos universais: revisão de literatura com relato de caso. *Revista Brasileira de Odontologia*, 73(2), 173. <https://doi.org/10.18363/rbo.v73n2.p.173>
- Luque-Martinez, I. V., Perdigão, J., Muñoz, M. A., Sezinando, A., Reis, A., & Loguercio, A. D. (2014). Effects of solvent evaporation time on immediate adhesive properties of universal adhesives to dentin. *Dental Materials*, 30(10), 1126–1135. <https://doi.org/10.1016/j.dental.2014.07.002>
- Maltz, M., Oliveira, E. F., Fontanella, V., & Carminatti, G. (2007). Deep Caries Lesions after Incomplete Dentine Caries Removal: 40-Month Follow-Up Study. *Caries Research*, 41(6), 493–496. <https://doi.org/10.1159/000109349>
- Marshall, G. W., Marshall, S. J., Kinney, J. H., & Balooch, M. (1997). The dentin substrate: structure and properties related to bonding. *Journal of Dentistry*, 25(6), 441–458. [https://doi.org/10.1016/S0300-5712\(96\)00065-6](https://doi.org/10.1016/S0300-5712(96)00065-6)
- Marshall, S. J., Bayne, S. C., Baier, R., Tomsia, A. P., & Marshall, G. W. (2010). A review of adhesion science. *Dental Materials*, 26(2), e11–e16.
<https://doi.org/10.1016/j.dental.2009.11.157>
- Mescher, A. L. (2013). *Junqueira's Basic Histology Text and Atlas* (13th edition). McGraw-Hill Education.
- Milia, E., Lallai, M. R., & García-Godoy, F. (1999). In vivo effect of a self-etching primer on dentin. *American Journal of Dentistry*, 12(4), 167–171.
- Mixson, J. M., Spencer, P., Moore, D. L., Chappell, R. P., & Adams, S. (1995). Surface morphology and chemical characterization of abrasion/erosion lesions. *American Journal of Dentistry*, 8(1), 5–9.
- Mjör, I. A. (2009). Dentin permeability: the basis for understanding pulp reactions and adhesive technology. *Brazilian Dental Journal*, 20(1), 3–16.
<https://doi.org/10.1590/S0103-64402009000100001>

- Muñoz, M. A., Sezinando, A., Luque-Martinez, I., Szesz, A. L., Reis, A., Loguercio, A. D., Bombarda, N. H., & Perdigão, J. (2014). Influence of a hydrophobic resin coating on the bonding efficacy of three universal adhesives. *Journal of Dentistry*, 42(5), 595–602. <https://doi.org/10.1016/j.jdent.2014.01.013>
- Muñoz, M., Luque-Martinez, I., Malaquias, P., Hass, V., Reis, A., Campanha, N., & Loguercio, A. (2015). In Vitro Longevity of Bonding Properties of Universal Adhesives to Dentin. *Operative Dentistry*, 40(3), 282–292. <https://doi.org/10.2341/14-055-L>
- Murray, P. E., Stanley, H. R., Matthews, J. B., Sloan, A. J., & Smith, A. J. (2002). Age-related odontometric changes of human teeth. *Oral Surgery, Oral Medicine, Oral Pathology, Oral Radiology, and Endodontology*, 93(4), 474–482. <https://doi.org/10.1067/moe.2002.120974>
- Nakabayashi, N., Kojima, K., & Masuhara, E. (1982). The promotion of adhesion by the infiltration of monomers into tooth substrates. *Journal of Biomedical Materials Research*, 16(3), 265–273. <https://doi.org/10.1002/jbm.820160307>
- Nakabayashi, N., & Takarada, K. (1992). Effect of HEMA on bonding to dentin. *Dental Materials*, 8(2), 125–130. [https://doi.org/10.1016/0109-5641\(92\)90067-M](https://doi.org/10.1016/0109-5641(92)90067-M)
- Nakajima, M., Kunawarote, S., Prasansuttiorn, T., & Tagami, J. (2011). Bonding to caries-affected dentin. *Japanese Dental Science Review*, 47(2), 102–114. <https://doi.org/10.1016/j.jdsr.2011.03.002>
- Nanci A. (2003). Chapter 8 - Dentin-Pulp complex. In *Ten Cate's Oral Histology: Development, structure and function* (6th edition). Mosby.
- Nanci, A. (2013). Enamel: composition, formation, and structure; Dentin-pulp complex. In *Ten Cate's oral histology : development, structure, and function* (8th edition, pp. 122–204). Elsevier Mosby.
- Oliveira, E. F., Carminatti, G., Fontanella, V., & Maltz, M. (2006). The monitoring of deep caries lesions after incomplete dentine caries removal: Results after 14-18 months. *Clinical Oral Investigations*, 10(2), 134–139. <https://doi.org/10.1007/s00784-006-0033-8>
- Oliveira, N. A., Diniz, L. S. M., Svizero, N. R., D'Alpino, P. H. P., & Pegoraro, C. (2010, September 19). Revista Dentística online. *Dental Adhesives: New Concepts and Clinical Applications*, 6–14.
- Park, S., Wang, D. H., Zhang, D., Romberg, E., & Arola, D. (2008). Mechanical properties of human enamel as a function of age and location in the tooth. *Journal*

- of Materials Science: Materials in Medicine*, 19(6), 2317–2324.
<https://doi.org/10.1007/s10856-007-3340-y>
- Pashley, D. H. (1996). Dynamics of the Pulpo-Dentin Complex. *Critical Reviews in Oral Biology & Medicine*, 7(2), 104–133.
<https://doi.org/10.1177/10454411960070020101>
- Pashley, D. H., & Carvalho, R. M. (1997). Dentine permeability and dentine adhesion. *Journal of Dentistry*, 25(5), 355–372. [https://doi.org/10.1016/S0300-5712\(96\)00057-7](https://doi.org/10.1016/S0300-5712(96)00057-7)
- Pashley, D. H., Pashley, E. L., Carvalho, R. M., & Tay, F. R. (2002). The effects of dentin permeability on restorative dentistry. *The Effects of Dentin Permeability on Restorative Dentistry*, 46, 211–245.
- 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, E. L., Zhang, Y., E. Lockwood, P., Rueggeberg, F. A., & Pashley, D. H. (1998). Effects of HEMA on water evaporation from water–HEMA mixtures. *Dental Materials*, 14(1), 6–10. [https://doi.org/10.1016/S0109-5641\(98\)00003-7](https://doi.org/10.1016/S0109-5641(98)00003-7)
- Perdigão, J. (2002). Dentin bonding as a function of dentin structure. *Dental Clinics of North America*, 46(2), 277–301. [https://doi.org/10.1016/S0011-8532\(01\)00008-8](https://doi.org/10.1016/S0011-8532(01)00008-8)
- Perdigão, J. (2007). New Developments in Dental Adhesion. *Dental Clinics of North America*, 51(2), 333–357. <https://doi.org/10.1016/j.cden.2007.01.001>
- Perdigão, J. (2010). Dentin bonding-Variables related to the clinical situation and the substrate treatment. *Dental Materials*, 26(2).
<https://doi.org/10.1016/j.dental.2009.11.149>
- Perdigão, J. (2015). Adesão aos tecidos dentários. In L. N. Baratieri & S. M. & C. Junio (Eds.), *Odontologia restauradora: fundamentos e possibilidades* (2nd edition, pp. 89–145).
- Perdigão, J., Geraldeli, S., Carmo, A. R. P., & Dutra, H. R. (2002). In vivo Influence of Residual Moisture on Microtensile Bond Strengths of One-Bottle Adhesives. *Journal of Esthetic and Restorative Dentistry*, 14(1), 31–38.
<https://doi.org/10.1111/j.1708-8240.2002.tb00145.x>
- Perdigão, J., Lambrechts, P., Van Meerbeek, B., Tomé, Â. R., Vanherle, G., & Lopes, A. B. (1996). Morphological field emission-SEM study of the effect of six

- phosphoric acid etching agents on human dentin. *Dental Materials*, 12(4), 262–271. [https://doi.org/10.1016/S0109-5641\(96\)80033-9](https://doi.org/10.1016/S0109-5641(96)80033-9)
- Perdigão, J., Reis, A., & Loguercio, A. D. (2013). Dentin Adhesion and MMPs: A Comprehensive Review. *Journal of Esthetic and Restorative Dentistry*, 25(4), 219–241. <https://doi.org/10.1111/jerd.12016>
- Perdigão, J., & Ritter, A. V. (2001). Adesão aos tecidos dentários. In *Odontologia Restauradora: fundamentos e possibilidades* (1st edition, pp. 85–121). Quintessence Editor.
- Perdigão, J., Sezinando, A., & Monteiro, P. C. (2012). Laboratory bonding ability of a multi-purpose dentin adhesive. *American Journal of Dentistry*, 25(3), 153–158.
- Perdigão, J., Swift, E. J., & Walter, R. (2002). Fundamental Concepts of Enamel and Dentin Adhesion. In *Studivant's Art and Science of Operative Dentistry* (6th edition, pp. 114–140). Mosby Elsevier.
- Perdigão, J., Swift Jr., E. J., & Walter, R. (2014). Concepts of Enamel and Dentin Adhesion. In H. O. Heymann, E. J. Swift Jr., & A. V. Ritter (Eds.), *Studivant's Art & Science of Operative Dentistry* (6th edition). Elsevier Health Sciences.
- Pereira, P. N. R., Okuda, M., Sano, H., Yoshikawa, T., Burrow, M. F., & Tagami, J. (1999). Effect of intrinsic wetness and regional difference on dentin bond strength. *Dental Materials*, 15(1), 46–53. [https://doi.org/10.1016/S0109-5641\(99\)00013-5](https://doi.org/10.1016/S0109-5641(99)00013-5)
- Pushpa, R., & Suresh, B. (2010). Marginal permeability of one step self-etch adhesives: Effects of double application or the application of hydrophobic layer. *Journal of Conservative Dentistry*, 13(3), 141. <https://doi.org/10.4103/0972-0707.71646>
- Ralph Rawls, H., Teixeira, E. C., & Wang, Q. (2013). Bonding and Bonding Agents. In *Phillip's science of dental materials* (12th edition). Moseby Elsevier.
- Reeder, O. W., Walton, R. E., Livingston, M. J., & Pashley, D. H. (1978). Dentin Permeability: Determinants of Hydraulic Conductance. *Journal of Dental Research*, 57(2), 187–193. <https://doi.org/10.1177/00220345780570020601>
- Scherrer, S. S., Cesar, P. F., & Swain, M. V. (2010). Direct comparison of the bond strength results of the different test methods: A critical literature review. *Dental Materials*, 26(2), e78–e93. <https://doi.org/10.1016/j.dental.2009.12.002>
- Selvamani, M., Madhushankari, G. S., Praveen, S. B., Mandana, D., Vaidehi, N., & Gajendra, D. (2013). Effect of vitality on translucent dentine - a study. *Journal of International Oral Health : JIOH*, 5(2), 1–7.

- Sezinando, A. (2014). Looking for the ideal adhesive – A review. *Revista Portuguesa de Estomatologia, Medicina Dentária e Cirurgia Maxilofacial*, 55(4), 194–206. <https://doi.org/10.1016/j.rpemd.2014.07.004>
- Sezinando, A., Luque-Martinez, I., Muñoz, M. A., Reis, A., Loguercio, A. D., & Perdigão, J. (2015). Influence of a hydrophobic resin coating on the immediate and 6-month dentin bonding of three universal adhesives. *Dental Materials*, 31(10), e236–e246. <https://doi.org/10.1016/j.dental.2015.07.002>
- Shibata, S., Vieira, L. C. C., Baratieri, L. N., Fu, J., Hoshika, S., Matsuda, Y., & Sano, H. (2016). Evaluation of microtensile bond strength of self-etching adhesives on normal and caries-affected dentin. *Dental Materials Journal*, 35(2), 166–173. <https://doi.org/10.4012/dmj.2014-330>
- Smith, A. J., Cassidy, N., Perry, H., Begue-Kirn, C., & Ruch and, J.-V. (1995). Reactionary dentinogenesis. In *I. De\'. IJiol* (Vol. 39).
- Spencer, P., Ye, -Lawrence -Ks Qiang, Park, J., Misra, A., Bohaty, B. S., Singh, V., Parthasarathy, R., Sene, F., & Laurence, J. (2012). Durable bonds at the adhesive/dentin interface: an impossible mission or simply a moving target? In *Braz Dent Sci* (Vol. 15, Issue 1).
- Stape, T. H. S., Wik, P., Mutluay, M. M., Al-Ani, A. A. S., & Tezvergil-Mutluay, A. (2018). Selective dentin etching: A potential method to improve bonding effectiveness of universal adhesives. *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials*, 86, 14–22. <https://doi.org/10.1016/j.jmbbm.2018.06.015>
- Strassler, H. E. (2003). Applications of total-etch adhesive bonding. *Compendium of Continuing Education in Dentistry (Jamesburg, N.J. : 1995)*, 24(6), 427–430, 432, 434-6 passim; quiz 441.
- Swift, E. J. (2002). *Dentin/enamel adhesives: Review of the literature - Pediatric Dentistry*. <https://www.researchgate.net/publication/11052187>
- Swift, E., Perdigão, J., & Heyman, H. (1995). *Bonding to enamel and dentin: a brief history and state of the art*. <https://www.researchgate.net/publication/15629846>
- Tagami, J., Hosoda, H., Burrow, M. F., & Nakajima, M. (1992). Effect of aging and caries on dentin permeability. *Proceedings of the Finnish Dental Society. Suomen Hammaslaakariseuran Toimituksia*, 88 Suppl 1, 149–154.
- Taschner, M., Kümmerling, M., Lohbauer, U., Breschi, L., Petschelt, A., & Frankenberger, R. (2014). Effect of Double-layer Application on Dentin Bond

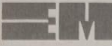
- Durability of One-step Self-etch Adhesives. *Operative Dentistry*, 39(4), 416–426.
<https://doi.org/10.2341/13-168-L>
- Taschner, M., Nato, F., Mazzoni, A., Frankenberger, R., Falconi, M., Petschelt, A., & Breschi, L. (2012). Influence of preliminary etching on the stability of bonds created by one-step self-etch bonding systems. *European Journal of Oral Sciences*, 120(3), 239–248. <https://doi.org/10.1111/j.1600-0722.2012.00960.x>
- Tay, F. R., & Pashley, D. H. (2004). Resin bonding to cervical sclerotic dentin: A review. *Journal of Dentistry*, 32(3), 173–196.
<https://doi.org/10.1016/j.jdent.2003.10.009>
- Tay, F. R., Pashley, D. H., Hiraishi, N., Imazato, S., Rueggeberg, F. A., Salz, U., Zimmermann, J., & King, N. M. (2005). Tubular Occlusion Prevents Water-treeing and Through-and-Through Fluid Movement in a Single-bottle, One-step Self-etch Adhesive Model. *Journal of Dental Research*, 84(10), 891–896.
<https://doi.org/10.1177/154405910508401004>
- Ting, S., Chowdury, A. A., Pan, F., Fu, J., Sun, J., Kakuda, S., Hoshika, S., Matsuda, Y., Ikeda, T., Nakaoki, Y., ABE, S., YOSHIDA, Y., & SANO, H. (2015). Effect of remaining dentin thickness on microtensile bond strength of current adhesive systems. *Dental Materials Journal*, 34(2), 181–188.
<https://doi.org/10.4012/dmj.2014-130>
- Van Landuyt, K. L., Krifka, S., Hiller, K.-A., Bolay, C., Waha, C., Van Meerbeek, B., Schmalz, G., & Schweikl, H. (2015). Evaluation of cell responses toward adhesives with different photoinitiating systems. *Dental Materials*, 31(8), 916–927. <https://doi.org/10.1016/j.dental.2015.04.016>
- 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. *Biomaterials*, 28(26), 3757–3785.
<https://doi.org/10.1016/j.biomaterials.2007.04.044>
- Van Landuyt, K. L., Snauwaert, J., Peumans, M., De Munck, J., Lambrechts, P., & Van Meerbeek, B. (2008). The role of HEMA in one-step self-etch adhesives. *Dental Materials*, 24(10), 1412–1419. <https://doi.org/10.1016/j.dental.2008.02.018>
- Van Meerbeek, B., Conn, L. J., Duke, E. S., Eick, J. D., Robinson, S. J., & Guerrero, D. (1996). Correlative Transmission Electron Microscopy Examination of Nondemineralized and Demineralized Resin-Dentin Interfaces Formed by Two

- Dentin Adhesive Systems. *Journal of Dental Research*, 75(3), 879–888.
<https://doi.org/10.1177/00220345960750030401>
- Van Meerbeek, B., De Munck, J., Yoshida, Y., Inoue, S., Vargas, M., Vijay, P., Van Landuyt, K., Lambrechts, P., & Vanherle, G. (2003). Buonocore memorial lecture. Adhesion to enamel and dentin: current status and future challenges. *Operative Dentistry*, 28(3), 215–235.
- Van Meerbeek, B., Peumans, M., Poitevin, A., Mine, A., Van Ende, A., Neves, A., & De Munck, J. (2010). Relationship between bond-strength tests and clinical outcomes. *Dental Materials*, 26(2), e100–e121.
<https://doi.org/10.1016/j.dental.2009.11.148>
- Van Meerbeek, B., Yoshihara, K., Yoshida, Y., Mine, A., J., D. M., & K.L., V. 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>
- Vinagre, A., Ralho, A., Ramos, N., Messias, A., & Ramos, J. C. (2019). Bonding performance of a universal adhesive: Effect of hydrophobic resin coating and long-term water storage. *Revista Portuguesa de Estomatologia, Medicina Dentaria e Cirurgia Maxilofacial*, 60(3), 96–103.
<https://doi.org/10.24873/j.rpemd.2019.11.463>
- Wang, Y., & Spencer, P. (2002). Quantifying adhesive penetration in adhesive/dentin interface using confocal Raman microspectroscopy. *Journal of Biomedical Materials Research*, 59(1), 46–55. <https://doi.org/10.1002/jbm.1215>
- Yoshida, Y., Yoshihara, K., Nagaoka, N., Hayakawa, S., Torii, Y., Ogawa, T., Osaka, A., & Meerbeek, B. V. (2012). Self-assembled Nano-layering at the Adhesive Interface. *Journal of Dental Research*, 91(4), 376–381.
<https://doi.org/10.1177/0022034512437375>
- Yoshiyama, M., Tay, F. R., Doi, J., Nishitani, Y., Yamada, T., Itou, K., Carvalho, R. M., Nakajima, M., & Pashley, D. H. (2002). Bonding of Self-etch and Total-etch Adhesives to Carious Dentin. *Journal of Dental Research*, 81(8), 556–560.
<https://doi.org/10.1177/154405910208100811>
- Zeidan, L. C., Reis, A. F., Cassoni, A., & Rodrigues, J. A. (2017). Effect of six month storage on microtensile bond strength of new elective etching adhesive system on dentin in self-etching or etch-and-rinse approach. *The Saudi Journal for Dental Research*, 8(1–2), 5–10. <https://doi.org/10.1016/j.sjdr.2016.06.006>

Zheng, L., Nakajima, M., Higashi, T., Foxton, R. M., & Tagami, J. (2005). Hardness and Young's Modulus of Transparent Dentin Associated with Aging and Carious Disease. *Dental Materials Journal*, 24(4), 648–653.
<https://doi.org/10.4012/dmj.24.648>

IX. Anexos

1. Aprovação Comissão de Ética Egas Moniz

 EGAS MONIZ SCHOOL
of HEALTH & SCIENCE

Comissão de Ética EGAS MONIZ

Proc. Interno nº 1205
PLATAFORMA

Ex.mo Senhor
Tiago da Conceição Rodrigues Lopes
Pereira

Monte de Caparica, 2 de março de 2023.

Ex.mo Senhor,

Em resposta ao Pedido de Parecer que submeteu à apreciação da Comissão de Ética da Egas Moniz, com o tema denominado: **"Influência do protocolo de aplicação de um sistema adesivo universal na resistência adesiva e morfologia da interface entre dentina e adesivo – Estudo in vitro**, foi aprovado.

A Presidente da Comissão de Ética da Egas Moniz


Professora Doutora Maria Fernanda de Mesquita

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

2. Ficha de Segurança Futurabond M+

SECTION 3: Composition/information on ingredients

3.2 Chemical characterisation: Mixtures

Description: Mixture of substances listed below with nonhazardous additions.

Dangerous components:

CAS: 868-77-9	2-hydroxyethyl methacrylate	10-25%
EINECS: 212-782-2	Skin Irrit. 2, H315; Eye Irrit. 2, H319; Skin Sens. 1, H317	

(Contd. on page 2)

GB

Page 2/6

Safety data sheet according to 1907/2006/EC, Article 31

Printing date 25.04.2023

Version number 25

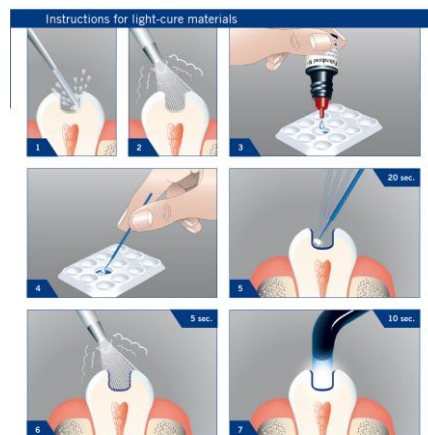
Revision: 25.04.2023

Trade name: Futurabond M+

(Contd. of page 1)

CAS: 1565-94-2	BIS GMA	10-25%
	Skin Irrit. 2, H315; Eye Irrit. 2, H319; Skin Sens. 1, H317	
CAS: 64-17-5	ethanol	10-25%
EINECS: 200-578-6	Flam. Liq. 2, H225	
	Acidic adhesive monomer	2.5-5%
	Skin Corr. 1B, H314	
	Eye Irrit. 2, H319	
CAS: 72869-86-4	Urethanedimethacrylate	2.5-5%
EINECS: 276-957-5	Aquatic Chronic 2, H411	
	Skin Sens. 1B, H317	

3. Instruções do Fabricante VOCO



Futurabond® M+
Instructions

VOCO GmbH · Anton-Pfister-Strasse 3-5 · 27472 Cuxhaven · Germany

VOCO

4. Pedidos de uso de imagens

Master's Thesis



Tiago Conceição <tiagocrp@gmail.com>
para antonio.nanci

12:34 (há 34 minutos) ★ ↶ ⋮

Good Morning, I'm a dentistry student now finishing the master's thesis in Egas Moniz School of Health & Science in Lisbon, Portugal.

I've done a laboratorial investigation on the adhesive strength of a universal adhesive on dentin, also evaluating the benefits of it's manipulation combined with selected dentin etching.

I would like to ask for your permission to use one of your images present in: Ten Cate's Oral Histology (2013), "the tooth". Your image is quoted as your property and the references written.

If you let me use your image, i'm happy to send you the final thesis if you wish.

Best of luck in your career, and thank you for your research.

Tiago Pereira, Dentistry Master' 2023



Master's Thesis image usage



Tiago Conceição <tiagocrp@gmail.com>
para perdi001

12:50 (há 19 minutos) ★ ↶ ⋮

Good Morning, I'm a dentistry student now finishing the master's thesis in Egas Moniz School of Health & Science in Lisbon, Portugal.

I've done a laboratorial investigation on the adhesive strength of a universal adhesive on dentin, also evaluating the benefits of it's manipulation combined with selected dentin etching.

I would like to ask for your permission to use one of your images present in Dentin Bonding as a function of dentin structure (2002), Dentin Adhesion and MMPs: A Comprehensive Review (2013), Dentin bonding-Variables related to the clinical situation and the substrate treatment (2010).

